

Votre accélérateur
de croissance



Entreprendre
.wapi

3D Printing et Technologies Associées

Negundo – 24/05/2018

Khadija OMARI



LE FONDS EUROPEEN DE DEVELOPPEMENT REGIONAL
ET LA WALLONIE INVESTISSENT DANS VOTRE AVENIR



Partenaires

IDETA (Agence de développement territorial) **IEG (Intercommunale d'étude et de gestion)**

accompagnent les entreprises et gèrent les parcs d'activités économiques en Wallonie picarde.

La Chambre de Commerce et d'Industrie de Wallonie picarde

représente, anime et dynamise le réseau des entreprises en Wallonie picarde.

WAPINVEST

finance et aide à développer les entreprises en Wallonie picarde.



Missions

Métier

Accompagnement individuel d'entreprises

Une équipe et des outils

Diagnostics, plans d'actions, Business plan, Expertises, Intelligence stratégique

Objectif

Création d'emplois et de valeur ajoutée en Wallonie picarde



Entreprises concernées



Entreprises

Porteurs de projet, Start-ups ou
PME *

* éligibles aux lois d'expansion économique

Objectif de croissance

5 à 50 personnes

5 axes d'actions



Création d'entreprises

Développement d'entreprises

Super Achievers

Intelligence Stratégique

Gestion et transition énergétique

**Votre accélérateur
de croissance**

Envie de développer votre entreprise ?

Entreprendre.wapi s'engage à vos côtés
et met son expertise à votre service pour la
réussite de votre projet !

Contactez-nous !

www.entreprendrewapi.be

info@entreprendrewapi.be

+32 69 21 07 65



Journée thématique 3D printing céramique et technologies associées



TECH2FAB

Eric DELECOSSE

Equipe Technique Interreg - Antenne Wallonie

Tournai, le 24 mai 2018



1

CONTEXTE
CONTEXT



POLITIQUE DE COHÉSION 2014-2020

COHESIEBELEID 2014-2020

1990 - 1993

1994 - 1999

2000 - 2006

2007 - 2013

2014 - 2020

1

Investissement pour la croissance et
l'emploi

Investering voor groei en
werkgelegenheid

FEDER <
EFRO <

Fonds social européen <
Europees sociaal Fonds <

Fonds de cohésion <
Cohesiefonds <

2

Coopération territoriale
européenne

Europese territoriale
samenwerking

> FEDER
> EFRO

Interreg

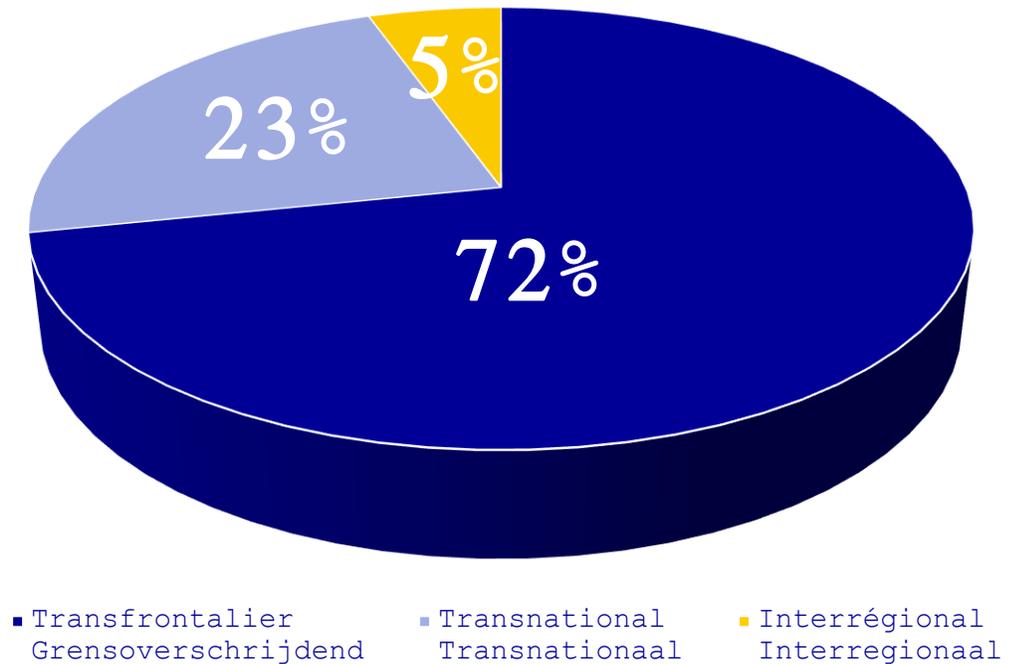
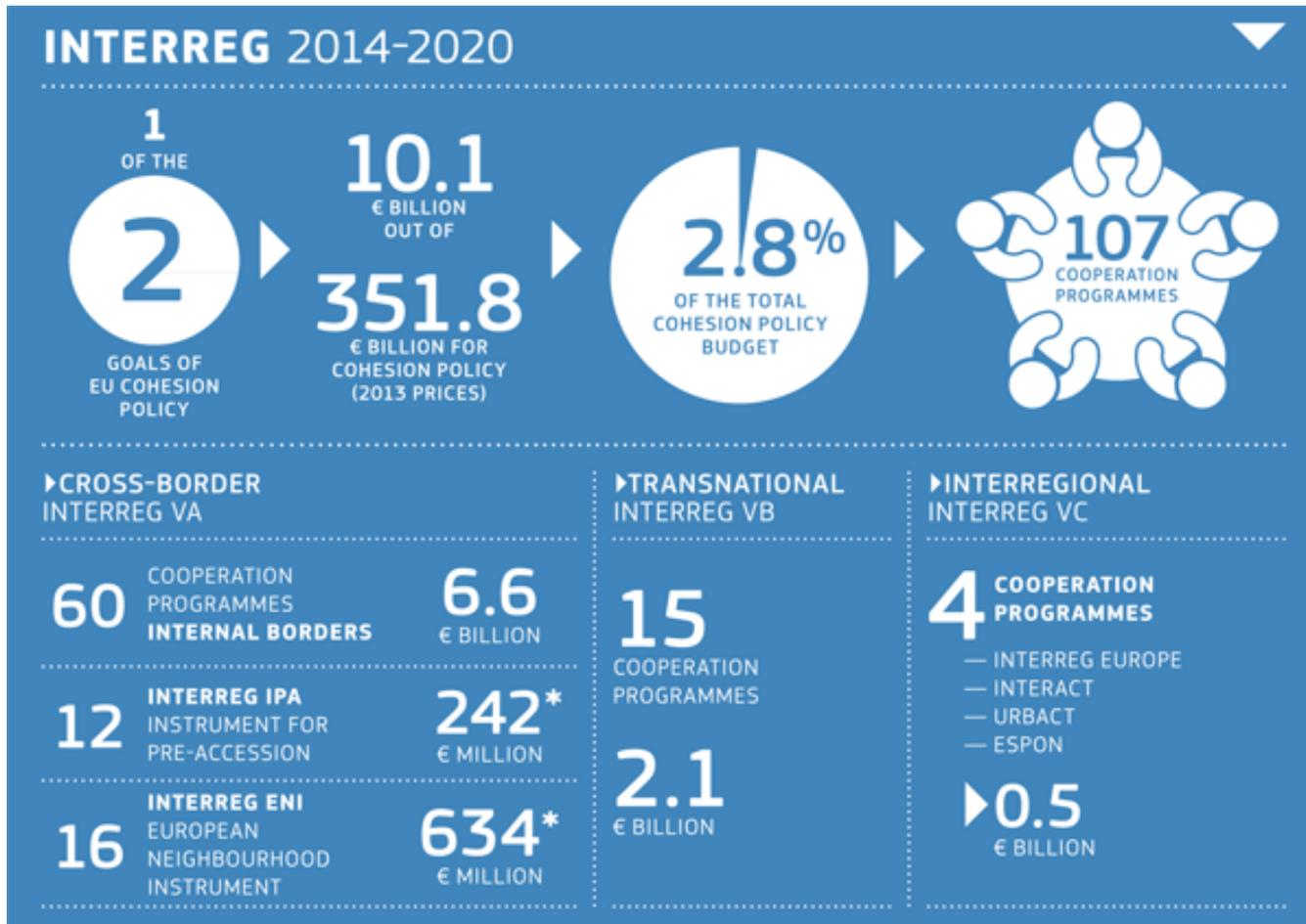
France-Wallonie-Vlaanderen



UNION EUROPÉENNE
EUROPESE UNIE

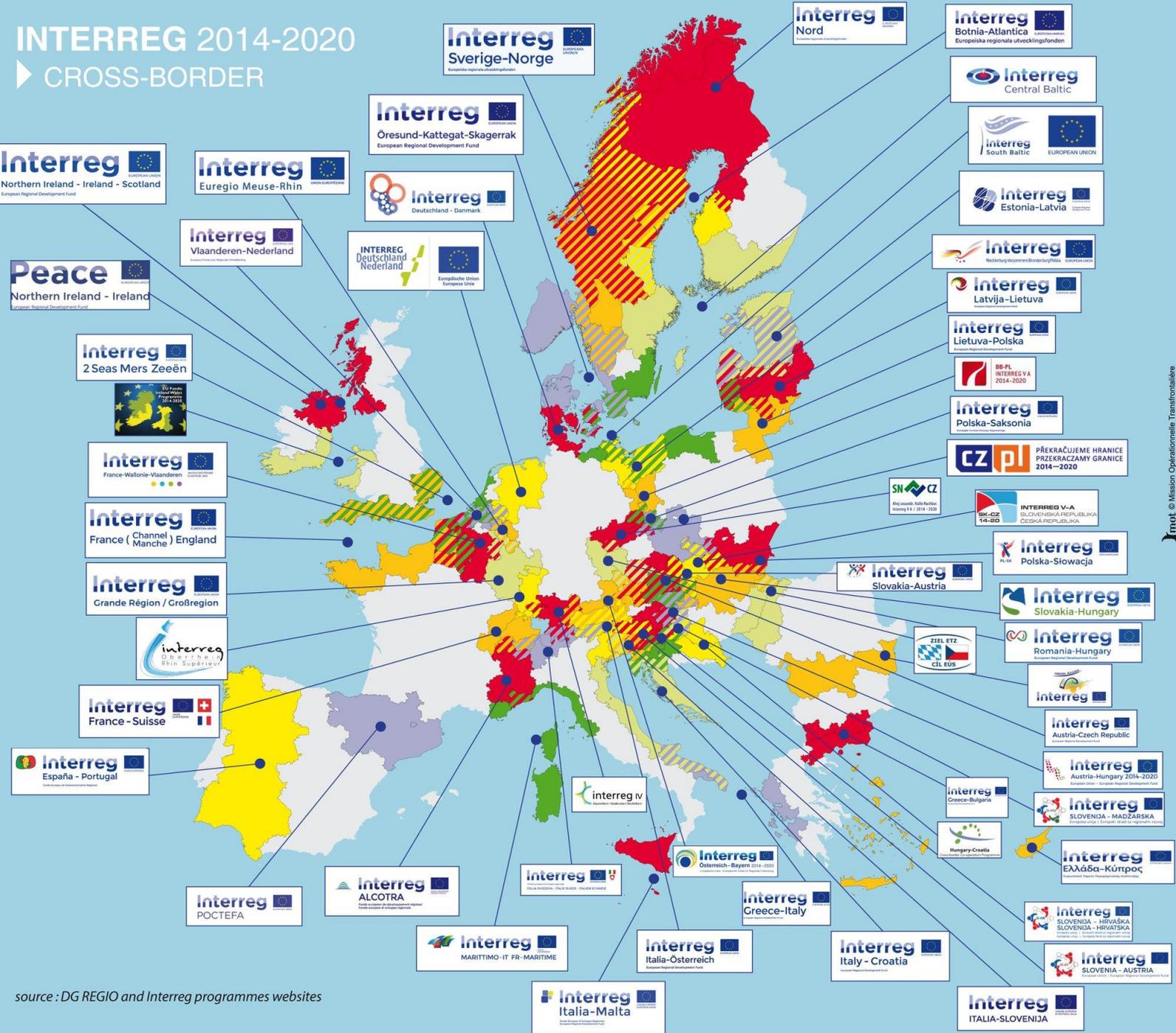
LA COOPÉRATION TERRITORIALE EUROPÉENNE 2014-2020

DE EUROPESE TERRITORIALE SAMENWERKING 2014-2020



INTERREG 2014-2020

CROSS-BORDER



Imof © Mission Opérationnelle Transfrontalière



source : DG REGIO and Interreg programmes websites

2

L'IDENTITÉ DU PROGRAMME
DE IDENTITEIT VAN HET
PROGRAMMA



LE TERRITOIRE DE COOPÉRATION HET SAMENWERKINGSGEBIED

62.000 km²
10.800.000 habitants/inwoners



LA STRATÉGIE : 4 AXES PRIORITAIRES

DE STRATEGIE: 4 PRIORITAIRE ASSEN

Améliorer et soutenir la collaboration transfrontalière en recherche et innovation

Verbeteren en ondersteunen van de grensoverschrijdende samenwerking op het gebied van onderzoek en innovatie



Accroître la compétitivité transfrontalière des PME

Vergroten van het grensoverschrijdend concurrentievermogen van de KMO's



Protéger et valoriser l'environnement par une gestion intégrée des ressources transfrontalières

Beschermen en valoriseren van het milieu door een geïntegreerd beheer van de grensoverschrijdende hulpbronnen



Promouvoir la cohésion et l'identité commune des territoires transfrontaliers

Bevorderen van de cohesie en van de gemeenschappelijke identiteit van de grensoverschrijdende gebieden



RECHERCHE ET
INNOVATION



ONDERZOEK EN
INNOVATIE



1

Accroissement de la recherche et de l'innovation de la zone transfrontalière dans les secteurs stratégiques et les secteurs à forte complémentarité

Versterken van het onderzoek en de innovatie van de grensoverschrijdende zone in de strategische sectoren en de sectoren met een sterke complementariteit



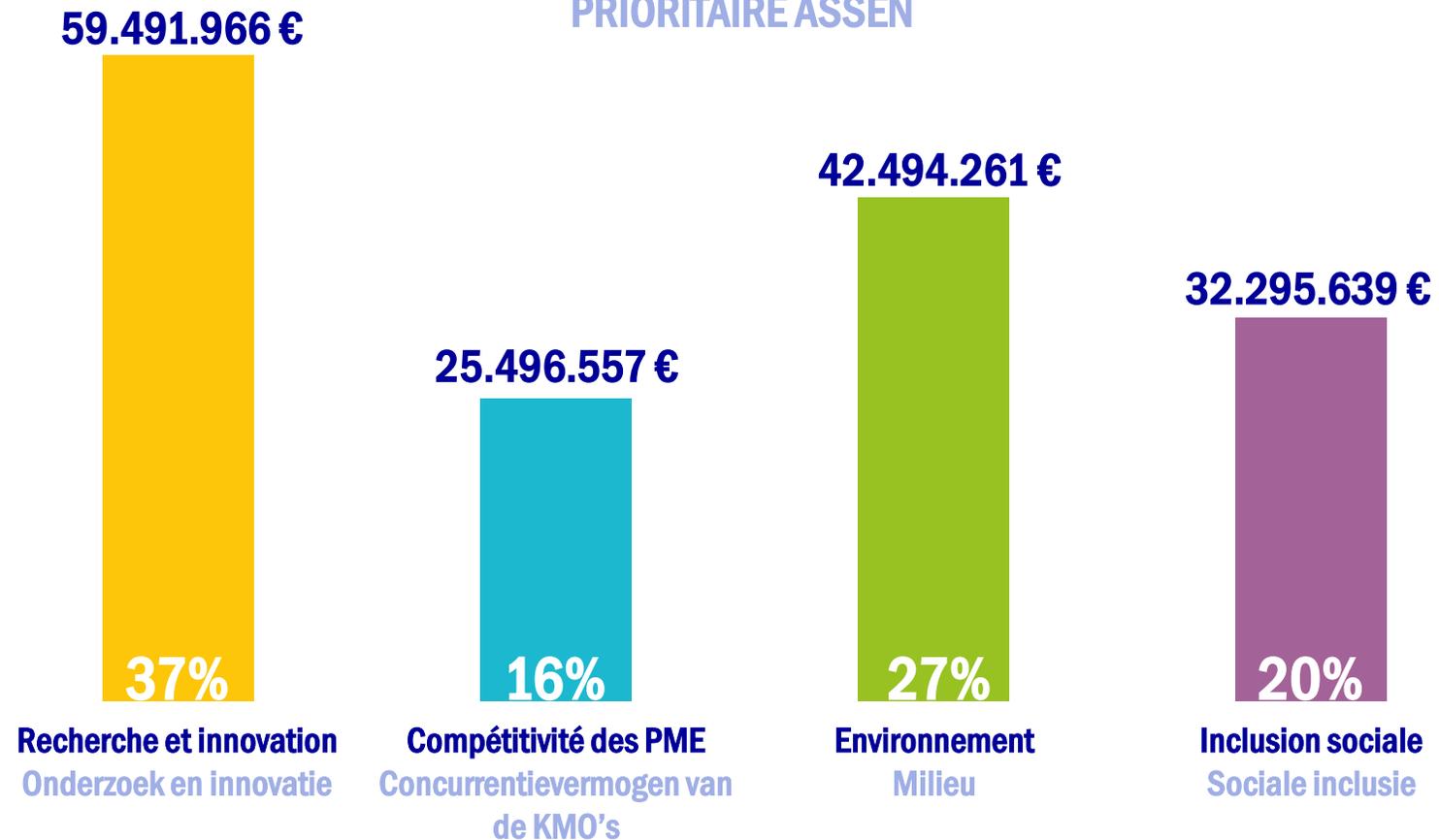
2

Accroissement du transfert et de la diffusion des bonnes pratiques innovante dans les secteurs stratégiques et à forte complémentarité de la zone transfrontalière

Grotere overdracht en verspreiding van goede praktijken in de strategische sectoren en de sectoren met een sterke complementariteit in de grensoverschrijdende zone

LE BUDGET
HET BUDGET

AXES PRIORITAIRES
PRIORITAIRE ASSEN



BUDGET TOTAL FEDER
TOTAAL EFRO BUDGET

159.778.423 €

POUR UN BON PROJET TRANSFRONTALIER
VOOR EEN GESLAAGD GRENSOVERSCHRIJDEND PROJECT



Une plus-value transfrontalière

Een grensoverschrijdende meerwaarde

- **Résultats optimisés**
Geoptimaliseerde resultaten



Une mise en œuvre transfrontalière

Een grensoverschrijdende uitvoering

- **Complémentarité des opérateurs**
Complementariteit van de projectpartners



Un impact transfrontalier

Een grensoverschrijdende impact

- **Bénéfice pour les populations et/ou le territoire**
Ten voordele van de bevolking en/of de regio

LA GOUVERNANCE

HET BESTUUR

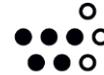
- L'Autorité de Gestion
De Beheersautoriteit

La Wallonie, représentée par Wallonie-Bruxelles International

Wallonië, vertegenwoordigd door Wallonie-Bruxelles International



Wallonie



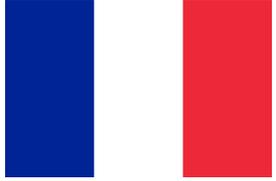
Wallonie - Bruxelles
International.be

Assistée dans ses missions par :

Bijgestaan in haar taken door:

- **Le Secrétariat conjoint / Het Gemeenschappelijk Secretariaat**
- **L'Equipe technique / Het Technisch Team**

LES AUTORITÉS PARTENAIRES DE PARTNERAUTORITEITEN



Interreg

France-Wallonie-Vlaanderen



UNION EUROPÉENNE
EUROPESE UNIE



PROGRAMME DE COOPÉRATION TRANSFRONTALIÈRE

avec le soutien du Fonds Européen de Développement Régional

ACCUEIL | LE PROGRAMME | ÉVÉNEMENTS | CONTACTS | ESPACE DOCUMENTATION

COMPÉTITIVITÉ DES PME

Créer, valoriser et mutualiser conjointement des dispositifs de développement et d'accompagnement des PME à l'accès aux marchés.

En savoir plus ▶



@InterregFWVL

SUIVEZ-NOUS !
VOLG ONS!

www.interreg-fwvl.eu



Interreg France- Wallonie-
Vlaanderen



Interreg France- Wallonie-
Vlaanderen



MERCI DE VOTRE ATTENTION
WE DANKEN U VOOR UW AANDACHT

www.interreg-fwvl.eu

 @InterregFWVL

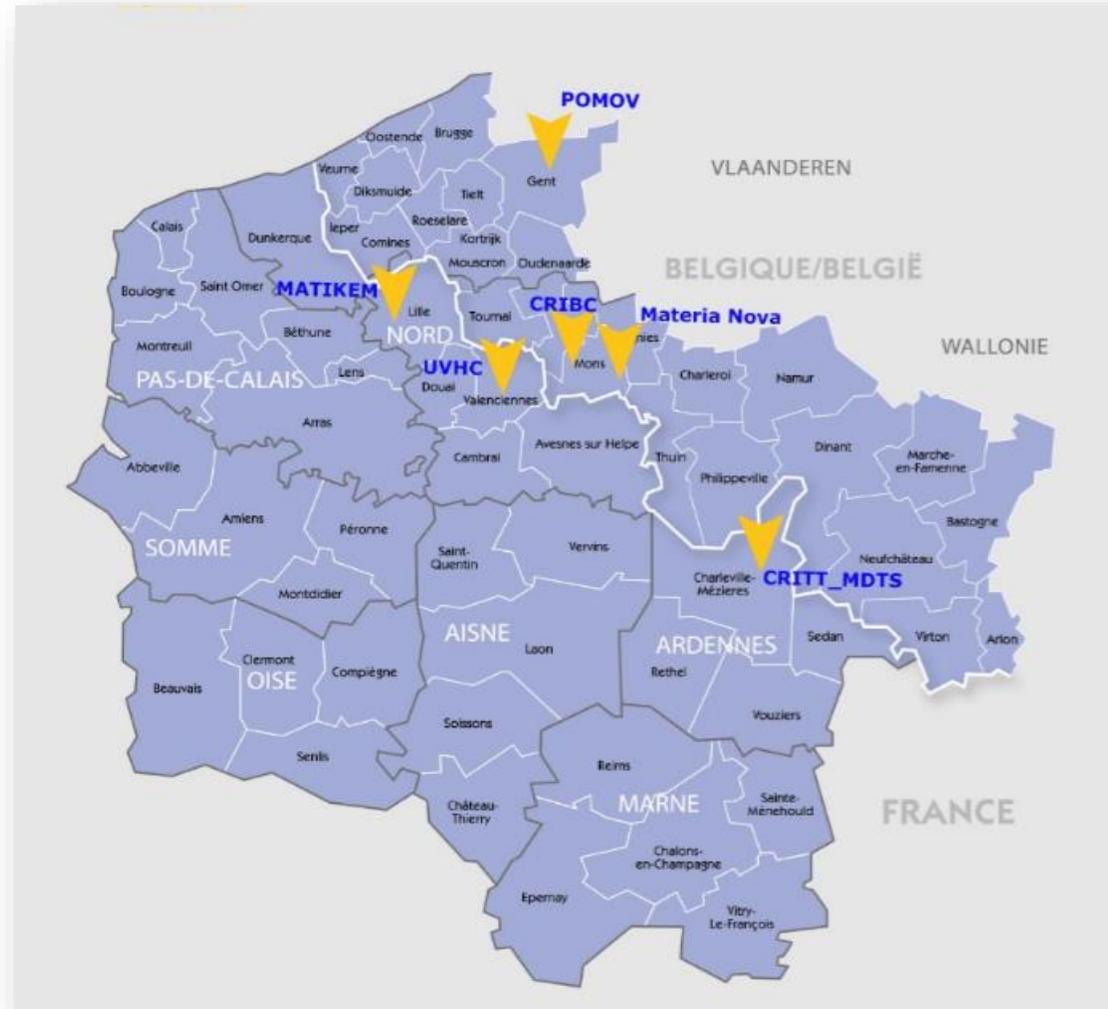
TECHNOLOGY TO FABRICATION

D. Deschuyteneer BCRC - Mons

Des technologies vers l'application industrielle

Véronique Lardot - CRIBC
v.lardot@bcrc.be

Zone éligible et partenariat



Le projet TECH2FAB



Objectif

Accélération du processus d'adoption et de transfert de technologies avant-gardistes

Unités de démonstration

UD1 - Traitements de surface par voie sèche

UD2 - Technologies de fabrication alternatives de matériaux céramiques

UD3 - Technologies de consolidation par frittage

Intérêt pour les entreprises de la zone frontalière ?

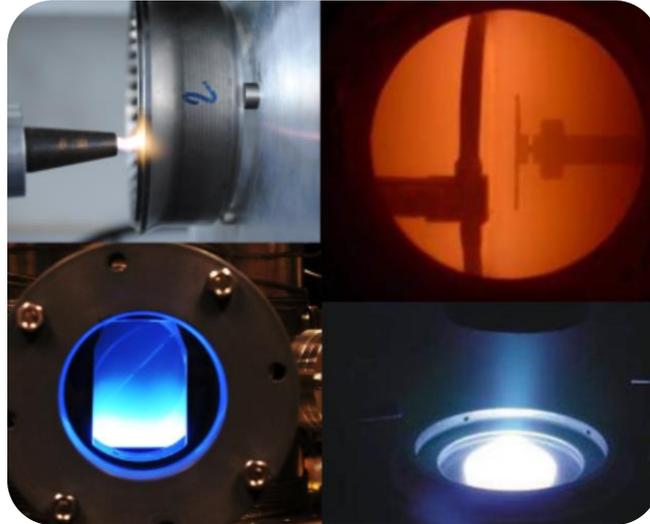
- **Besoin de solutions innovantes aux problèmes et défis technologiques**
- **Technos parfois perçues comme complexes et/ou inabordables**

Outputs attendus

- **Offre technologique enrichie de proximité**
association des ressources complémentaires des opérateurs
proximité géographique appréciable
- **Sensibilisation**
au potentiel des technologies de chaque UD dans leur niche de marché
en utilisant l'opérateur "natif" pour introduire l'opérateur "étranger"
- **Démystification de technologies perçues comme complexes et/ou inabordables**
- **Adaptation de l'offre technologique du marché**
aux spécificités des entreprises de la zone
en privilégiant le travail collaboratif transfrontalier
- **Partenariats durables entre opérateurs et entreprises de la zone**



UD1 - Traitements de surface par voie sèche



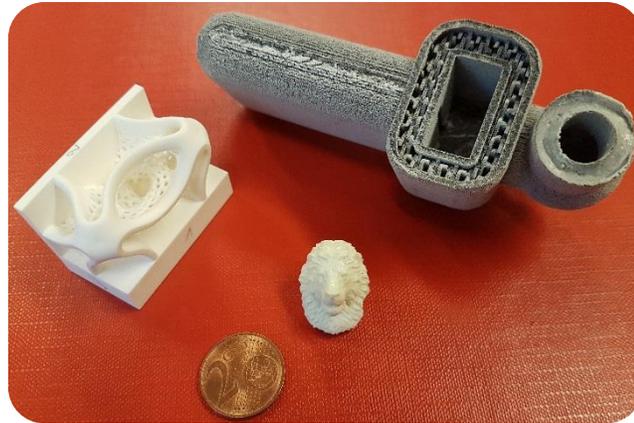
Plasma atmosphérique

Plasma sous-vide

Implantation ionique



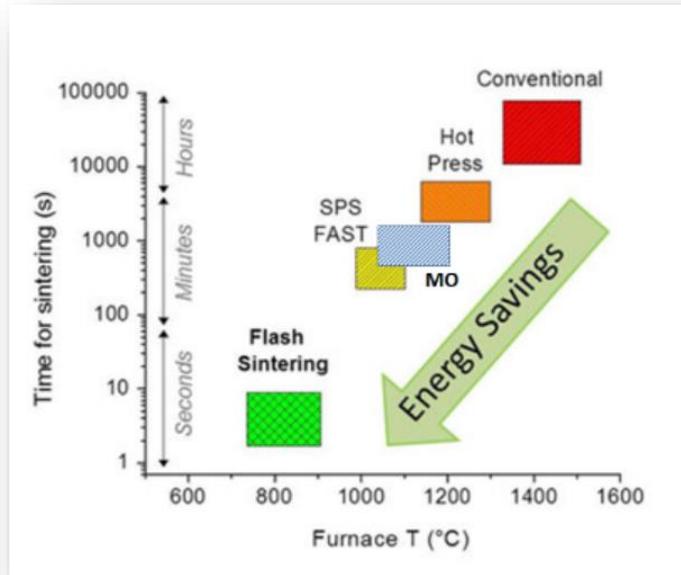
UD2 – Technologies de fabrication alternatives (ADDITIVES, SOUSTRACTIVES ET HYBRIDES)



Usinage laser en cru
Fusion sélective laser
Usinage hybride
Fabrication Hybride
Stéréolithographie



UD3 – Technologies de consolidation par frittage



Spark Plasma Sintering

Frittage micro-ondes

Frittage Flash

Frittage micro-ondes

Cold sintering

Programme de la journée

Matinée

- 9:30 – 10:00 Accueil
- 10:00 – 10:30 Introduction :
 - Entreprendre.WAPI : K. Omari
 - Interreg France-Wallonie-Vlaanderen : E. Delecosse – ETI Wallon
 - Projet Tech2Fab : V. Lardot- CRIBC - Mons
- 10:30 – 11:30 **UD2 : Techniques de Fabrication alternatives de céramiques – introduction à la fabrication additive**
D. Deschuyteneer – CRIBC - Mons
- 11:30 – 12:00 **UD2 : Fabrications additives de céramiques –Stéréolithographie**
H. Curto – UVHC-LMCPA - Maubeuge
- 12:00 – 13:00 **Déjeuner dinatoire**

Programme de la journée

Après-midi

- 13:00 – 13:40 **UD3 : Technologies de frittage - plateforme technologique CRIBC**
X. Buttol - CRIBC - Mons
- 13:40 – 14:10 **UD3 : Frittage par chauffage micro-ondes**
H. Curto – UVHC-LMCPA - Maubeuge
- 14:10 – 15:10 **UD1 : Traitements de surface par voie sèche**
T. Godfroid – Materia Nova – Mons
O. Riou – CRITT MDTS – Charleville Mézières
- 15:10-16:00 **Networking et discussion avec les experts**

Pour plus d'informations sur le
projet TECH2FAB ou sur nos UD,
visitez:
www.tech2fab.eu



CRIBC (chef de file)

info@bcrc.be
www.bcrc.be
Mons
+32 (0)65 40 34 34



Materia Nova

tech2fab@materianova.be
www.materianova.be
Mons
+32 (0) 65 55 49 02



UVHC-LMCPA

tech2fab@univ-valenciennes.fr
www.univ-valenciennes.fr
Maubeuge
+33 (0) 3 27 51 16 76



CRITT-MDTS

tech2fab@critt-mdts.com
www.critt-mdts.com
Charleville-Mézières
+33 (0) 3 24 37 89 89



Matikem

contact@matikem.com
www.matikem.com
Villeneuve d'Ascq
+ 33 3 61 76 02 45



POM Oost-Vlaanderen

info@pomov.be
www.pomov.be
Gent
+32 (0) 9 267 86 33



Wallonie



AVEC LE SOUTIEN DU FONDS EUROPÉEN DE DÉVELOPPEMENT RÉGIONAL

2 et 3 - UD2 - Technologies de fabrication alternatives des céramiques- introduction à la fabrication additive

Dorian Deschuyteneer, Enrique Juste, Fabrice Petit

Belgian Ceramic Research Centre

d.deschuyteneer@bcrc.be



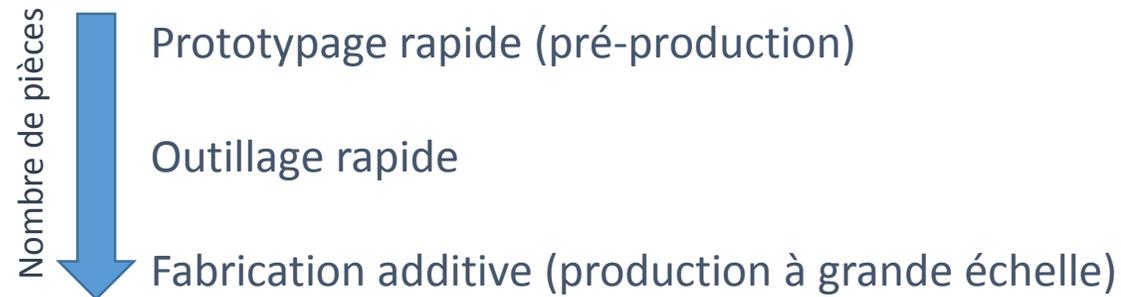
Avec le soutien du Fonds Européen de Développement Régional

Qu'est-ce que la Fabrication Additive (AM) ?

Définition :

Procédé de mise en forme d'une pièce par ajout de matière grâce à l'empilement de couches successives en opposition aux procédés par retrait de matière, tel que l'usinage (ASTM F2792-10).

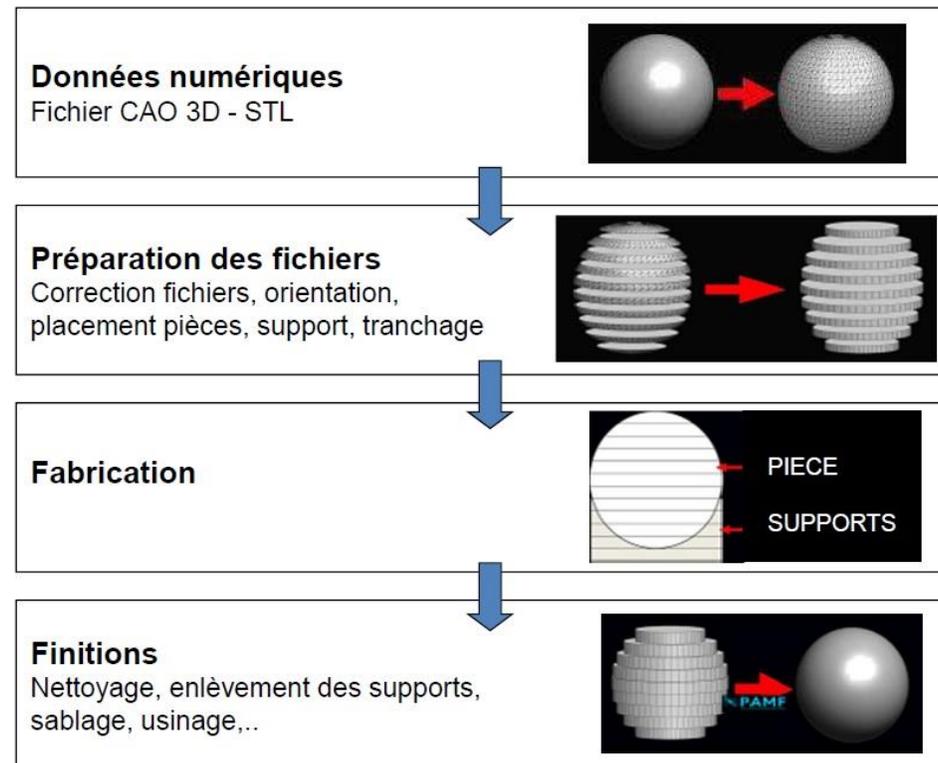
Différentes terminologies pour une même idée :



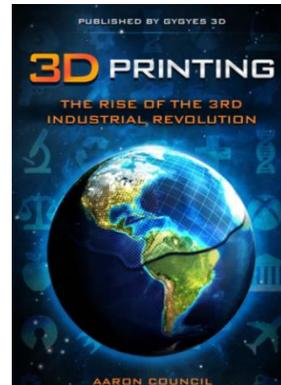
Dénominateurs communs à toutes les technologies AM :

3 entrées indispensables dans tout processus AM : la CAO, la matière première et l'énergie.

- **CAO** : représentation numérique de l'objet à fabriquer
- **Matière première** : sous forme de liquide, poudre, feuilard ou film
- **Energie** pour la mise en forme : laser, lumière UV ou IR, source de chaleur ...
stimulant différents phénomènes physiques & chimiques.



Intérêt considérable du monde industriel pour la fabrication additive !



- Réduction des coûts
- Temps réduit de mise sur le marché
- Personnalisation des articles
- Absence de limitations géométriques
- Utilisation rationnelle des matières premières
- Absence d'usure d'outil
- Fabrication directe aux cotes.

Les procédés additifs pour les métaux et les polymères sont globalement mûrs.

Qu'en est-il des céramiques ?

Mise en forme par procédé additif

2 grandes familles (ASTM 17296)



Définition :

L'objet est mis en forme et ses propriétés finales sont obtenues en une seule étape (aucun post traitement thermique).

Plus pertinent "a priori" mais plus complexe à maîtriser

Définition :

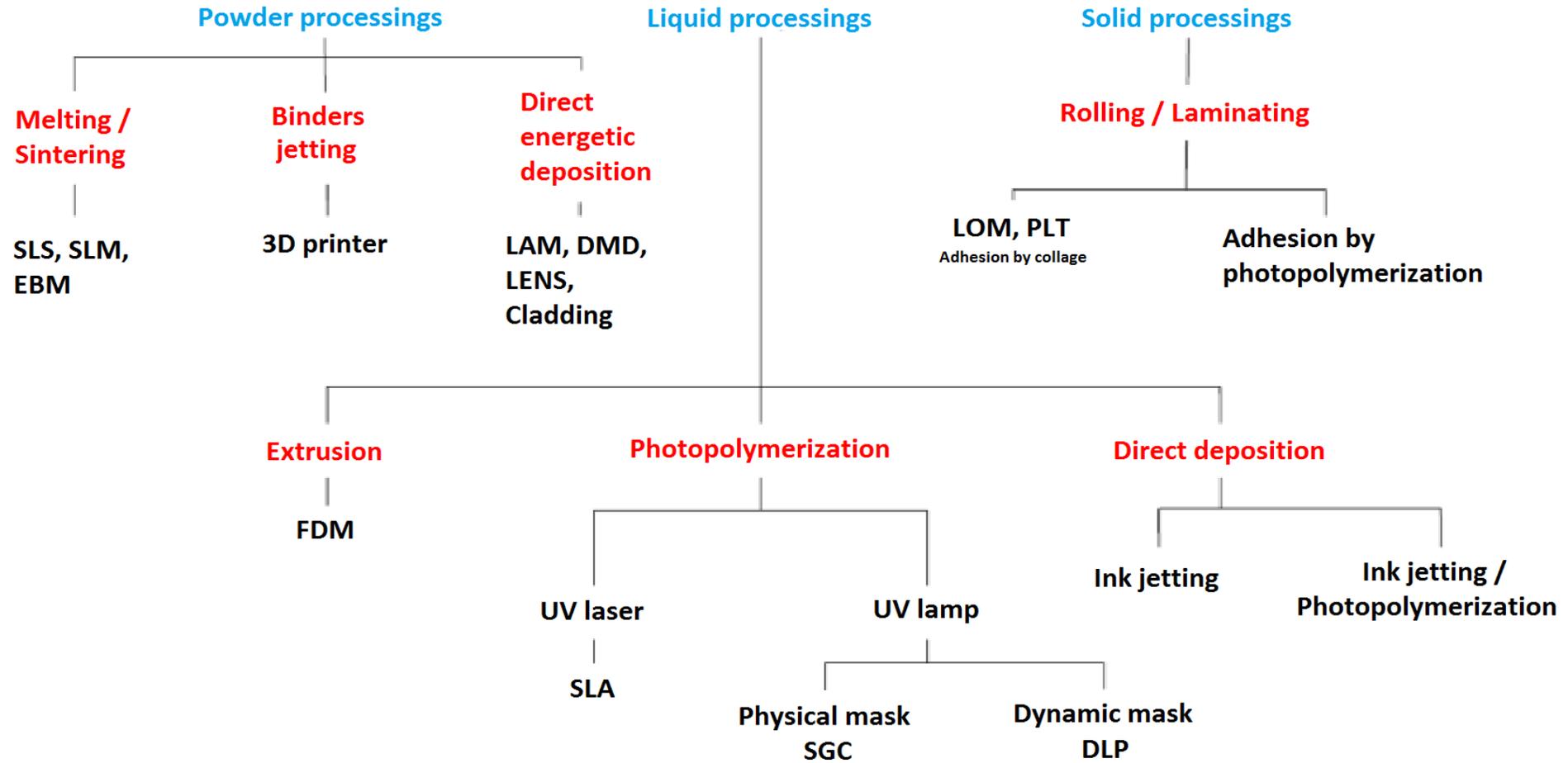
L'objet est mis en forme par technique additive et ses propriétés finales obtenues par frittage (post traitement thermique).

Moins efficient "a priori" mais plus aisément maîtrisable

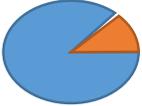
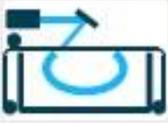
Foisonnement d'idées et de technologies MAIS :

Aucune approche n'est actuellement pleinement satisfaisante.

Mise en forme par procédé additif

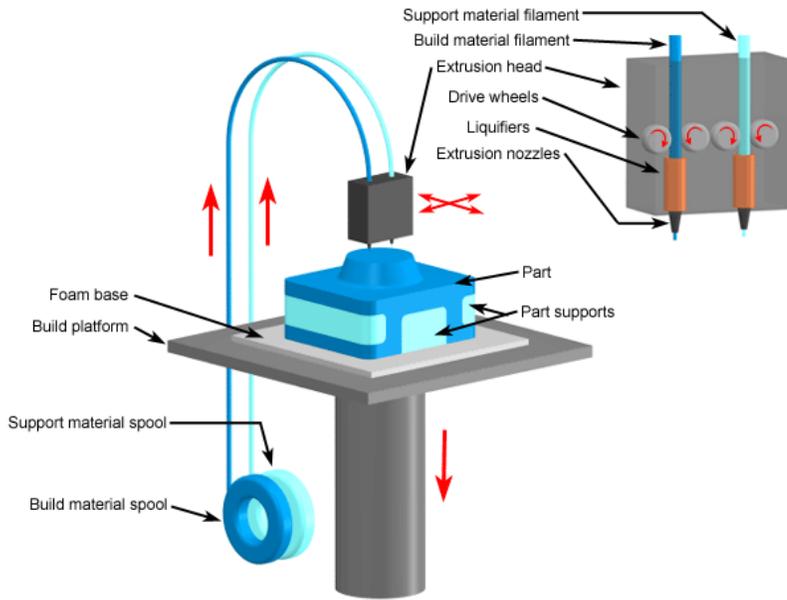


Quelles sont les technologies additives existantes pour les céramiques ?

Technologies		Matériaux	Direct ?	Pertinence pour les céramiques
	Fusion de lit de poudre : fusion sélective de lits de poudres empilés par apport contrôlé de chaleur (laser, faisceau d'électron)	Polymères, métaux, Céramiques.	Oui	
	Dépôt dirigé d'énergie : fusion de la matière en même temps que son apport	Polymères, métaux.	Oui	
	Procédé de laminage : empilement de tranches solides d'un matériau pour reconstituer un objet	Métaux, céramiques.	Non	
	Projection de liant : utilisation d'une colle pour assurer la consolidation sélective d'un lit de poudre	Polymères, métaux, céramiques.	Non	
	Projection de matière : construction progressive par dépôts de gouttes	Métaux, céramiques.	Non	
	Extrusion de matière : apport sélectif de matière au travers d'un orifice ou d'une buse	Polymères, Métaux, céramiques.	Non	
	Photopolymérisation : photoréticulation sélective d'une résine photosensible par rayonnement UV	Polymères, Métaux, céramiques.	Non	



Méthode par impression thermoplastique (FDM : Fused Deposition Modeling)



Principe:

Un filament thermoplastique (ou une cire) chargé en céramique alimente une tête d'extrusion à chaud. L'objet est constitué progressivement par l'empilement de cordons d'extrusion.

L'objet fabriqué doit subir un traitement thermique (déliantage/frittage) pour atteindre ses propriétés finales.

Avantages

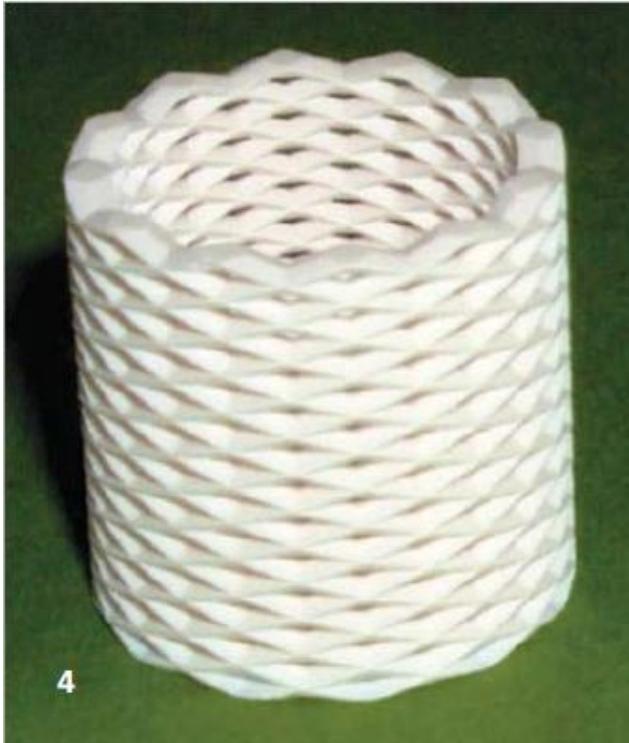
- Compatible toute matière céramique
- Compatible gros objets (> 10 cm)
- Relativement rapide et peu onéreux
- Compatible multi-matières

Limitations

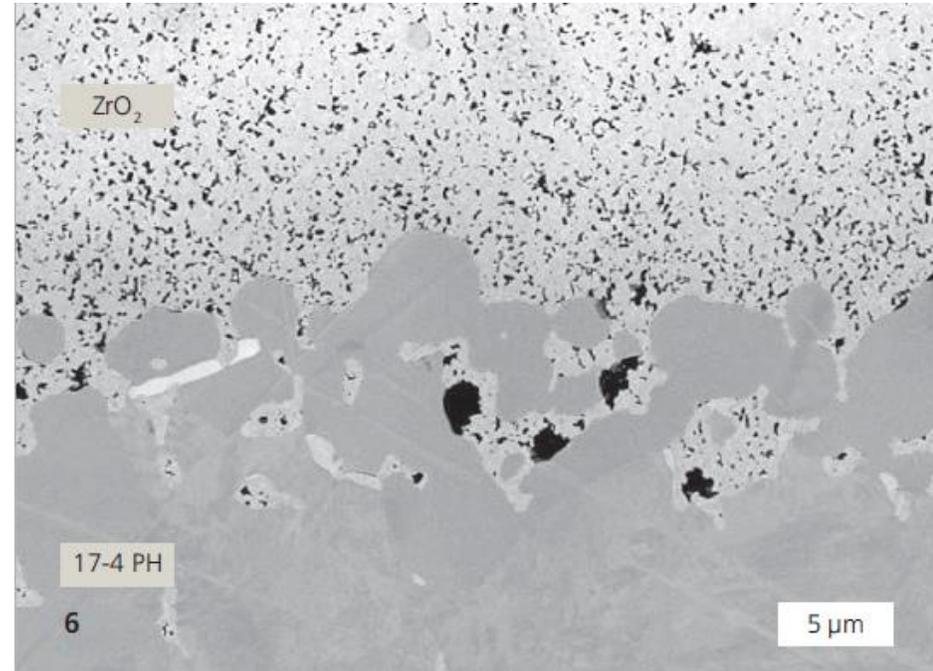
- Pièces poreuses après frittage
- Déformations des pièces
- Supports de fabrication requis (= cicatrices sur les objets)
- Performances mécaniques < attentes



Méthode par impression thermoplastique (FDM : Fused Deposition Modeling)



Pièce frittée en zircone*

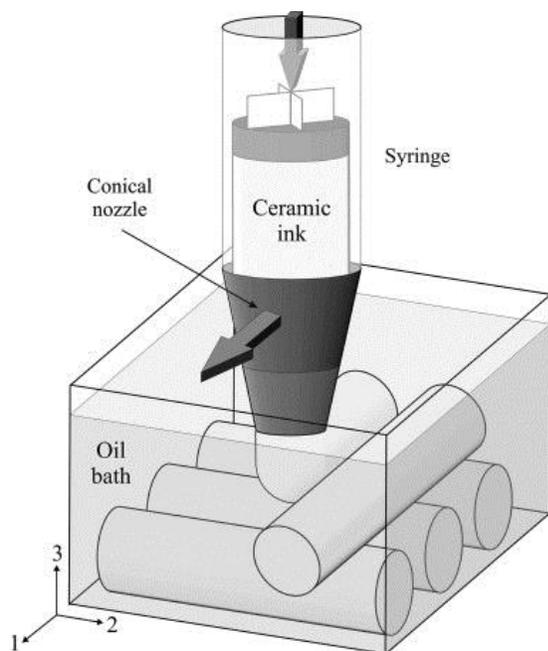


Exemple de matériau à gradient produit
par FDM (bottom : acier inox, top :
zircone)*

* Source : Fraunhofer IKTS



Méthode par extrusion directe (Robocasting)



Principe:

Une pâte céramique est extrudée au travers un orifice calibré (via un piston, une seringue, une valve de dosage...) pour produire un cordon. L'objet est constitué progressivement par l'empilement de ces cordons de manière analogue au FDM.

L'objet fabriqué doit subir un traitement thermique (déliantage/frittage) pour atteindre ses propriétés finales.

Avantages

- Compatible toute matière céramique
- Relativement rapide et peu onéreux
- Compatible multi-matières
- Pièces relativement denses après frittage
- Bonnes performances mécaniques

Limitations

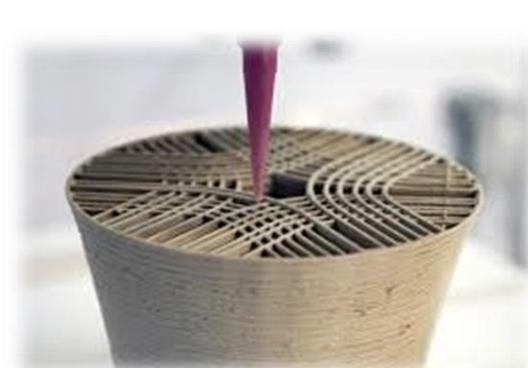
- Etats de surface grossiers
- Possible déformation des pièces
- Supports de fabrication requis (= cicatrices sur les objets)
- Essentiellement utilisée pour la fabrication de scaffolds et de filtres



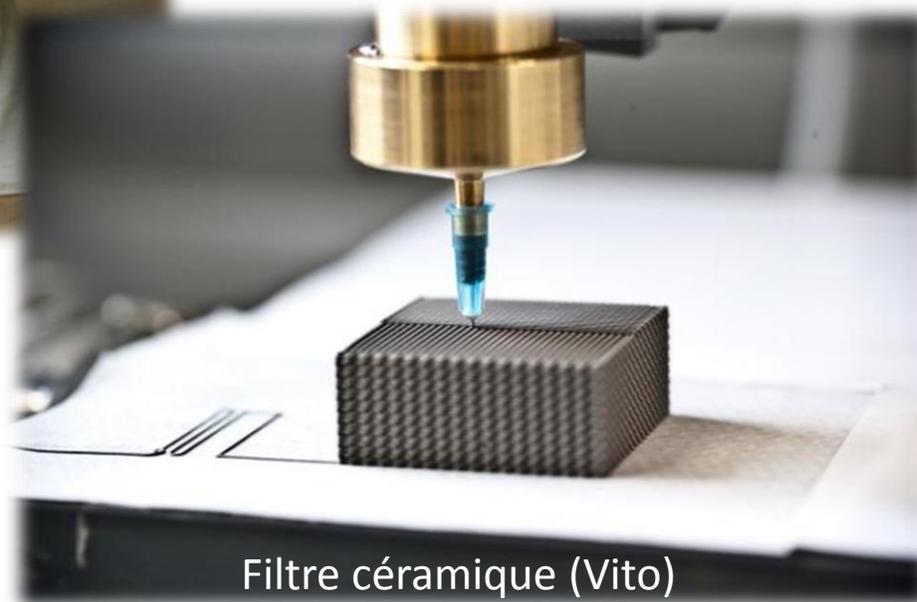
Méthode par extrusion directe (Robocasting)



Pièce crue en porcelaine (WASP)



Structure en argile (Unfold)

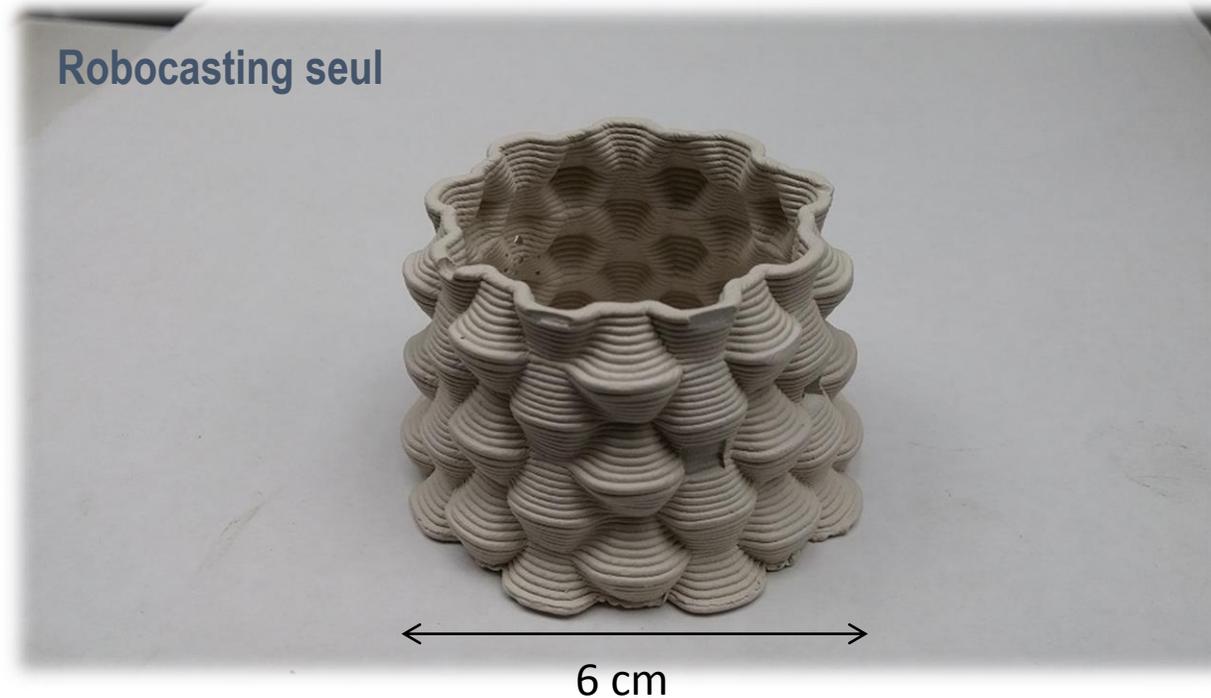


Filtre céramique (Vito)



Méthode par extrusion directe (Robocasting)

Robocasting + post-usinage



Diamètre des cordons extrudés : approx. 1 mm

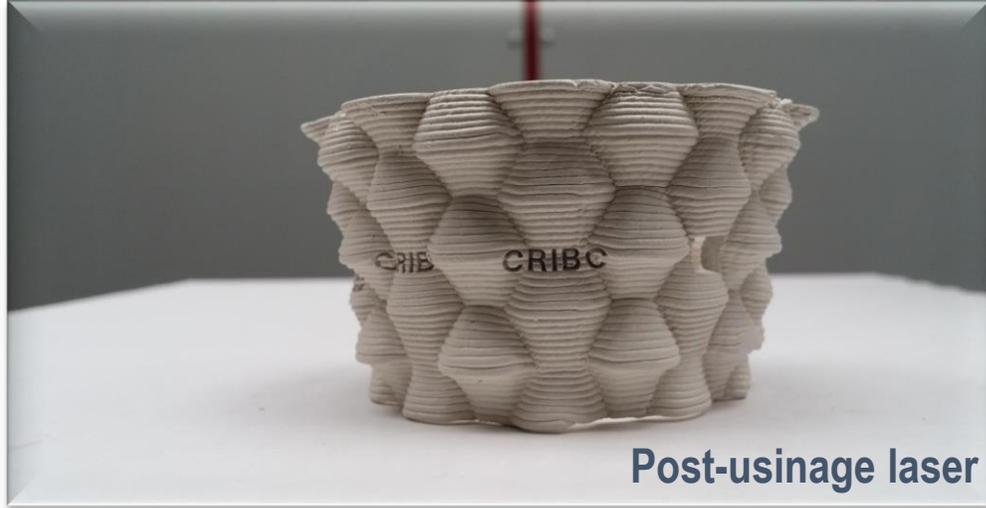
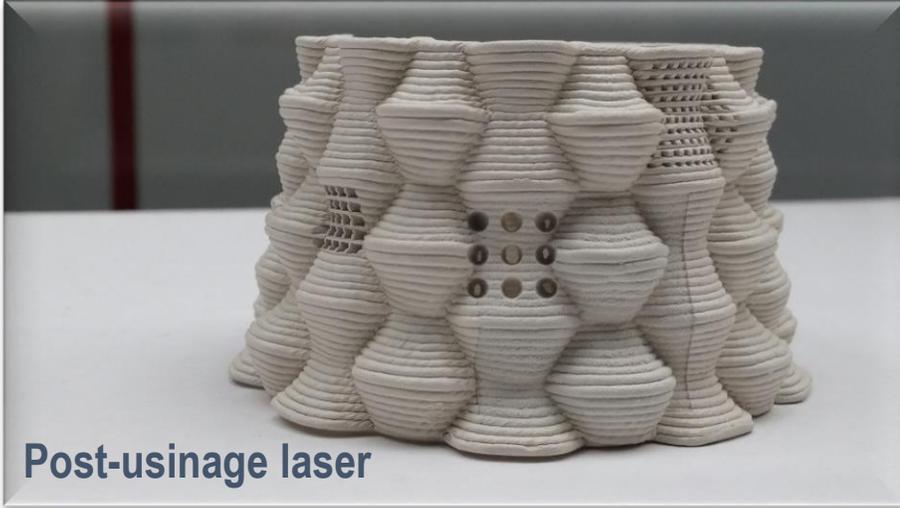
=

Mise en forme rapide et productive mais résolution très limitée



Méthode par extrusion directe (Robocasting)

Robocasting + post-usinage





Méthode par projection de matière au goutte par goutte



Principe:

Des granules chargées en céramique alimente une buse d'éjection contrôlée par un piézoélectrique. L'objet est constitué progressivement par l'extrusion de goutelettes.

L'objet fabriqué doit subir un traitement thermique (déliantage/frittage) pour atteindre ses propriétés finales.

Avantages

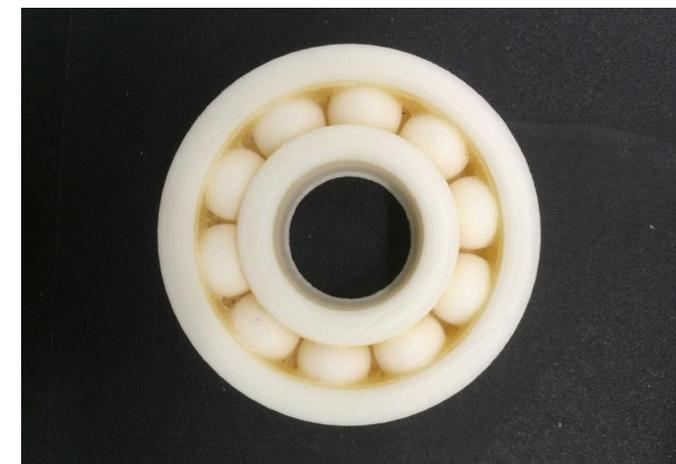
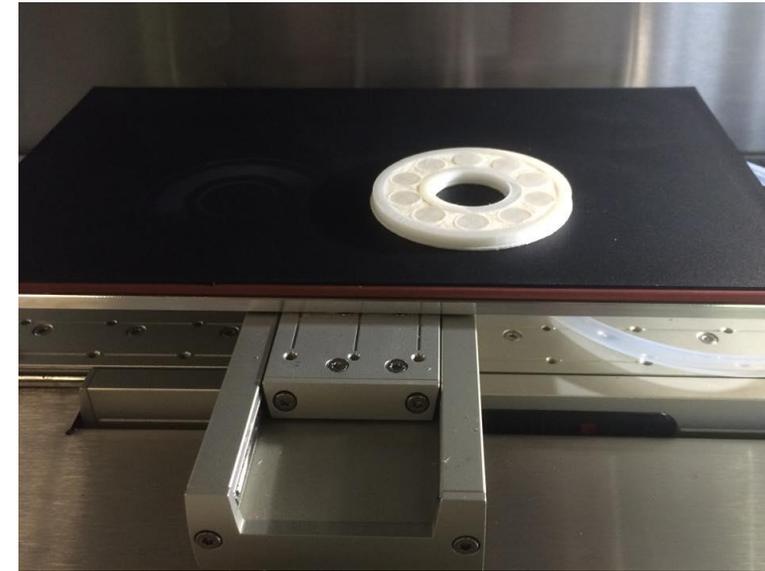
- Large choix de propriétés matières (souple, transparent, couleur,...)
- Solutions multimatériaux
- Bon niveau de précision
- Excellent état de surface

Limitations

- Performances mécaniques et thermiques limitées
- Post traitement
- Coût des résines
- Supports de fabrication requis (= cicatrices sur les objets)

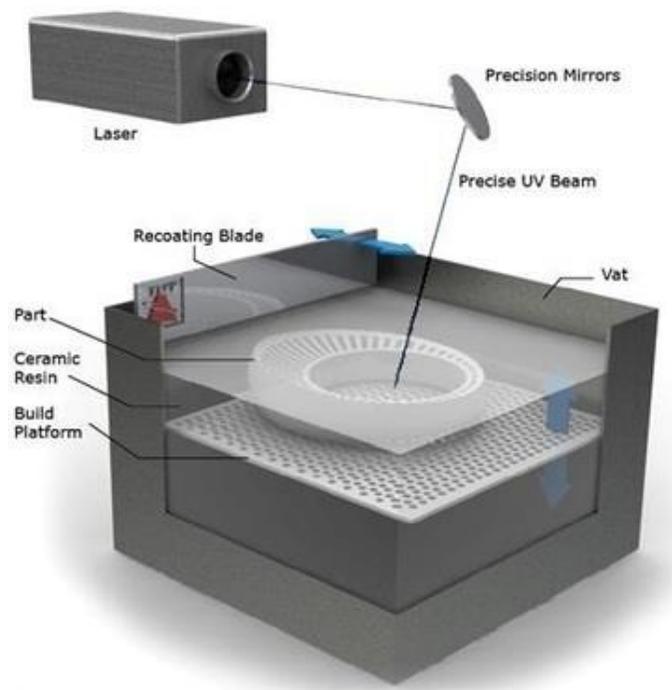


Méthode par projection de matière au goutte par goutte





Méthode stéréolithographique (SLA : StereoLithography Apparatus)



Principe:

Chaque couche de l'objet est obtenue par irradiation contrôlée (laser UV ou DLP) d'une résine photopolymérisable chargée de poudre céramique.

L'objet fabriqué doit subir un traitement thermique (déliantage/frittage) pour atteindre ses propriétés finales.

Avantages

- Fini de surface excellent
- Géométries extrêmement complexes
- Convient idéalement pour des architectures "ouvertes"

Limitations

- Difficilement compatible avec nitrures et carbures.
- Déliantage problématique & microfissuration
- Pièces massives (épaisseur > 1cm) difficilement réalisables
- Performances mécaniques parfois < attentes



Méthode stéréolithographique (SLA : StereoLithography Apparatus)



Admaflex 130

Marque : Admatec

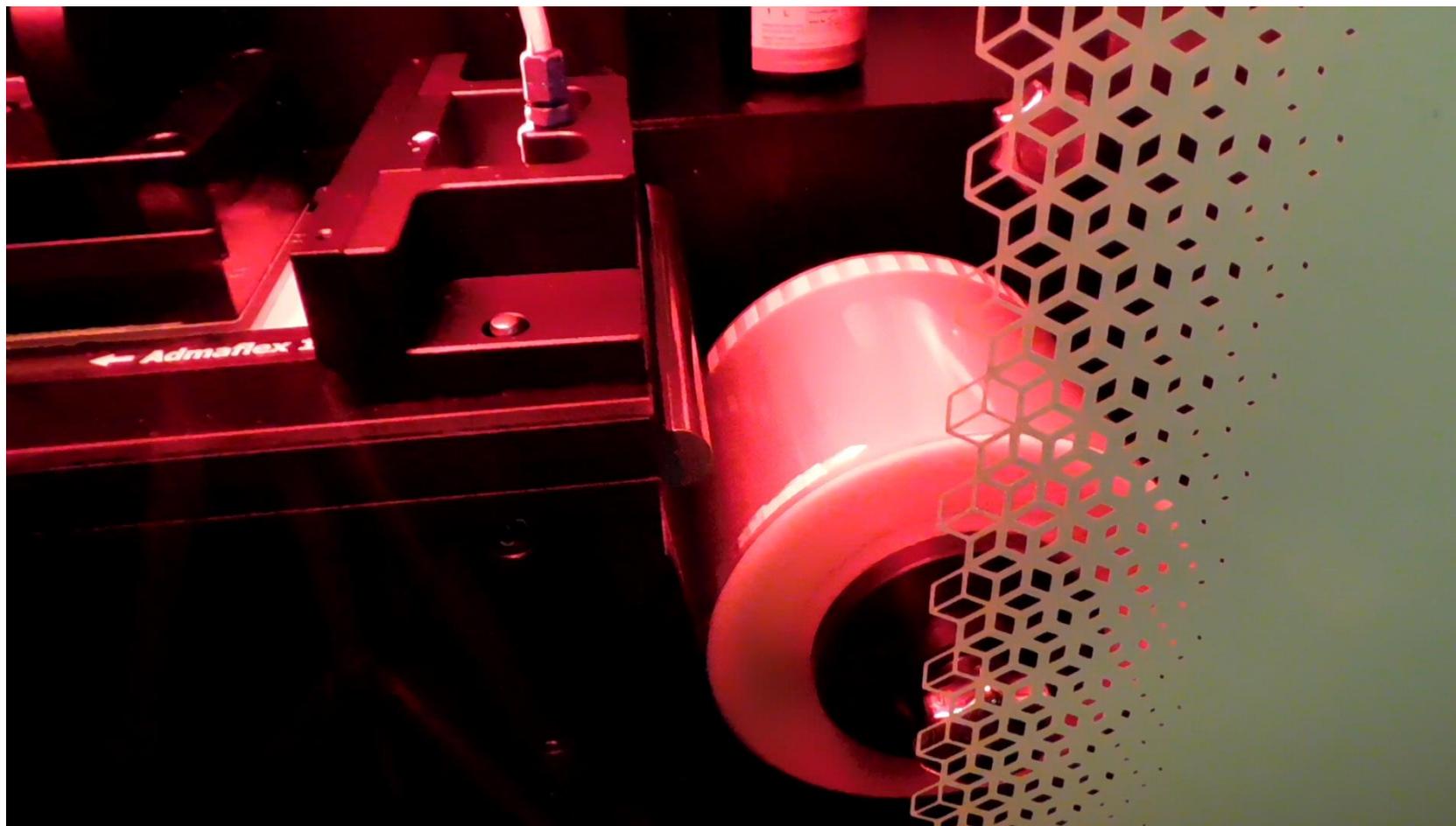
Principe : Stéréolithographie céramique

Volume de fabrication : 128x80x200 mm³

Matériaux : Alumine, zircone, ATZ, Silice fondue, Hydroxyapatite

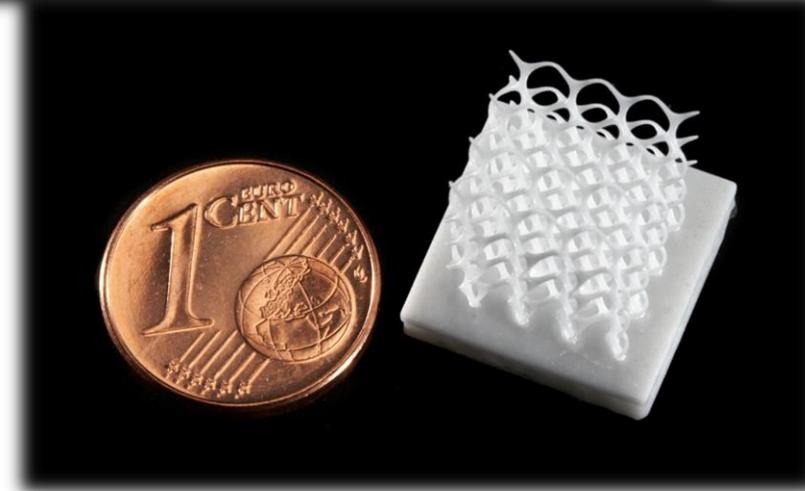


Méthode stéréolithographique (SLA : StereoLithography Apparatus)



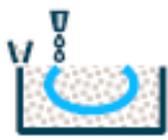


Méthode stéréolithographique (SLA : StereoLithography Apparatus)

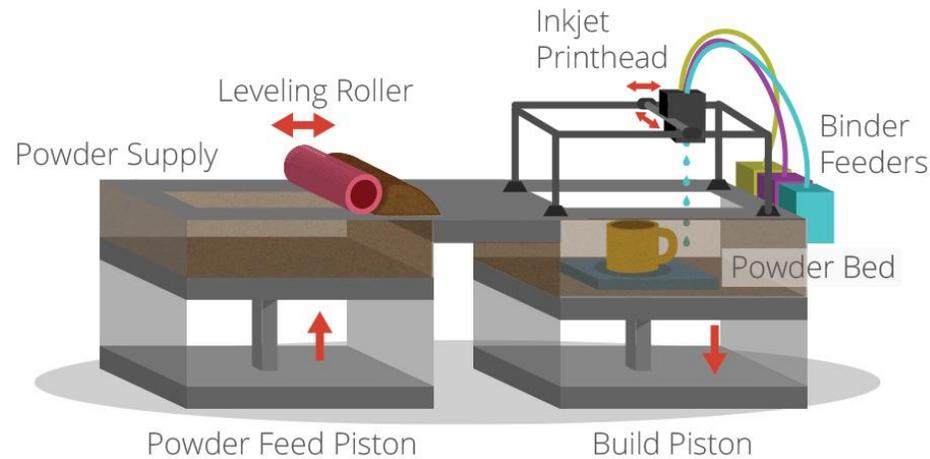


Pièces en alumine (Admatec)

Pièces en alumine (Lithoz)



Méthode par Impression 3D – Binder Jet (3DP : 3D printing)



Principe:

Chaque couche de l'objet est obtenue par consolidation sélective d'un lit de poudre grâce à une colle dispensée par un système jet d'encre.

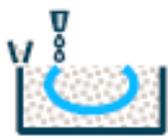
L'objet fabriqué doit subir un traitement thermique (déliantage/frittage) pour atteindre ses propriétés finales.

Avantages

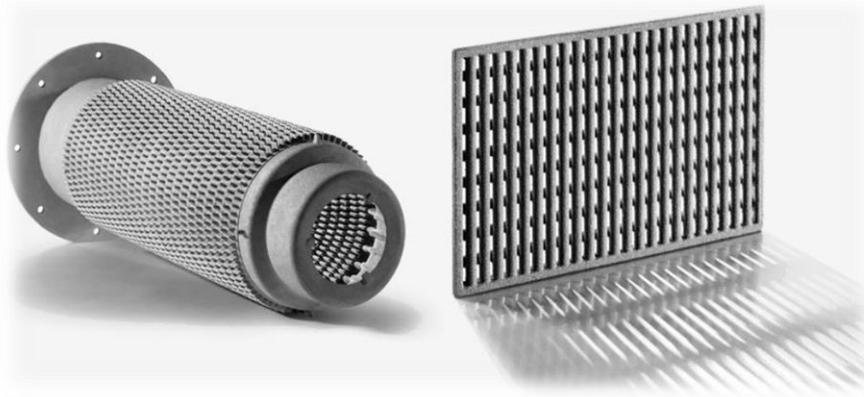
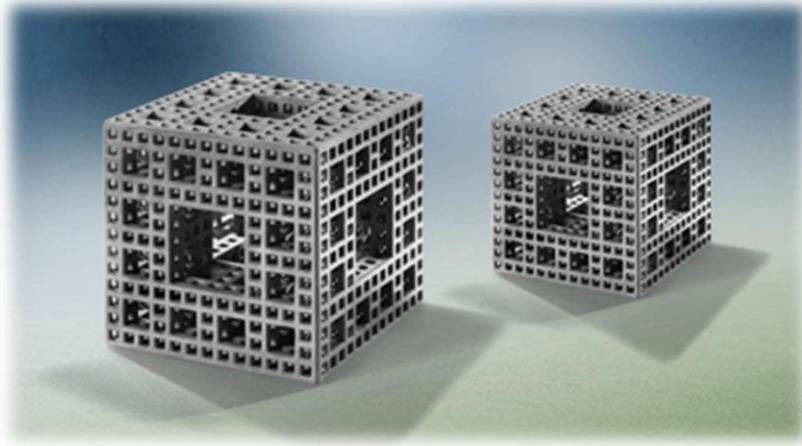
- Très rapide et peu onéreux
- Grandes pièces réalisables (> 1 m)
- Aucun support de fabrication n'est requis
- Compatible toute matière

Limitations

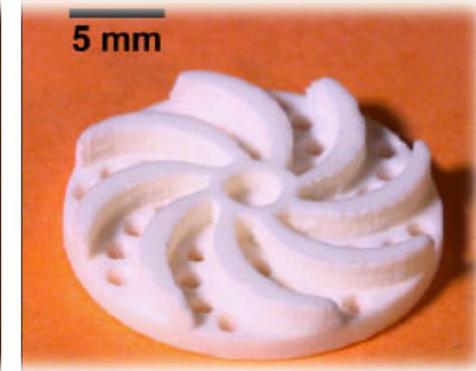
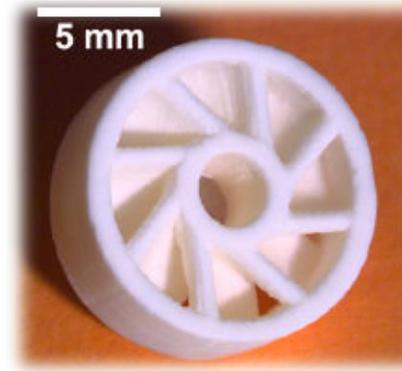
- Etats de surface très grossiers
- Pièces poreuses après traitement thermique
- Performances mécaniques << attentes.



Méthode par Impression 3D – Binder Jet (3DP : 3D printing)



Pièces en RBSic (Schunck)



Pièces en Alumine (Source : MIT)



Méthode par Impression 3D – Binder Jet (3DP : 3D printing)

Binder Jet Hybride

Objectif : surmonter les limitations du binder jetting usuel (densité & états de surface)

Comment ? :

- Utilisation d'un système innovant de mise en couche (accroissement de la densité à cru et frittée des pièces)
- Utilisation d'un laser pour la reprise périphérique des couches imprimées et améliorer les états de surfaces finaux





Méthode par Impression 3D – Binder Jet (3DP : 3D printing)

Binder Jet Hybride

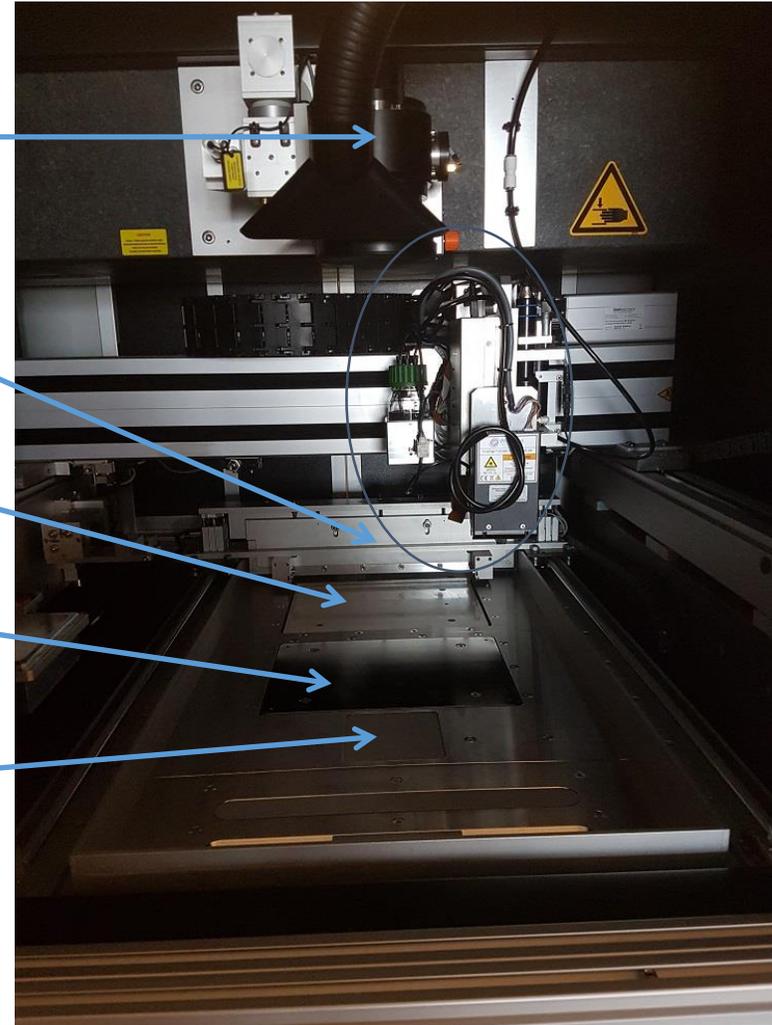
Tête laser
(frittage sélectif, usinage)

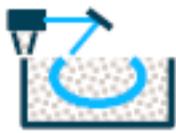
Racle mécanique

Bac d'alimentation en poudre
(20 cm x 29 cm)

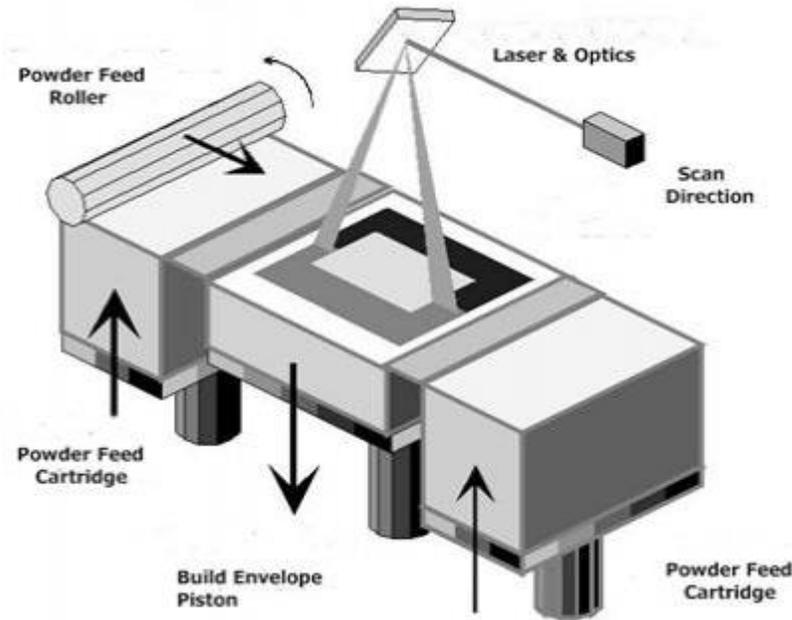
Grand bac de fabrication
(20 cm x 29 cm)

Petit bac de fabrication
(10 cm x 10 cm)





Méthode par frittage/fusion laser (SLS/SLM: Selective Laser Sintering/Melting)



Principe:

Chaque couche de l'objet est obtenue par consolidation sélective d'un lit de poudre grâce à un laser de puissance qui assure sa fusion.

L'objet fabriqué ne doit théoriquement subir aucun traitement thermique complémentaire pour atteindre ses propriétés finales.

Avantages

- Approche directe
- Plus propre que les approches suspensions & pâtes
- Procédé plus robuste que les approches indirectes (peu de dérives de process)

Limitations

- Technologie onéreuse
- Etats de surface rugueux
- Pièces poreuses et microfissurées après fabrication (choc thermique)
- Supports de fabrication requis
- Performances mécaniques <<< attentes.

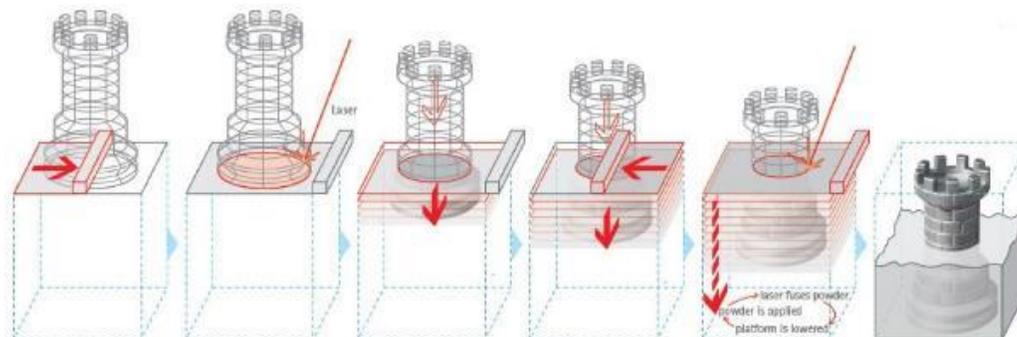


Méthode par frittage/fusion laser (SLS/SLM: Selective Laser Sintering/Melting)



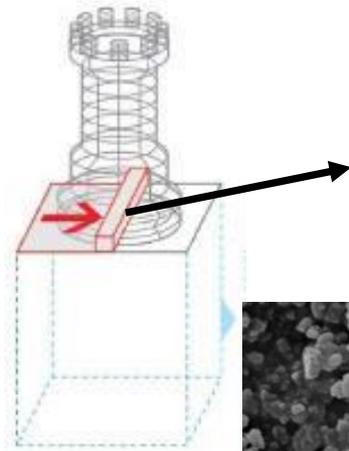
Renishaw AM 125

- Puissance max laser = 200 W (cw)
- Longueur d'onde Laser = 1070 nm
- Taille du spot = 35 à 200 μm
- Volume de fabrication = 125 x 125 x 125 mm
- Epaisseur min couche = 10 μm
- Vitesse de construction = 2 à 10 cm^3/h

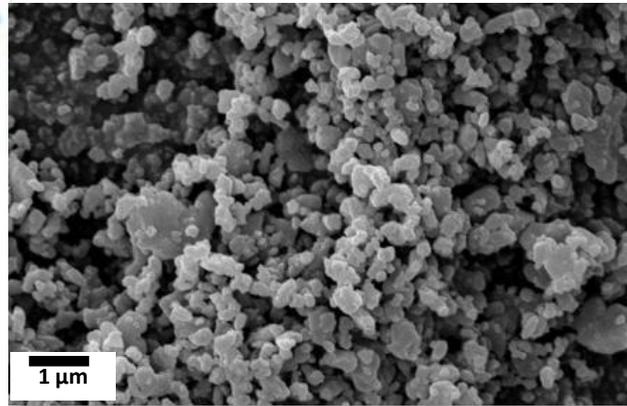




Méthode par frittage/fusion laser (SLS/SLM: Selective Laser Sintering/Melting)

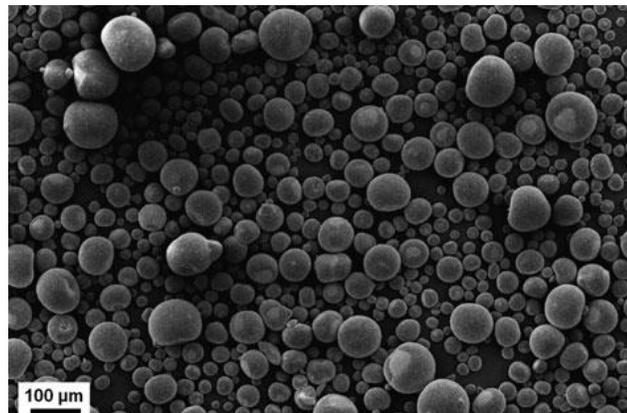


Matière première : Poudre adaptée
Nécessité d'avoir un lit de poudre homogène



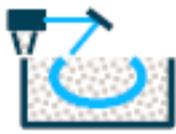
d_{10} : 1,04 μm
 d_{50} : 1,96 μm
 d_{90} : 3,63 μm

Coulabilité de la poudre :
Mauvaise



d_{10} : 28 μm
 d_{50} : 55 μm
 d_{90} : 98 μm

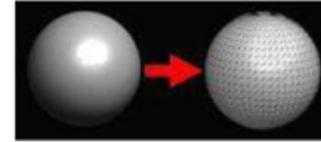
Coulabilité de la poudre :
OK



Méthode par frittage/fusion laser (SLS/SLM: Selective Laser Sintering/Melting)

CAO : représentation numérique de l'objet à fabriquer

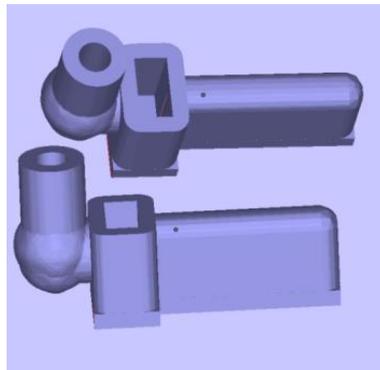
Données numériques
Fichier CAO 3D - STL



Utilisation d'un logiciel de modélisation 3D
(SolidWorks, Power shape, AutoCAD, Rhino, Catia, ...)



etc...



Rhinoceros[®]
NURBS modeling for Windows



Fichier STL

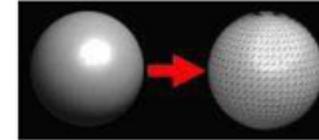




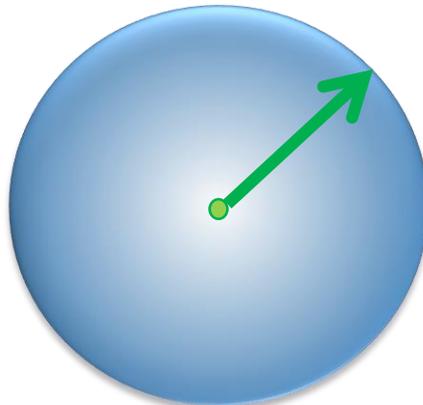
Méthode par frittage/fusion laser (SLS/SLM: Selective Laser Sintering/Melting)

CAO : représentation numérique de l'objet à fabriquer

Données numériques
Fichier CAO 3D - STL

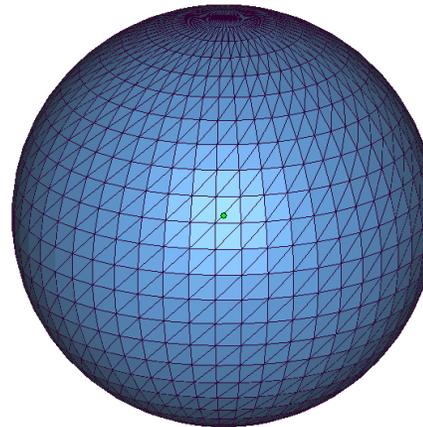


Digital CAD

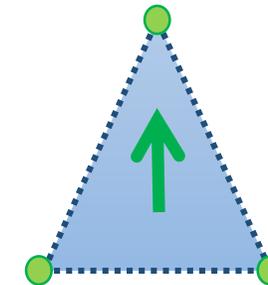


2 entités
- Centre
- Rayon

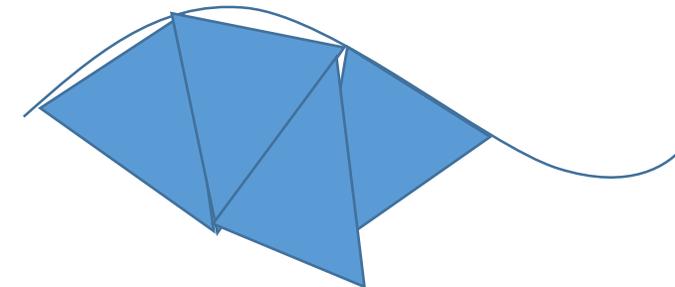
STL (Standard Tessellation Language) : Format de fichier pour l'impression 3D



Multitude de triangles

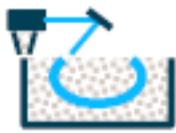


= 3 Sommets
1 Normale



= Approximation → Perte de détails
Peut engendrer des erreurs

Dans un fichier STL, un solide est composé de faces triangulaires, qui sont elles-mêmes composées d'une normale et de 3 sommets décrits par leurs coordonnées.

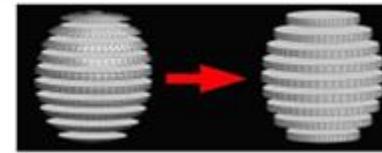


Méthode par frittage/fusion laser (SLS/SLM: Selective Laser Sintering/Melting)

CAO : Préparation des fichiers

Préparation des fichiers

Correction fichiers, orientation,
placement pièces, support, tranchage



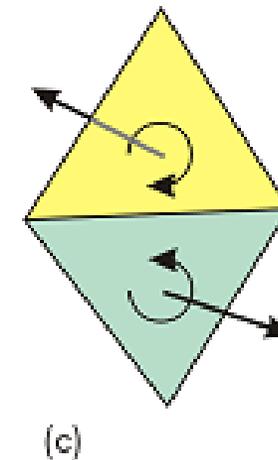
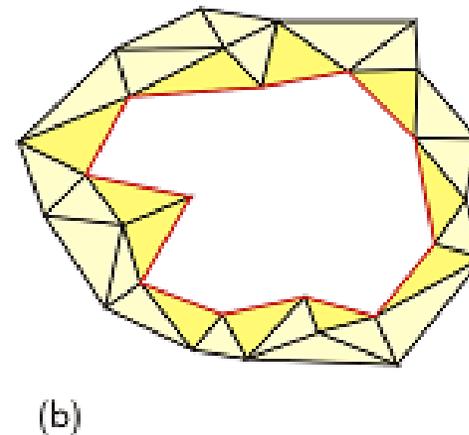
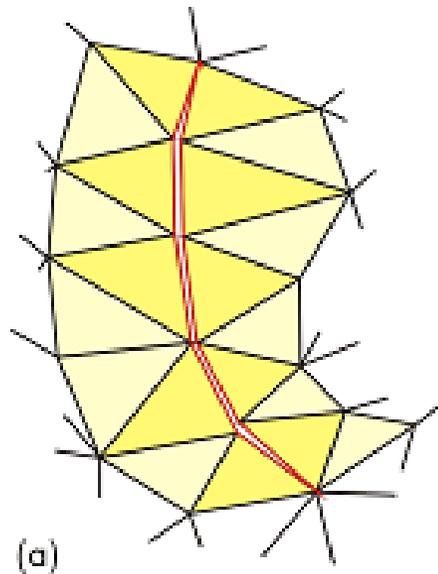
Correction Erreurs - Utilisation des logiciels

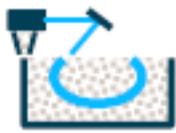


Materialise Magics



etc...



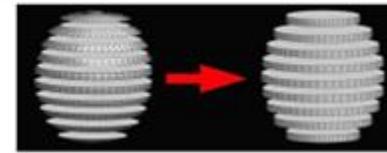


Méthode par frittage/fusion laser (SLS/SLM: Selective Laser Sintering/Melting)

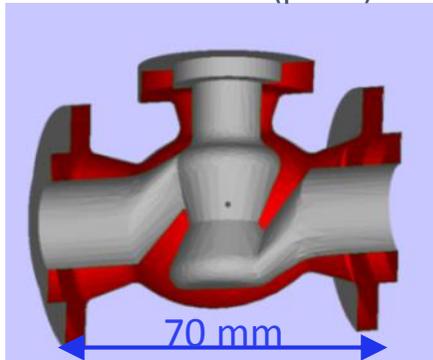
CAO : Préparation des fichiers

Préparation des fichiers

Correction fichiers, orientation,
placement pièces, support, tranchage

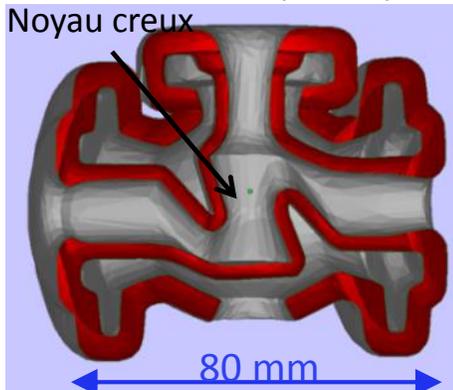


Modèle CAD (pièce)



Modèle CAD (moule)

Noyau creux



Orientation



- Repérer et éliminer les “points faibles” lors de la construction
- Optimisation du temps de construction
- Optimisation du volume de construction

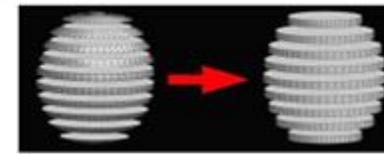


Méthode par frittage/fusion laser (SLS/SLM: Selective Laser Sintering/Melting)

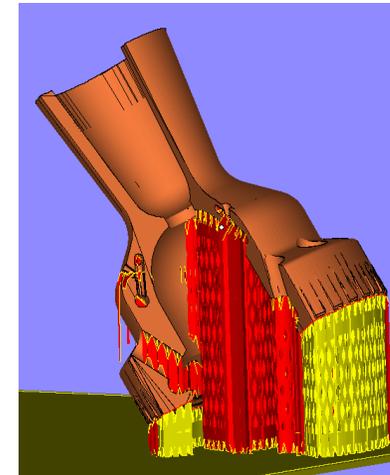
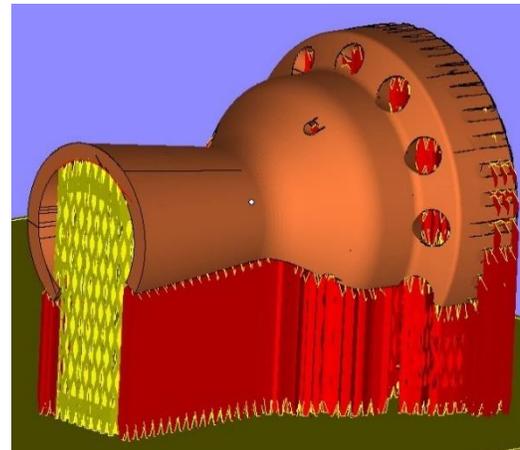
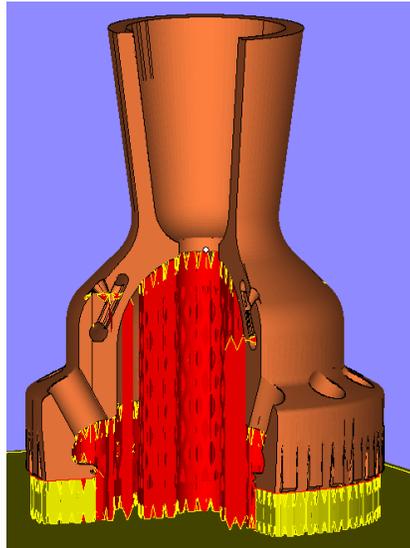
CAO : Préparation des fichiers

Préparation des fichiers

Correction fichiers, orientation,
placement pièces, support, tranchage



Supports de fabrication



Attention aux “cicatrices” → minimiser et optimiser les supports

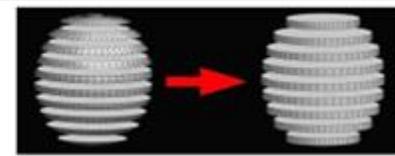


Méthode par frittage/fusion laser (SLS/SLM: Selective Laser Sintering/Melting)

CAO : Préparation des fichiers

Préparation des fichiers

Correction fichiers, orientation,
placement pièces, support, tranchage

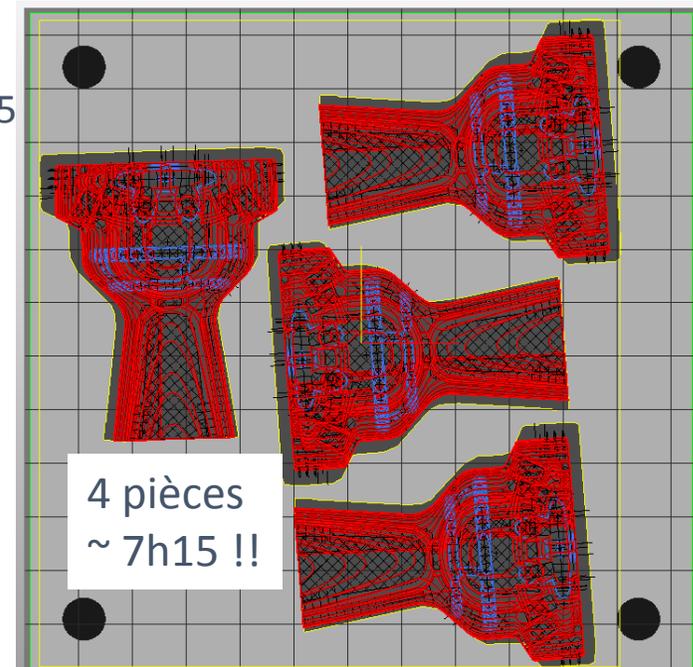


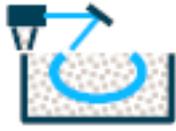
Placement des pièces – Optimisation du temps de fabrication



1 pièce ~ 2h40
2 pièces ~ 4h15

1 pièce ~ 2h30
2 pièces ~ 3h30
...
4 pièces ~ 5h30



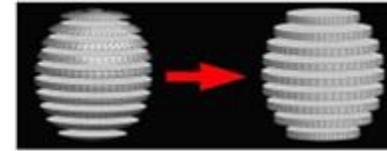


Méthode par frittage/fusion laser (SLS/SLM: Selective Laser Sintering/Melting)

CAO : Préparation des fichiers

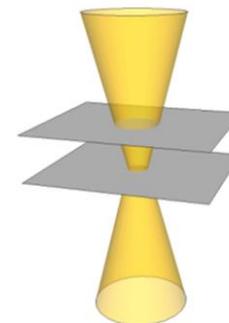
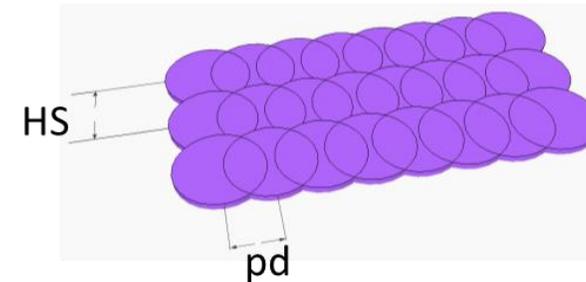
Préparation des fichiers

Correction fichiers, orientation,
placement pièces, support, tranchage



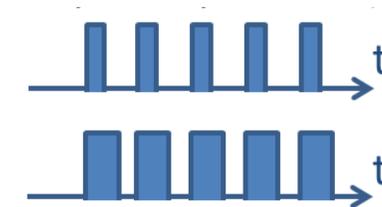
Découpage couche par couche - Choix des paramètres lasers

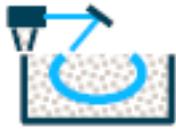
- Puissance
- Diamètre du faisceau laser
- Vitesse
- Epaisseur de chaque couche
- Distance focale
- Distance entre lignes (**Hatch Space**)
- Distance entre point laser (**point distance**)
- Temps d'exposition



Surface Traitée

Plan Focal



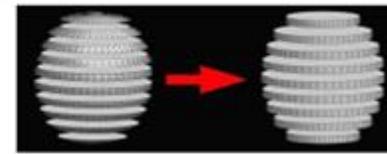


Méthode par frittage/fusion laser (SLS/SLM: Selective Laser Sintering/Melting)

CAO : Préparation des fichiers

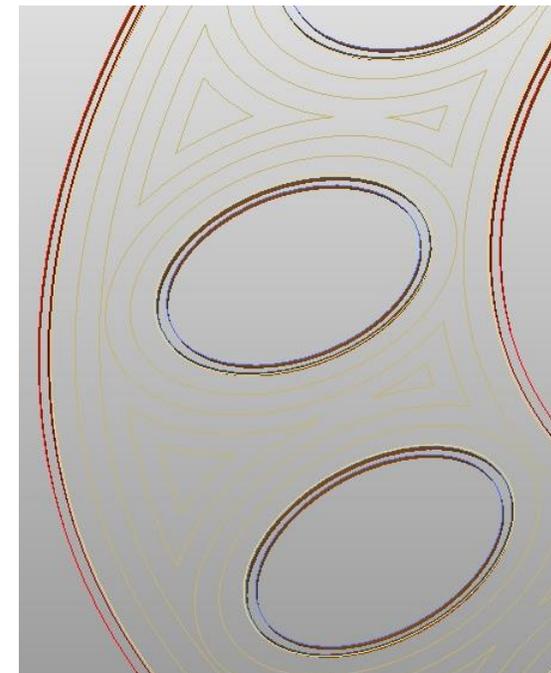
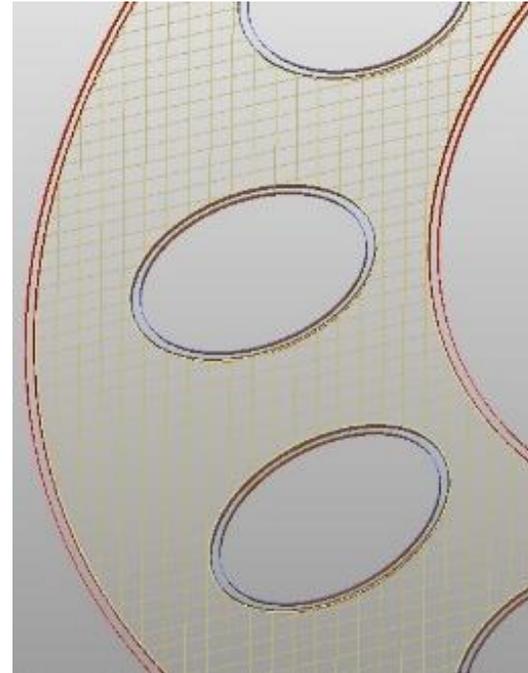
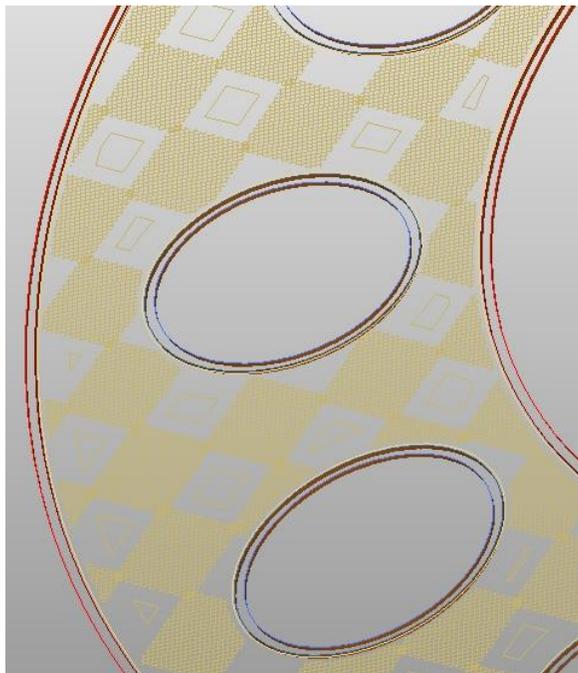
Préparation des fichiers

Correction fichiers, orientation,
placement pièces, support, tranchage

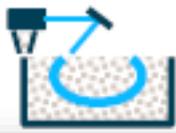


Découpage couche par couche - Choix des paramètres lasers

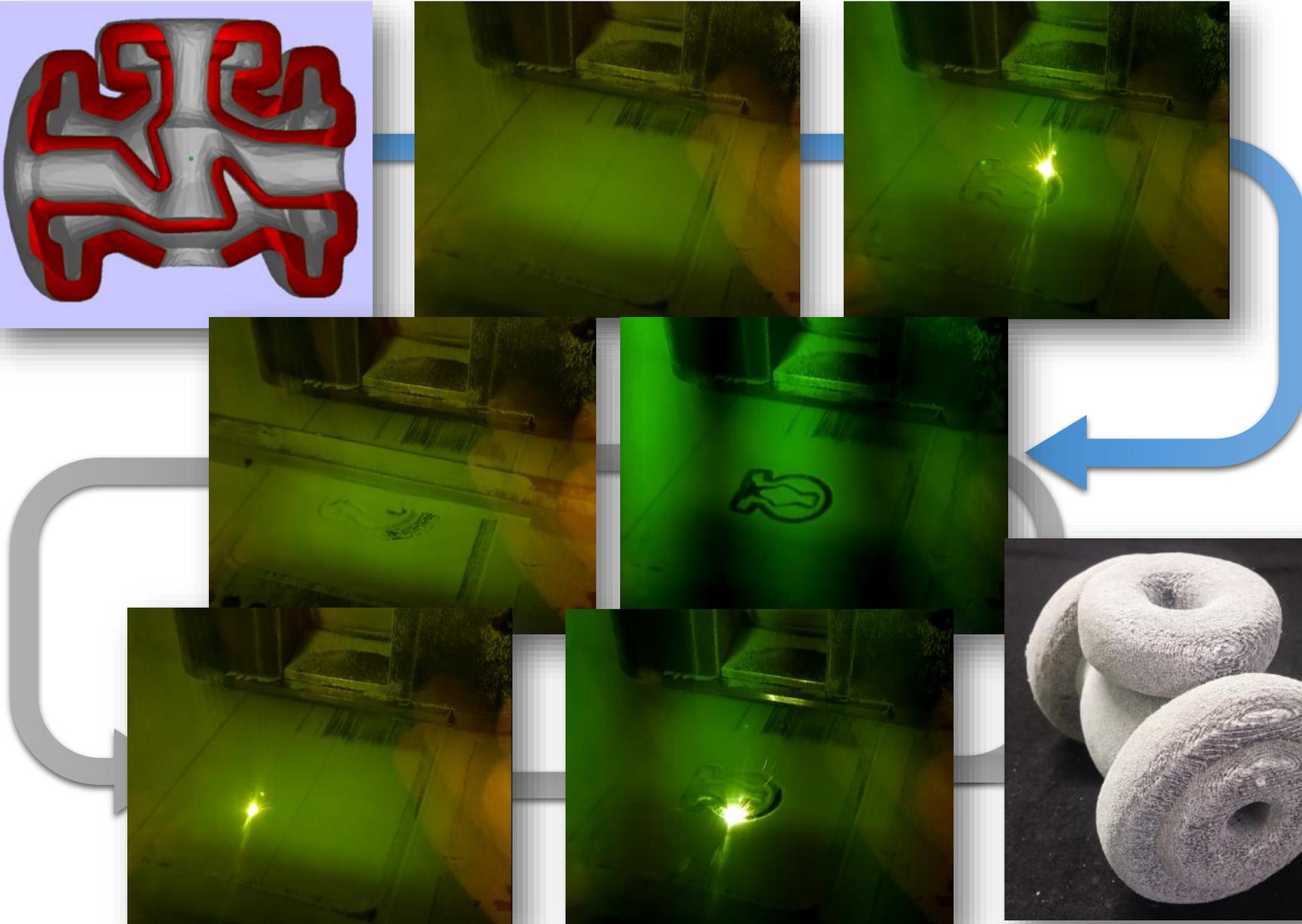
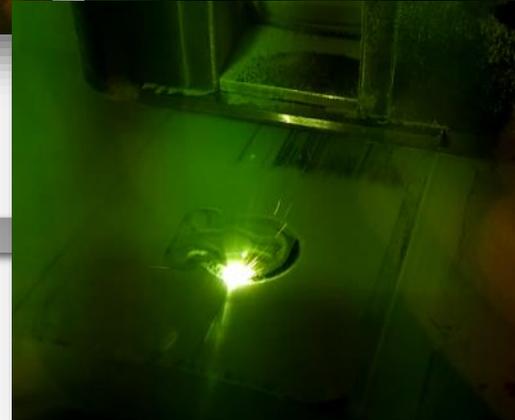
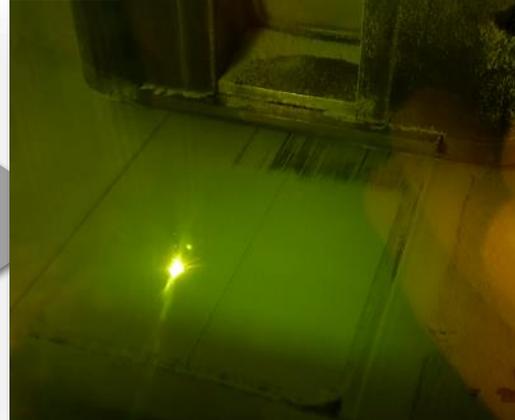
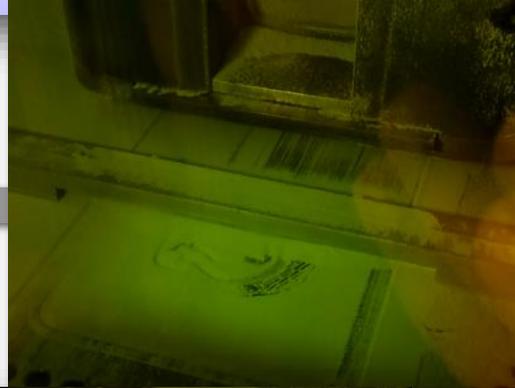
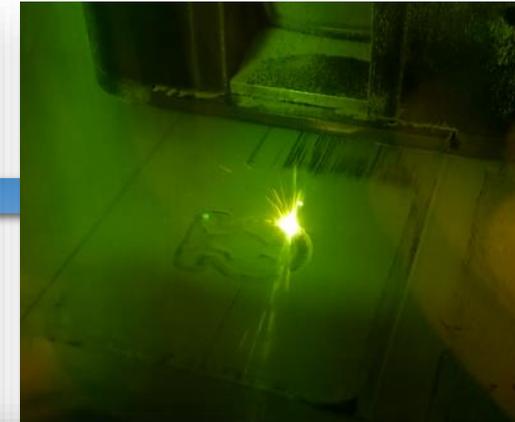
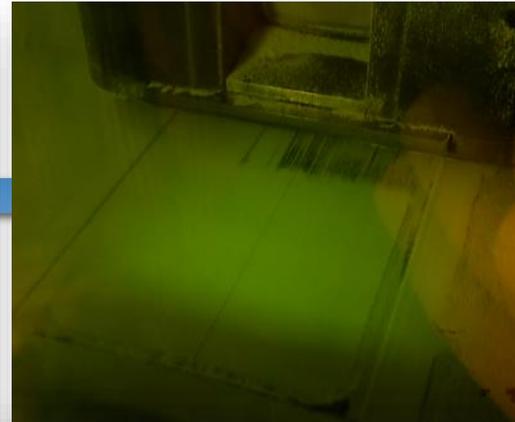
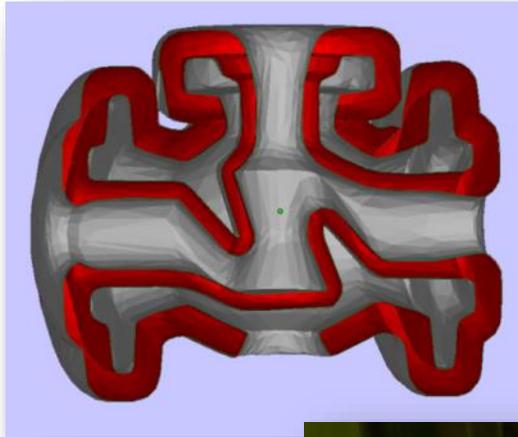
- Stratégie du laser



etc...



Méthode par frittage/fusion laser (SLS/SLM: Selective Laser Sintering/Melting)

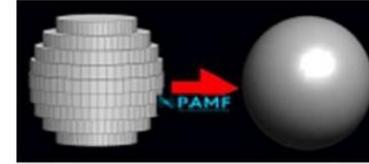




Méthode par frittage/fusion laser (SLS/SLM: Selective Laser Sintering/Melting)

Finitions

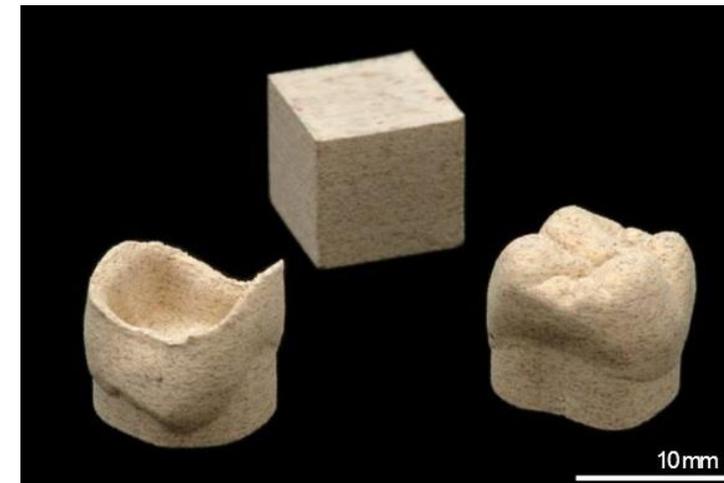
Nettoyage, enlèvement des supports,
sablage, usinage,...



- Séparation de la poudre non irradiée par le laser
- Séparation des pièces fabriquées du plateau support
- Elimination des supports de fabrication
- Post-traitement, polissage, ...



Pièces en Alumine (CRIBC)



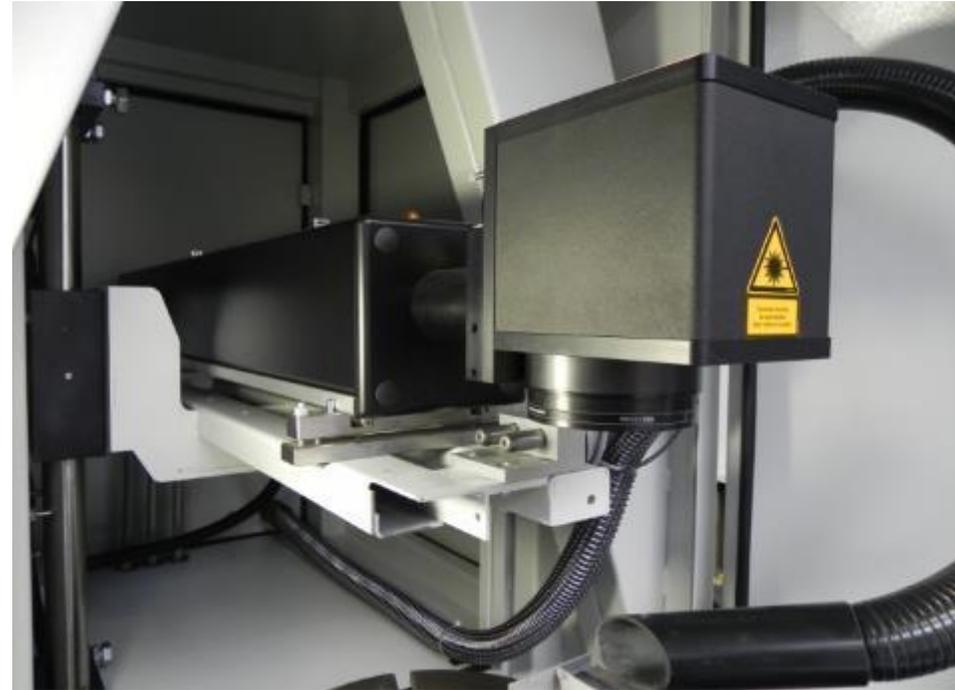
Pièces en zircone (Fraunhofer ILT)

Technologie alternative disponible dans Tech2Fab – Usinage Hybride



Avec le soutien du Fonds Européen de Développement Régional

Usinage laser des céramiques

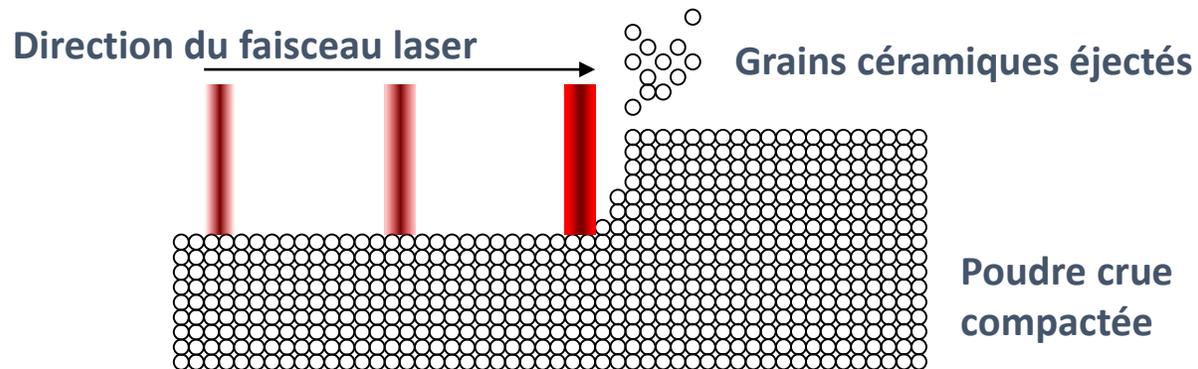
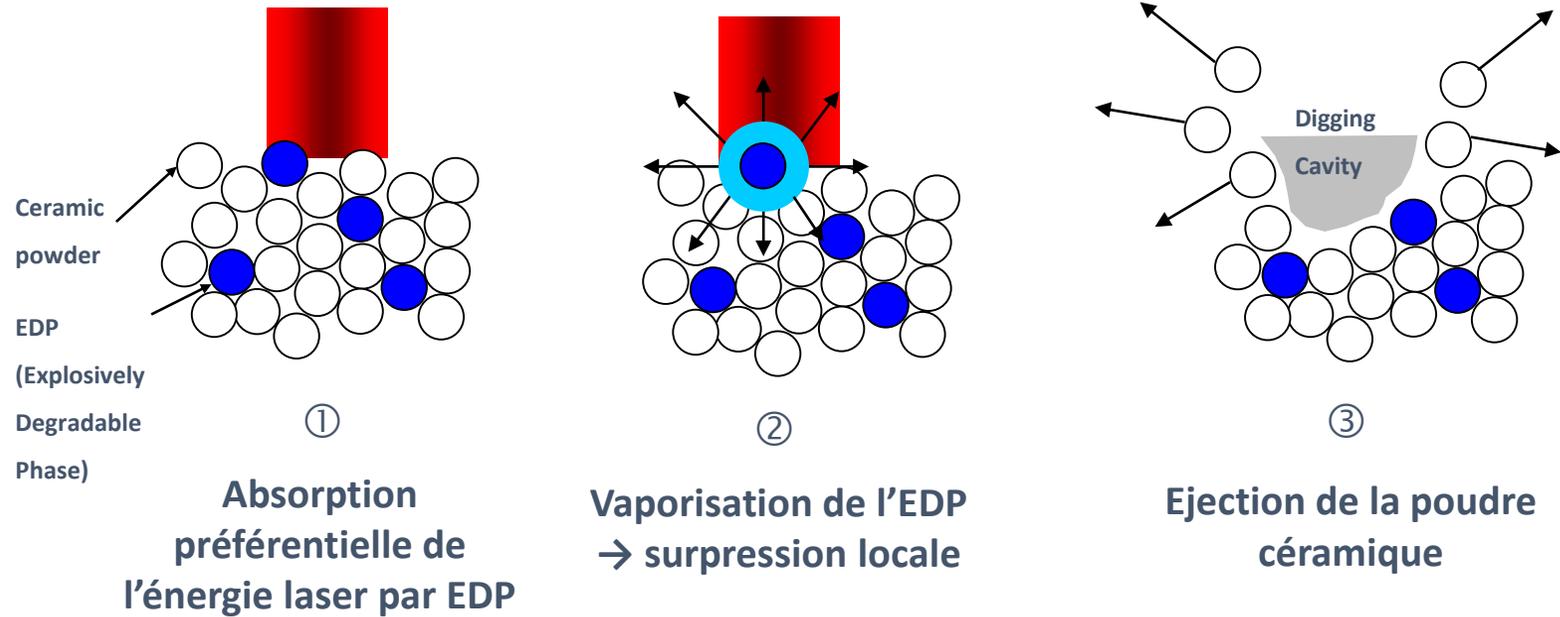


Equipement laser 5 axes :
(Table XY + axe Z + Axe rotative theta/phi) + 2 axes optiques XY
(tête galvanométrique)

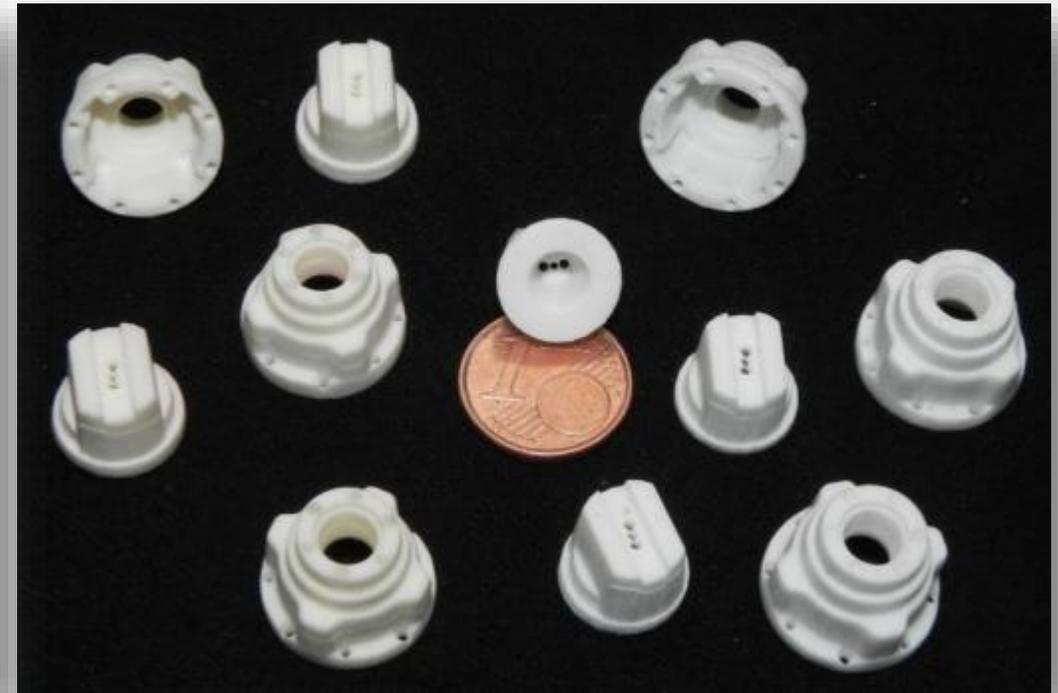
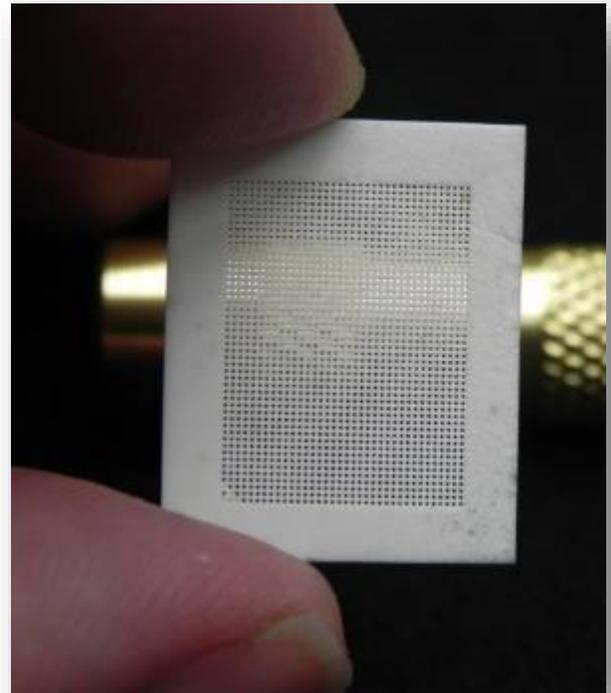
Source laser Nd:YAG (lampe) ; Puissance moyenne : 100 W ;
Q-switch pour utilisation du mode pulsé ns

Usinage laser des céramiques

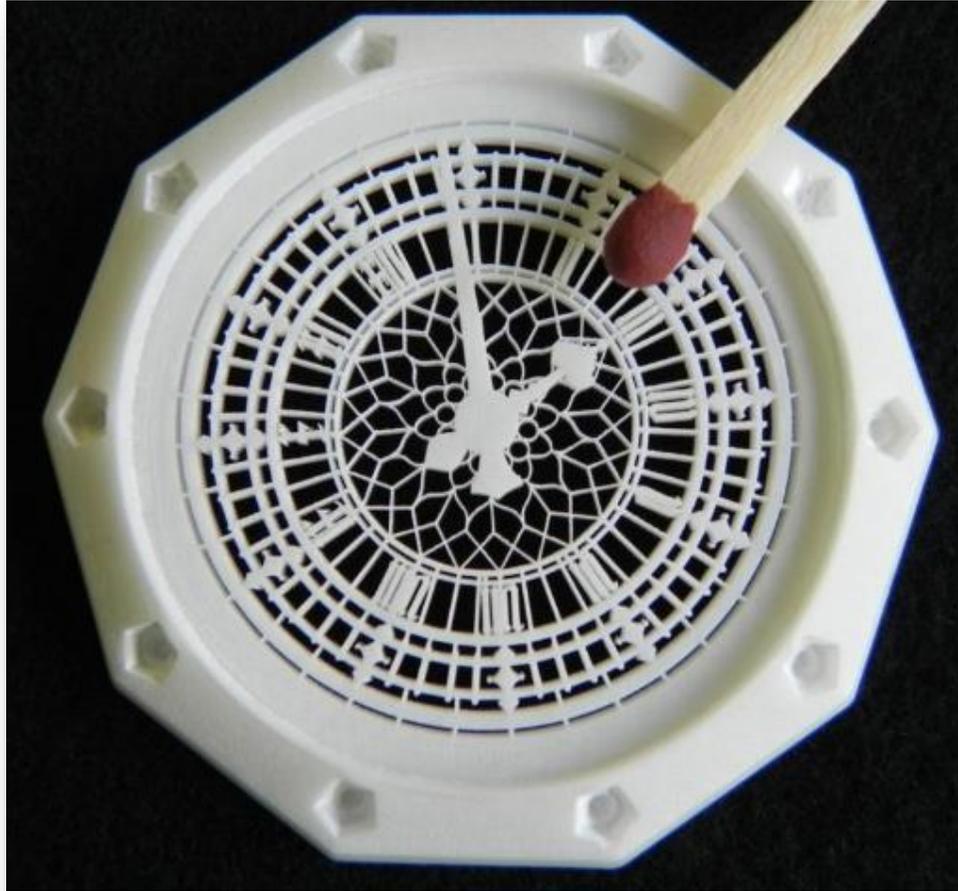
Brevet WO/2012/164025 - PCT/EP2012/060261



Usinage laser des céramiques



Usinage laser des céramiques



Matériau : Zircone blanche
Temps d'usinage : 1h
Epaisseur minimale < 100 μm

Usinage laser des céramiques



Gravure profonde pour de la zircone noire - usinage laser en cru

Usinage laser des céramiques



Molaires en zircone blanche – usinage laser en cru

Fraisage CAD/CAM

Avantages

- Technologie industrielle mature pour les céramiques
- Taux d'ablation élevé
- Bon fini de surface

Limitations

- Grande perte de bonne matière
- Usure / casse des outils diamantés
- Risque d'endommagement de la pièce

Cru



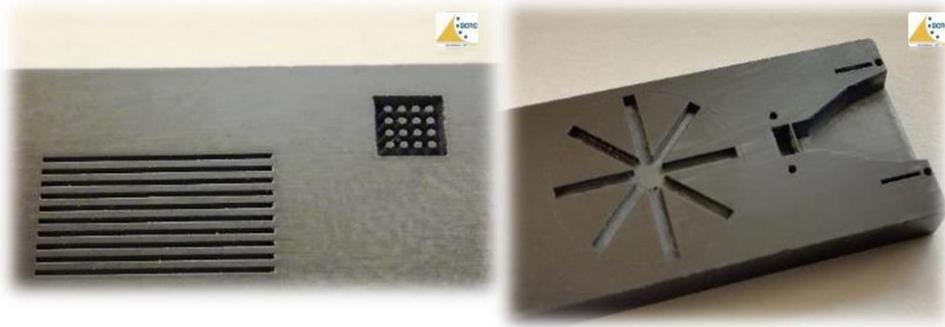
Préfritté



Dense



Usinage de Si_3N_4



Usinage de SiC

Ablation Laser

Avantages

- Adaptée aux matériaux difficilement fraisable
- Usinage sans contact
- \varnothing spot laser jusqu'à 20 μm

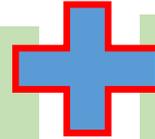
Limitations

- Faible taux d'ablation sur les pièces denses
- Zone affectée thermiquement

Fraisage CAD/CAM

Avantages

- Technologie industrielle mature pour les céramiques
- Taux d'ablation élevé
- Bon fini de surface



Ablation Laser

Avantages

- Adaptée aux matériaux difficilement fraisable
- Usinage sans contact
- \varnothing spot laser jusqu'à 20 μm

Fabrication hybride soustractive (Fraisage CAD/CAM + Ablation laser)

→ Combinaison des avantages des deux techniques

Equipement prototype imaginé par le CRIBC & construit par OPTEC (Belgium)



Mécanique

- 5 axes mécaniques pour le positionnement et l'usinage
- 3 axes optiques (xy et z focus rapide)

Optique

- Caméra numérique haute résolution

Outils d'usinage

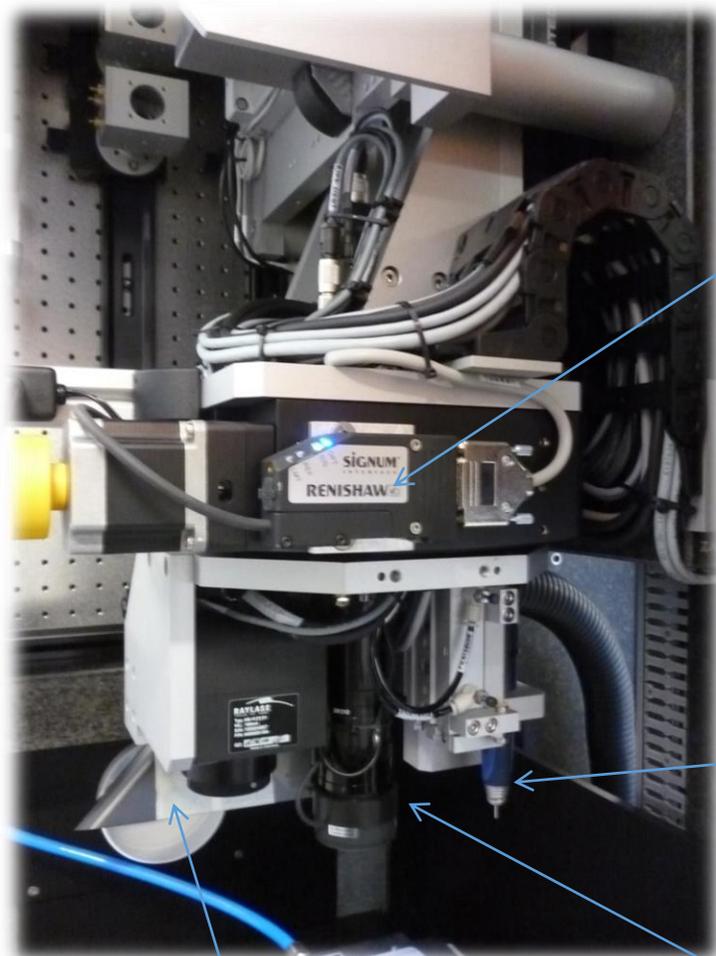
- 1 source laser ns (IPG 100 W moyenne)
- 1 source laser fs (Amplitude systems 10 W moyenne)
- 1 micro-fraiseuse (400 W, 30 000 rpm)

Scanner for 3D reconstruction

- 1 scanner laser-ligne intégré (micro-epsilon)

+ Possibilité de passer d'un outil à l'autre ...

Usinage Hybride des céramiques

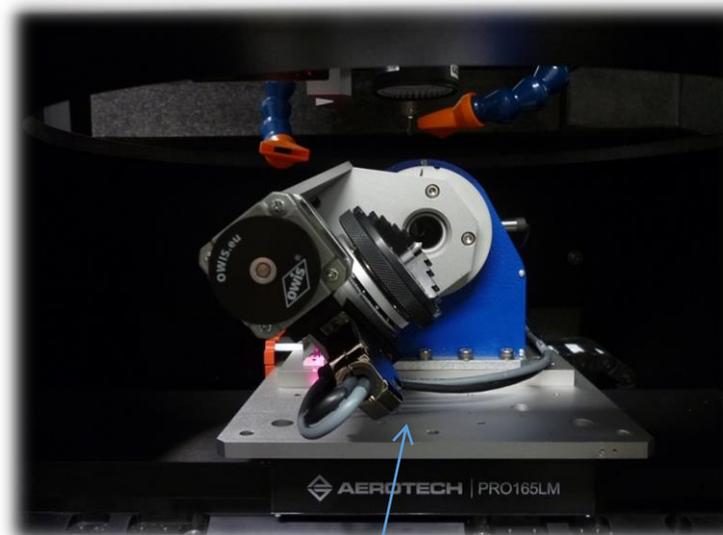


Scanner laser

Micro-fraiseuse

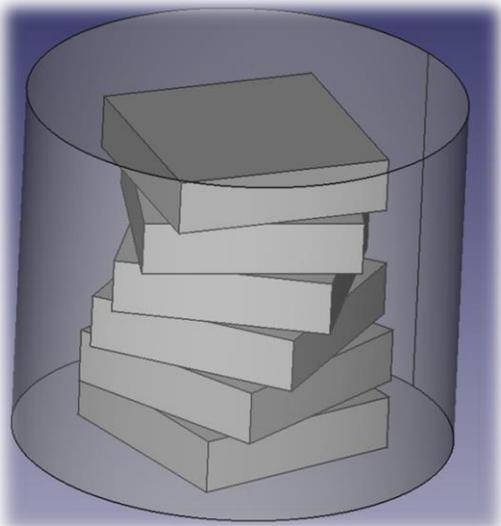
Microscope

Tête galvanométrique
(ns & fs lasers)



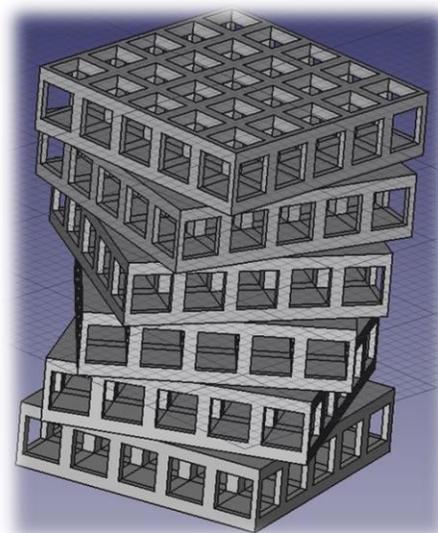
2 axes rotatifs + 3 axes cartésiens xyz

Usinage Hybride des céramiques



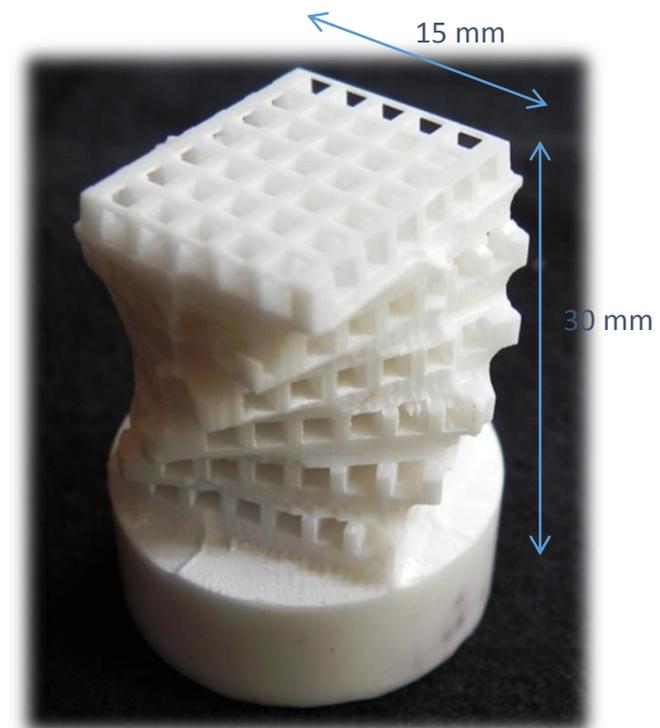
Etape 1

Usinage à l'outil de la tour
hélcoïdale à partir d'un compact
céramique de zircon



Etape 2

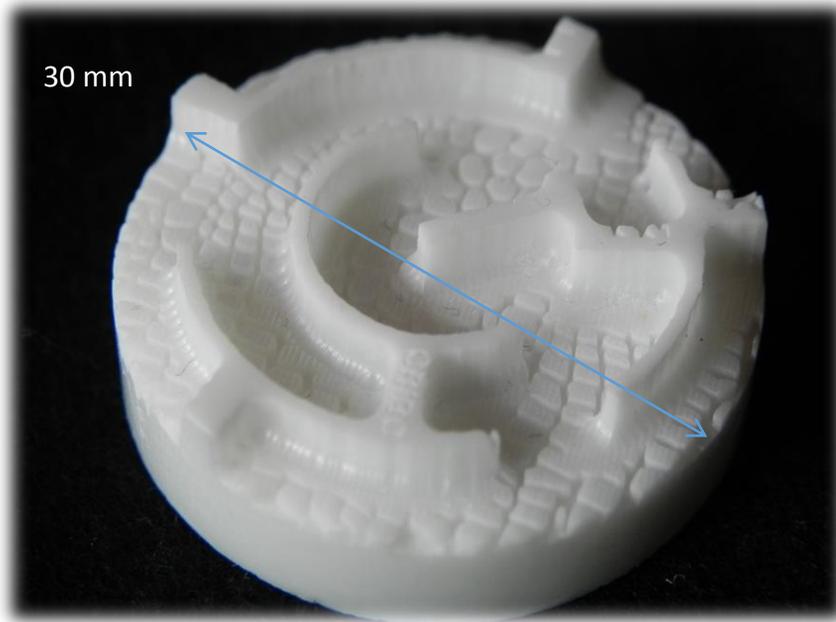
Post-usinage laser
des canaux internes



Pièce finale après frittage
(densité : 6,06)

Temps d'usinage global : approx. 3 heures

Usinage Hybride des céramiques

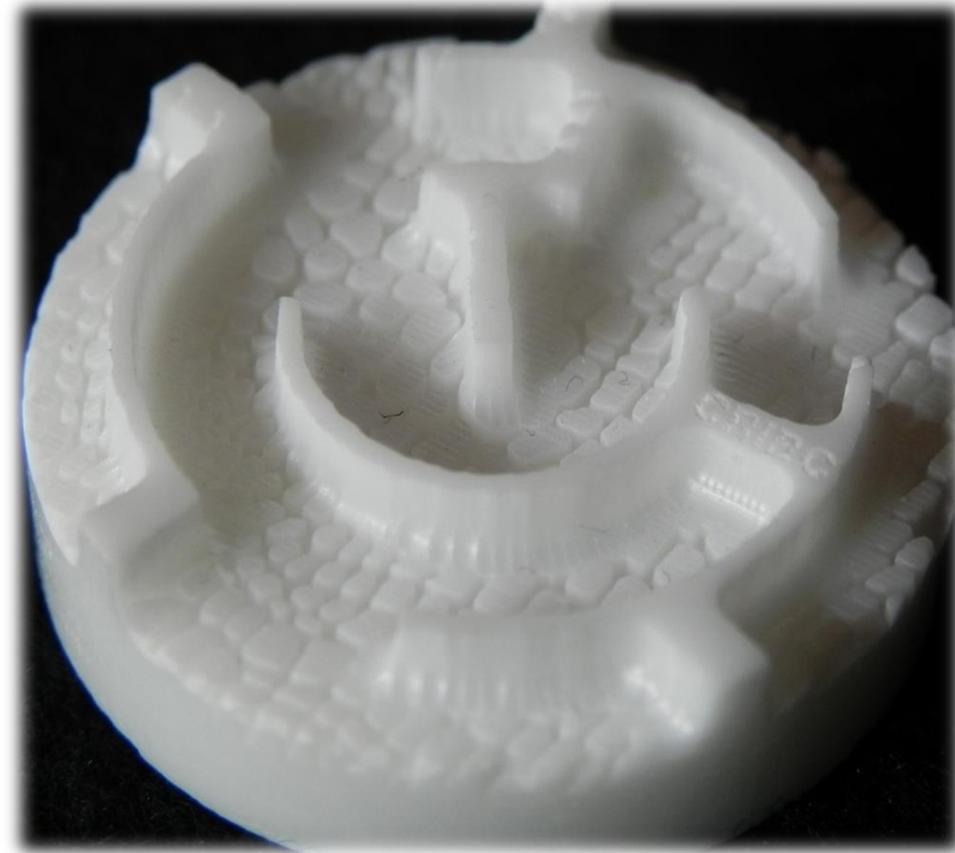


Etape 1

Usinage du labyrinthe à la fraise

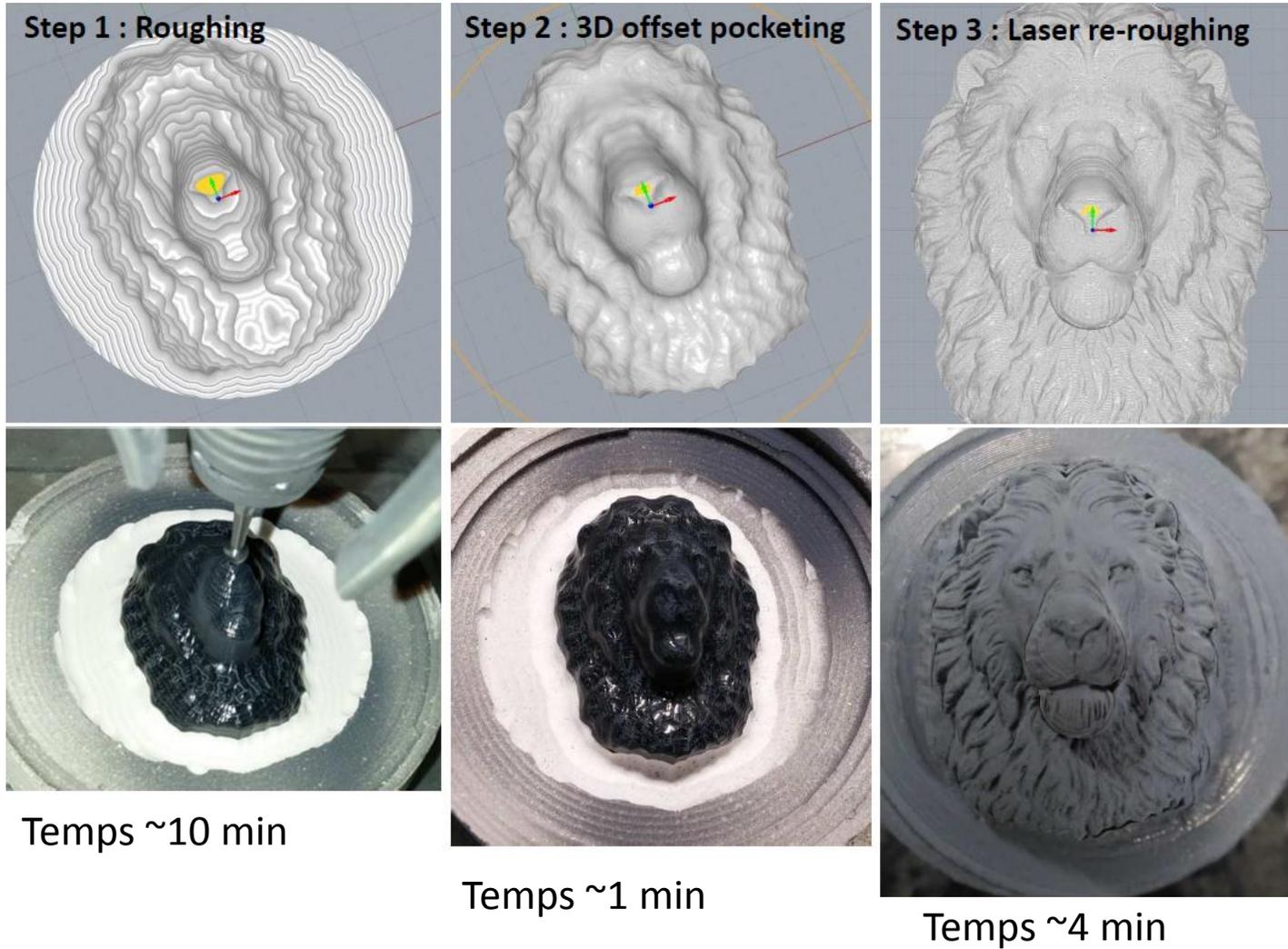
Etape 2

Texturation de surface au laser



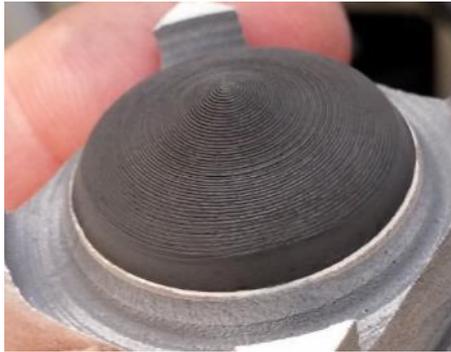
Temps d'usinage global : approx. 30 min

Usinage Hybride des céramiques



Temps d'usinage total sans hybridation avec un outil de 50 μ m ~25 h

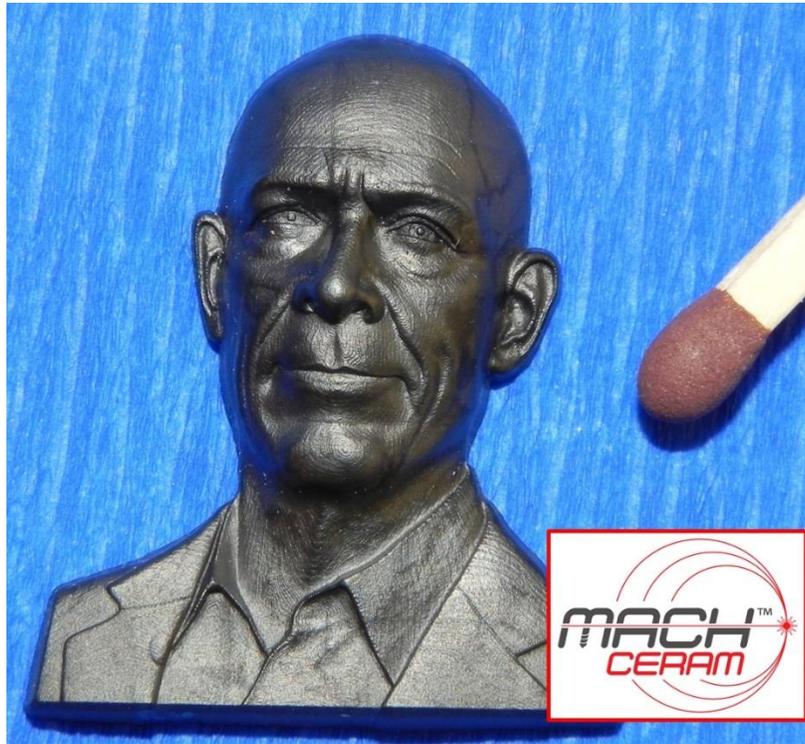
Usinage Hybride des céramiques



Al_2O_3
 ZrO_2
WC-Co



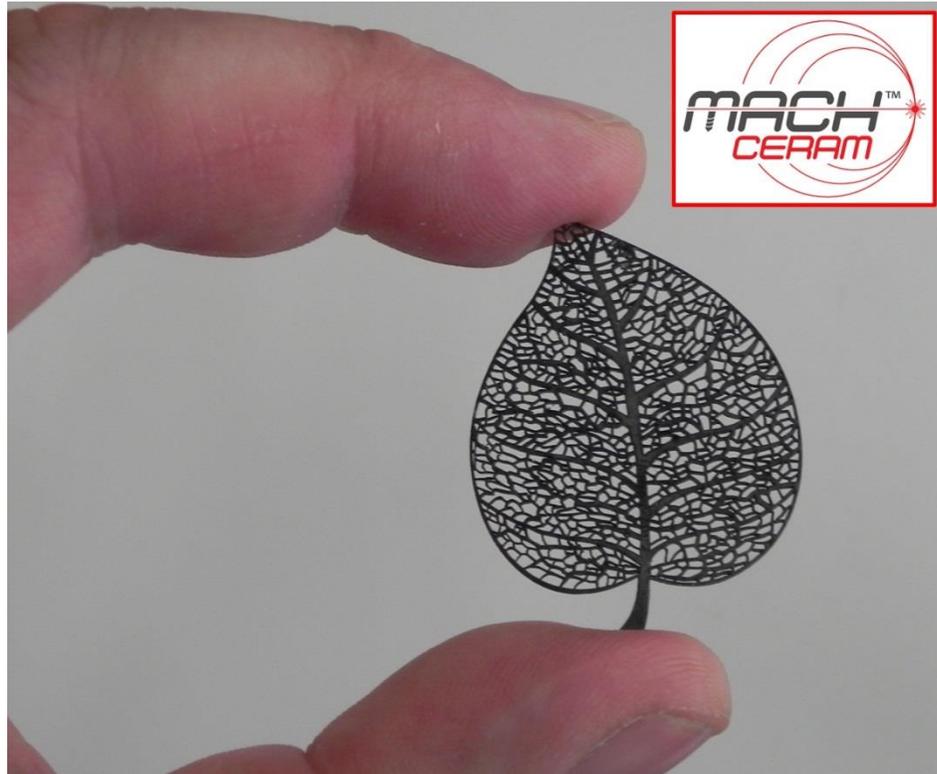
Usinage Hybride des céramiques



OPTEC
laser micromachining systems



Usinage Hybride des céramiques



OPTEC
laser micromachining systems



Merci de votre attention Questions?

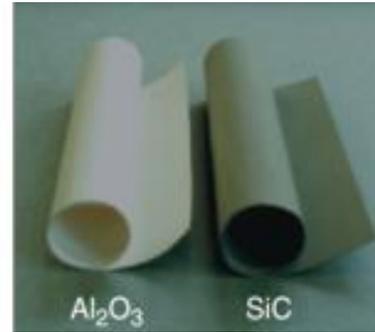
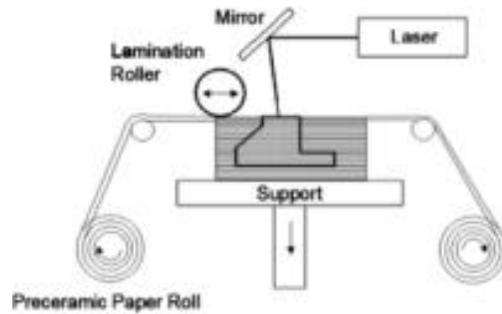
Dorian Deschuyteneer
Belgian Ceramic Research Centre
d.deschuyteneer@bcrc.be



Avec le soutien du Fonds Européen de Développement Régional



Méthode par empilement de couche (LOM : Laminated Object Manufacturing)



Principe:

Chaque couche de l'objet est obtenue par usinage sélectif d'une feuille de matière grâce à un laser. L'empilement de toutes les couches crée l'objet final

L'objet fabriqué doit ensuite subir un traitement thermique (déliantage/frittage) pour être consolidé.

Avantages

- Technologie propre
- Bons états de surface
- Investissements limités

Limitations

- Matières premières à obtenir en rouleau
- Recyclabilité problématique
- Porosité après frittage



Méthode par empilement de couche (LOM : Laminated Object Manufacturing)

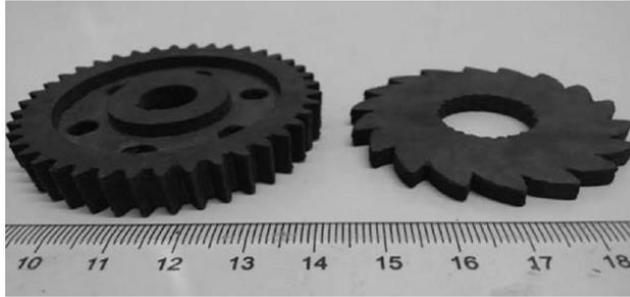
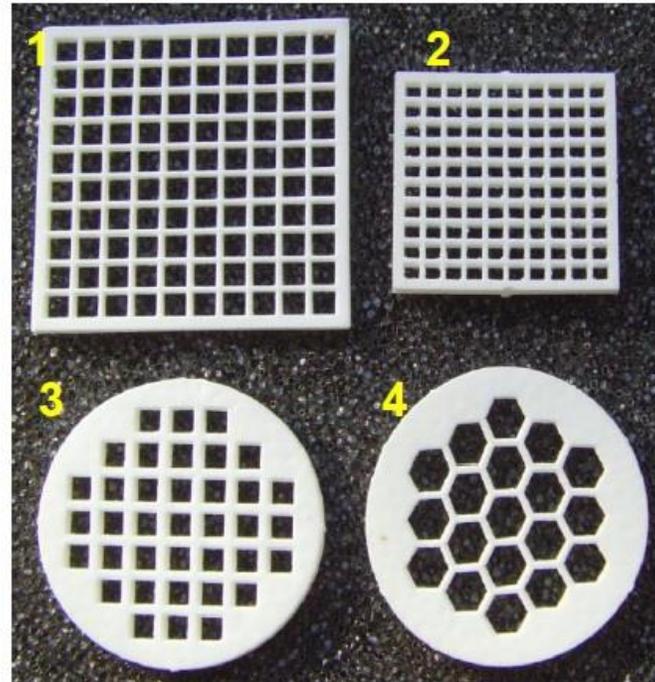


Fig. 11 : The 3-dimensional-shape gear wheels fabricated by means of LOM after heat treatment.



Al₂O₃ test parts



ZTM test part

TECHNOLOGY TO FABRICATION

Des technologies vers l'application industrielle



Fabrication additive de céramiques Stéréolithographie

Hugo CURTO, Florian JEAN, Shaan CHAMARY, Jean-Christophe HORNEZ
Laboratoire des Matériaux Céramiques et Procédés Associés (LMCPA) – Maubeuge
Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis (UVHC)



1. Principe de la SLA
2. Dispositif SLA
3. Exemples d'application

Histoire de la SLA

- Durcissement de couches de polymères photosensibles
Hideo Kodama, années 70
- Invention de la stéréolithographie – SLA
Alain Le Méhauté – Chuck Hull, années 80
- Adaptation de la SLA aux céramiques
Michelle L. Griffith, John W. Halloran, 1996



J. Am. Ceram. Soc., 79 [10] 2601-608 (1996)

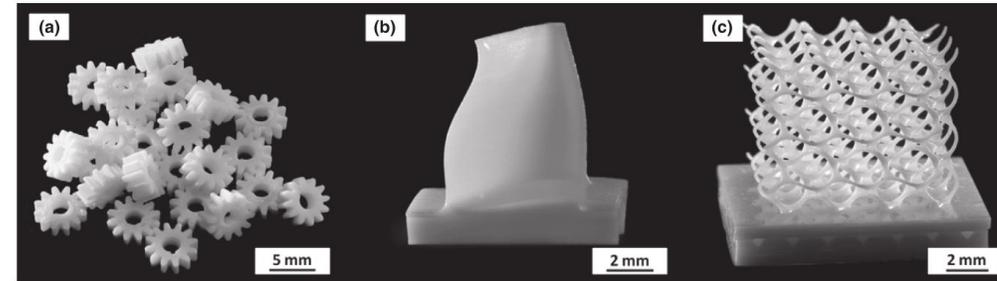
Freeform Fabrication of Ceramics via Stereolithography

Michelle L. Griffith^{*†} and John W. Halloran^{*}

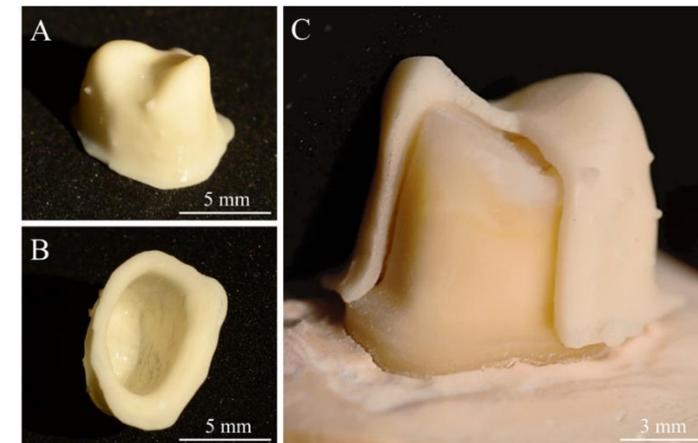
Department of Materials Science and Engineering, The University of Michigan, Ann Arbor, Michigan 48109-2136

Matériaux

- Alumine ;
- Zircone ;
- Composites alumine-zircone
- Hydroxyapatite ;
- Carbure de silicium ;
- Nitrure de silicium ;
- Silice ;
- Titanate de baryum ;
- Titano-zirconate de plomb (PZT) ;
- ...



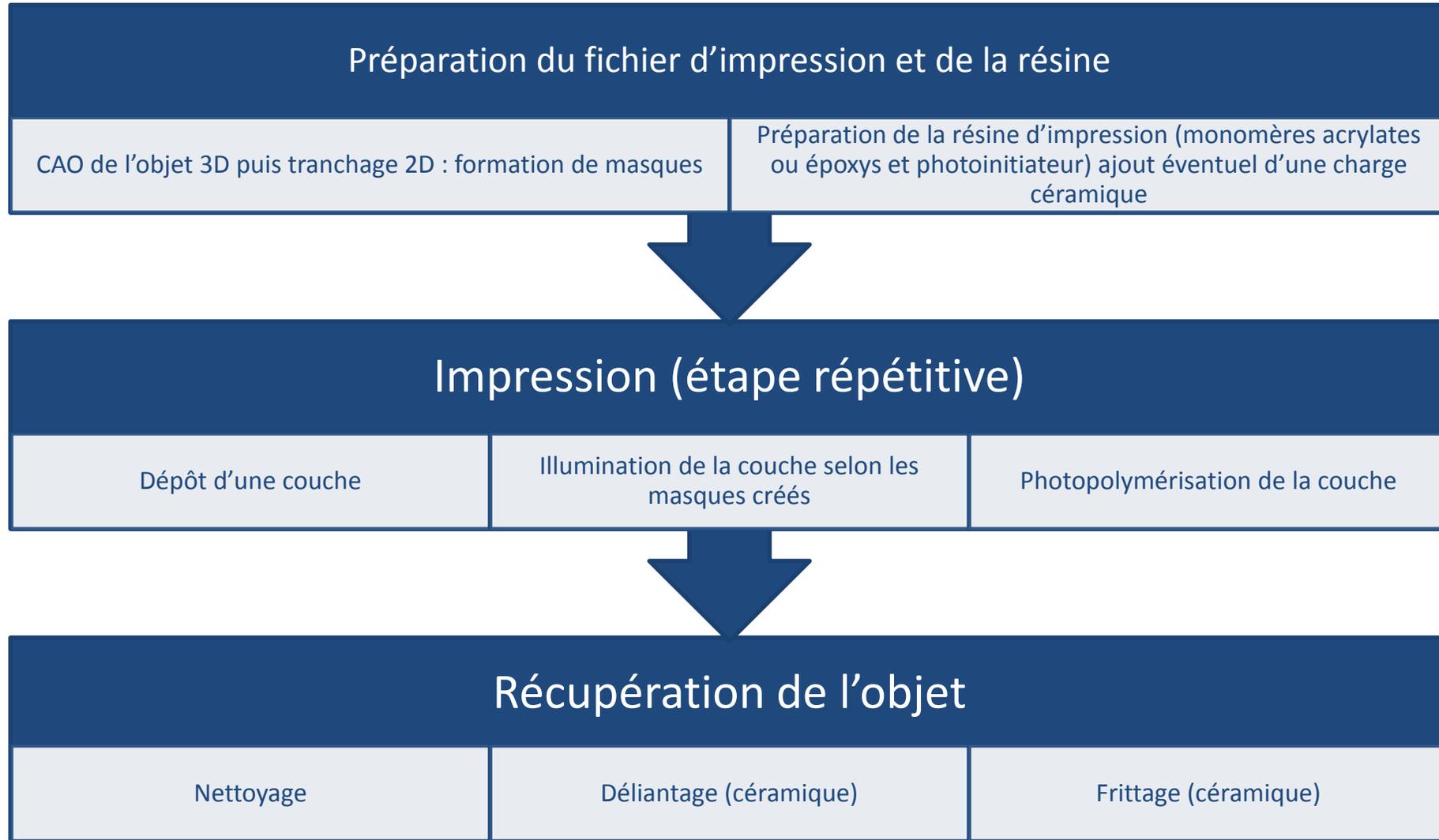
Schwentenwein, M. & Homa, J. Additive manufacturing of dense alumina ceramics. *Int. J. Appl. Ceram. Technol.* 12, 1–7 (2015).



Dehurtevent, M. *et al.* Stereolithography: A new method for processing dental ceramics by additive computer-aided manufacturing. *Dent. Mater.* 33, 477–485 (2017).

1. Principe de la SLA
2. Dispositif SLA
3. Exemples d'application

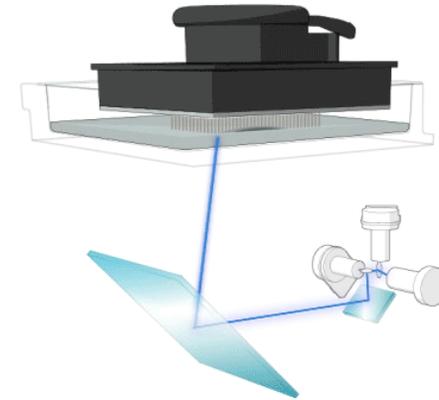
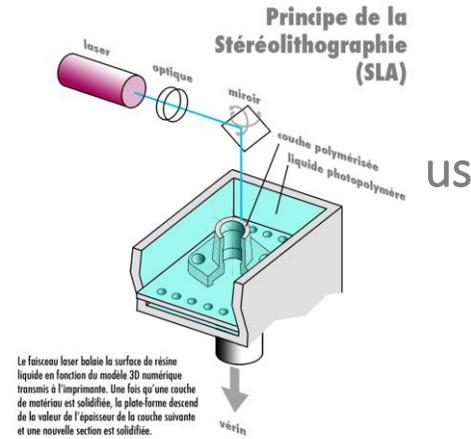
Principe générale de la SLA



Techniques disponibles d'impression par SLA

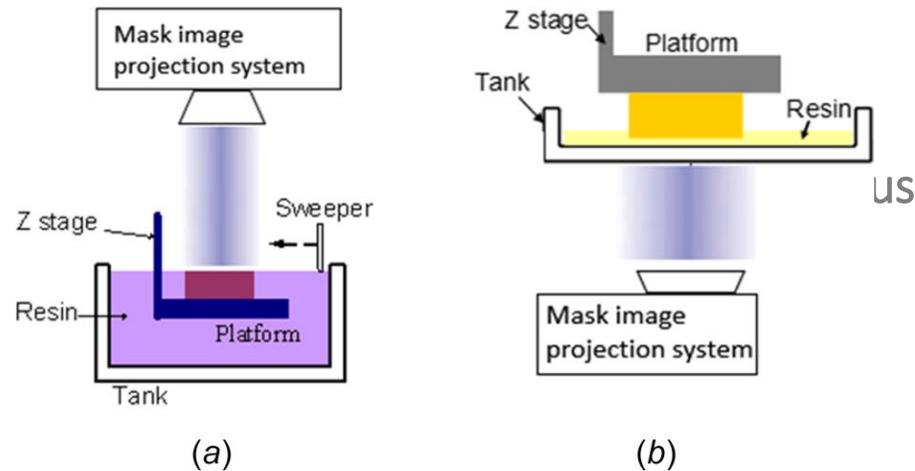
- Photopolymérisation initiée par un laser

Illumination
par le dessus



- Photopolymérisation initiée par un masque dynamique

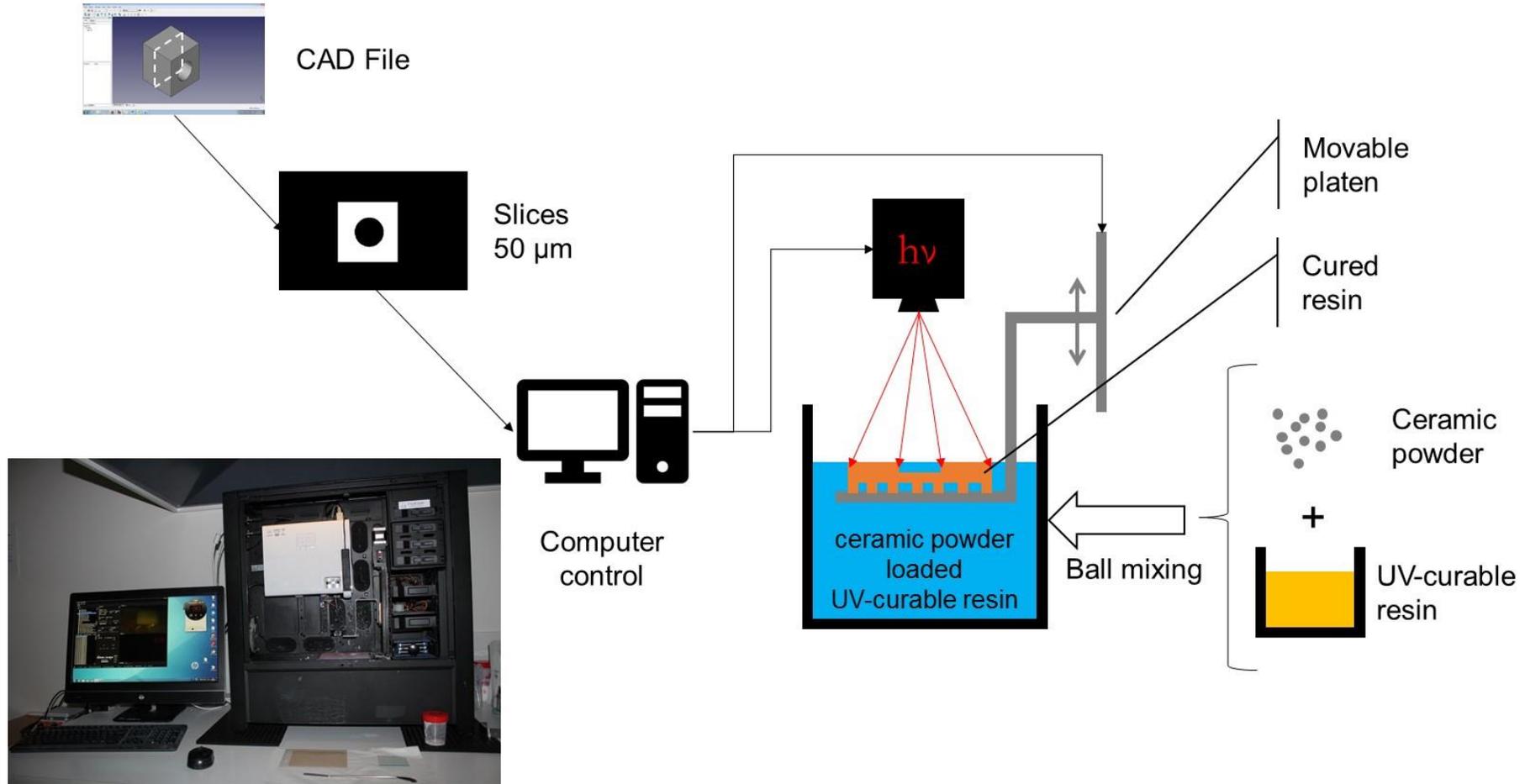
Illumination
par le dessus

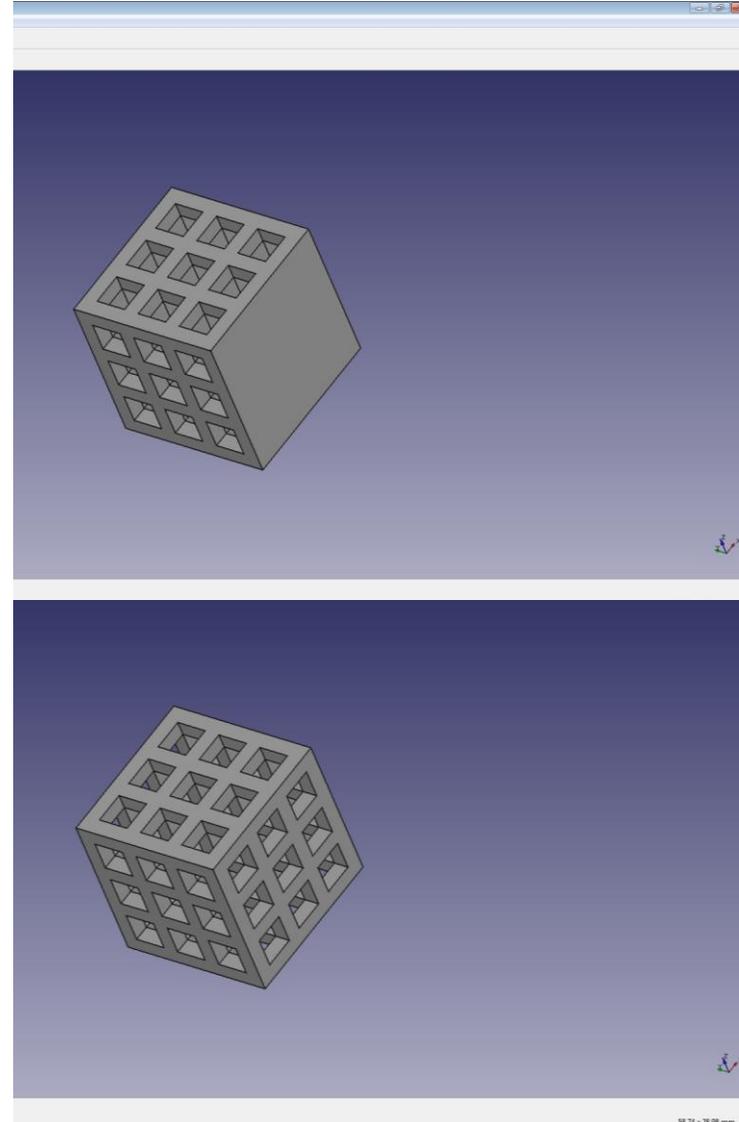
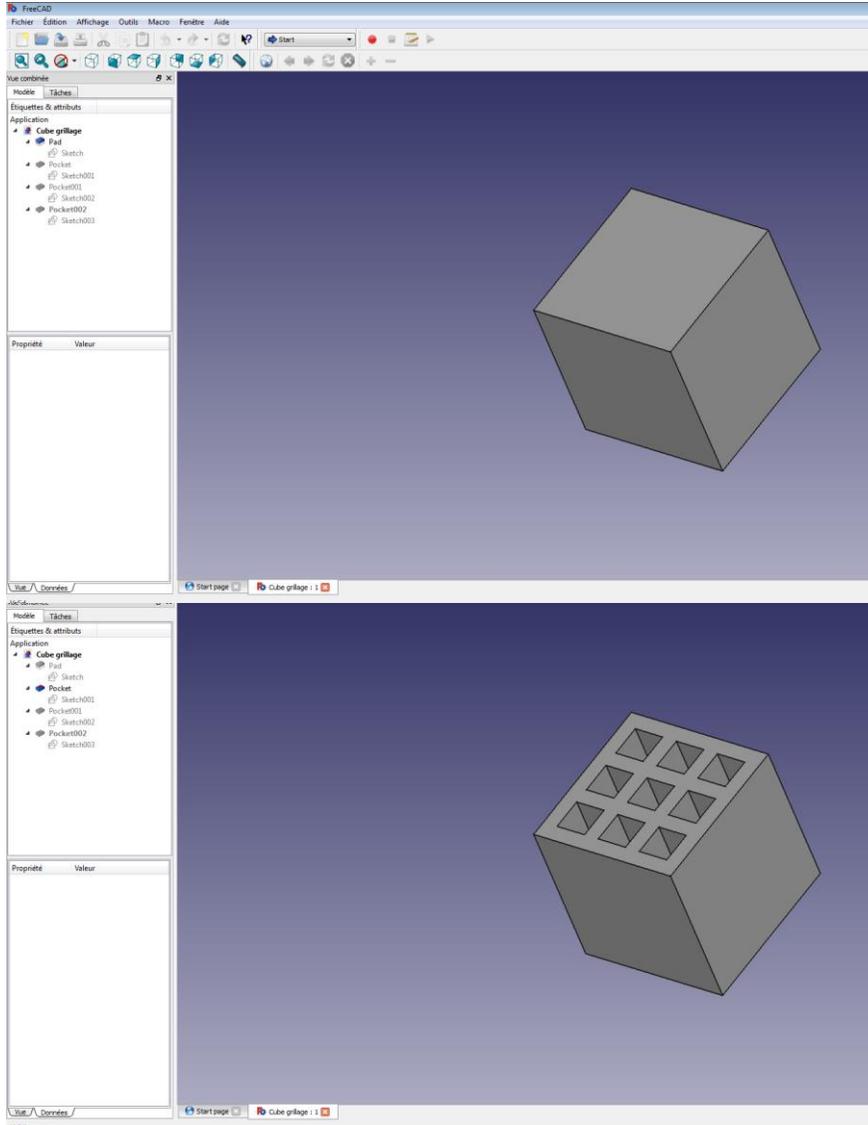


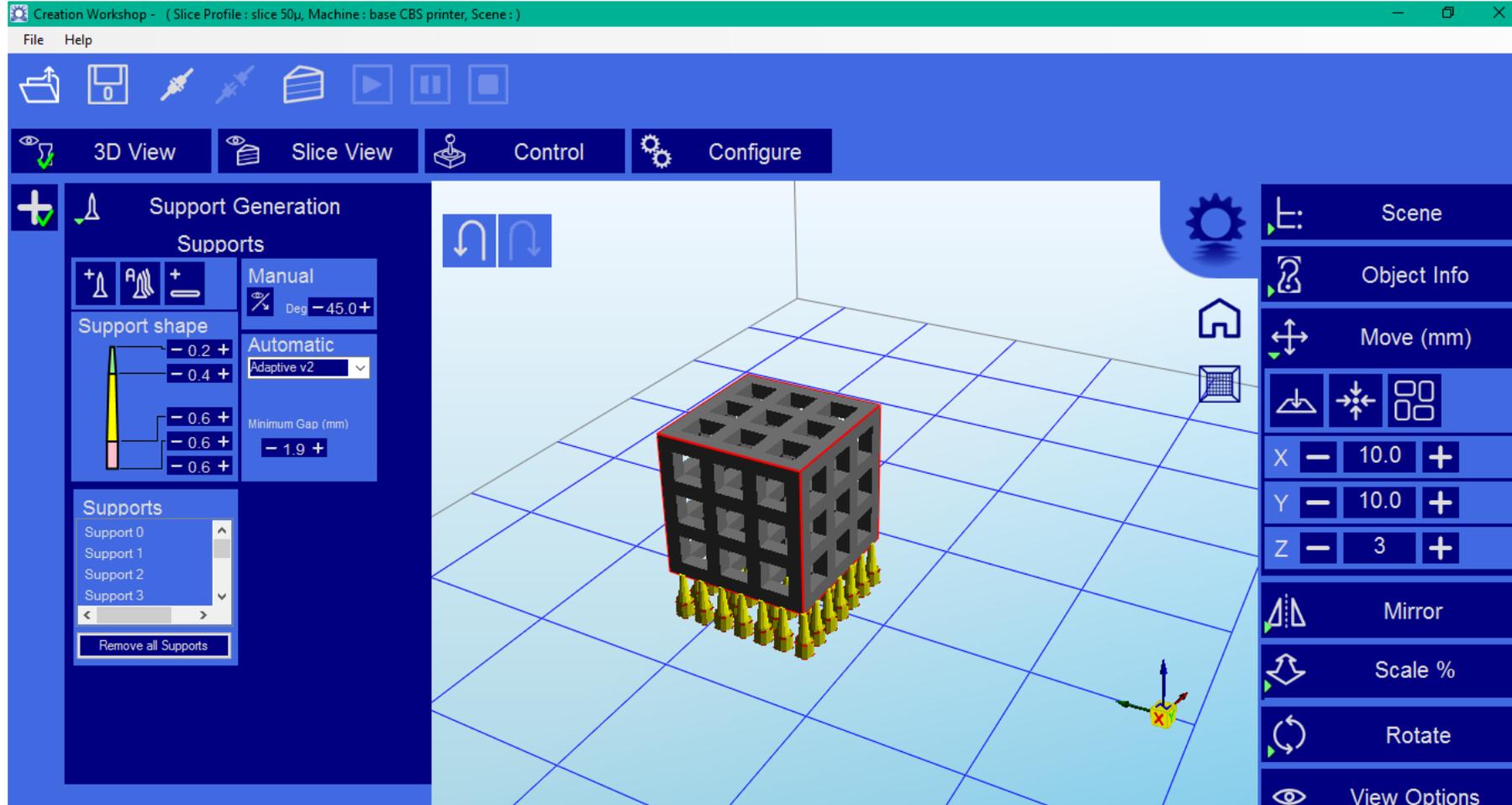


CryoCeram – Cryoberyl Software, France

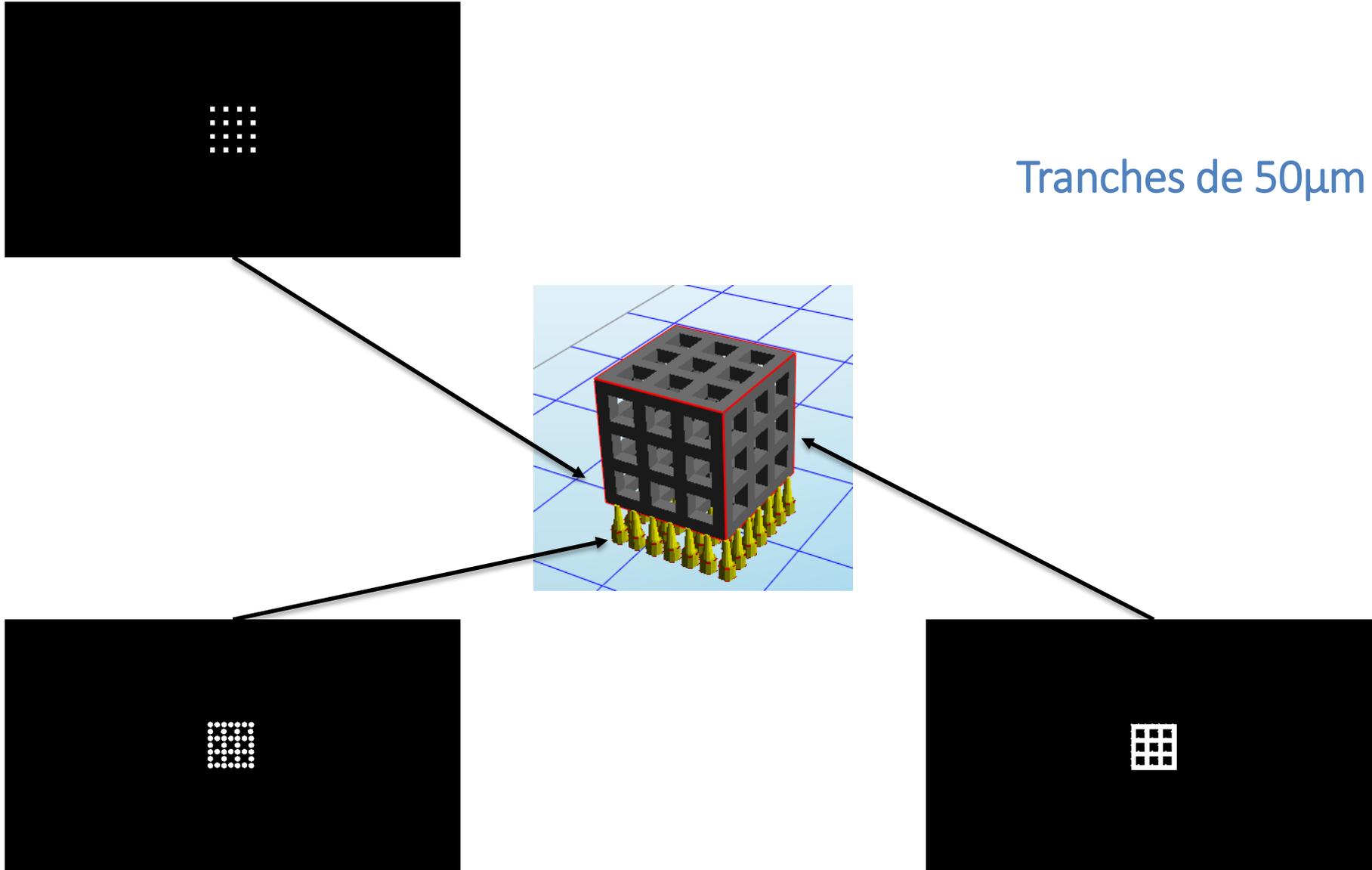
	<u>Intérêts</u>	<u>Limitations</u>
<u>/ CONV.</u>	<p>Formes géométriques complexes</p> <p>Fabrication rapide</p> <p>Résolution latérale : 100µm voire 10µm (µSLA)</p>	<p>Taille des pièces</p> <p>Déliantage post mise en forme</p> <p>Préparation des résines d'impression</p>
<u>/ PROCESS</u>	<p>Pas de racleur</p> <p>Pièce maintenue par la poussée d'Archimède</p>	<p>Taux de charge</p>







Tranches de 50µm d'épaisseur



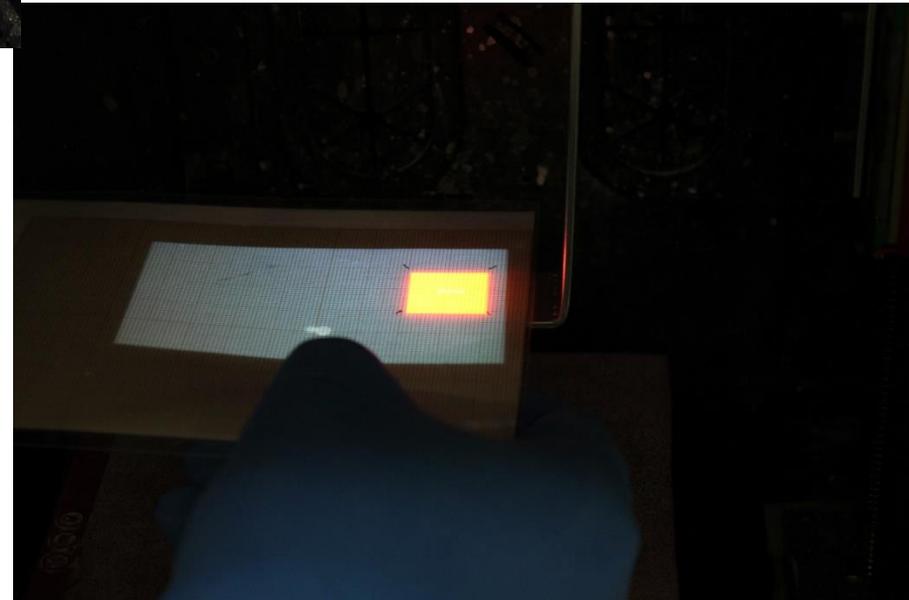
Préparation de la résine d'impression avec charge céramique



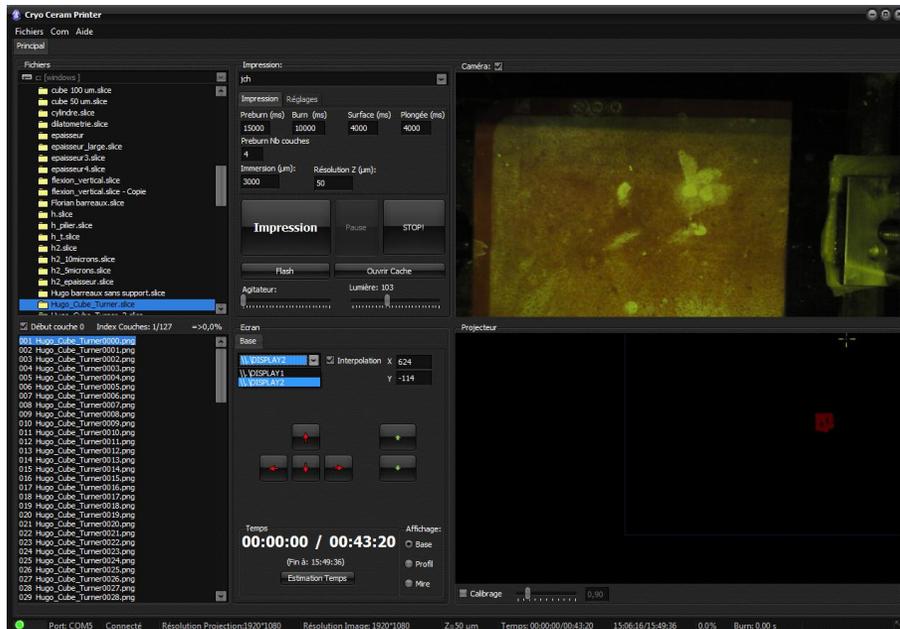


Planéité du plateau d'impression

Calibration
des masques dynamiques



Mise en place de la résine



Paramétrage du logiciel

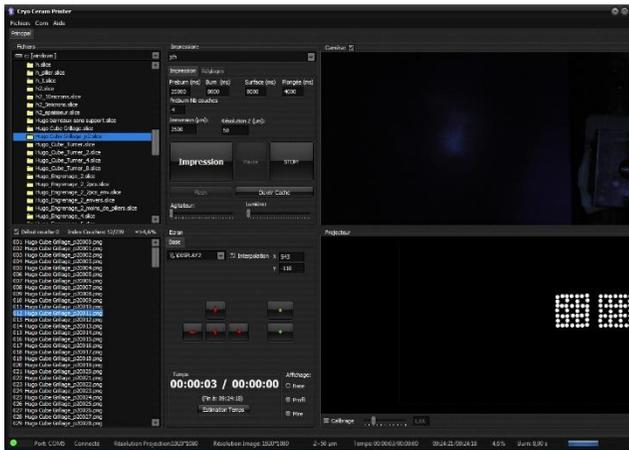
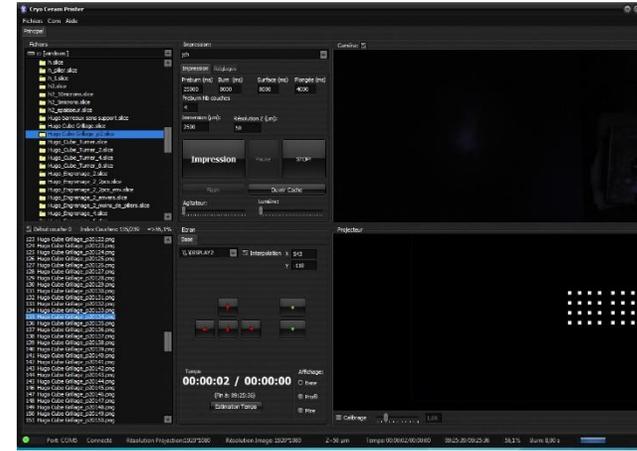
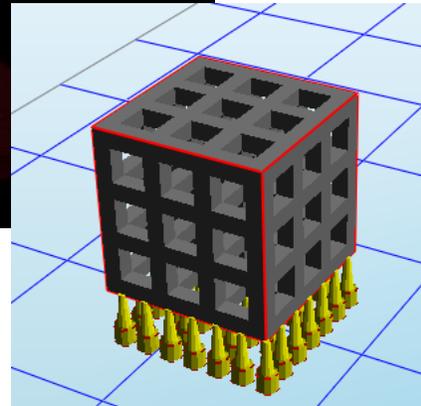
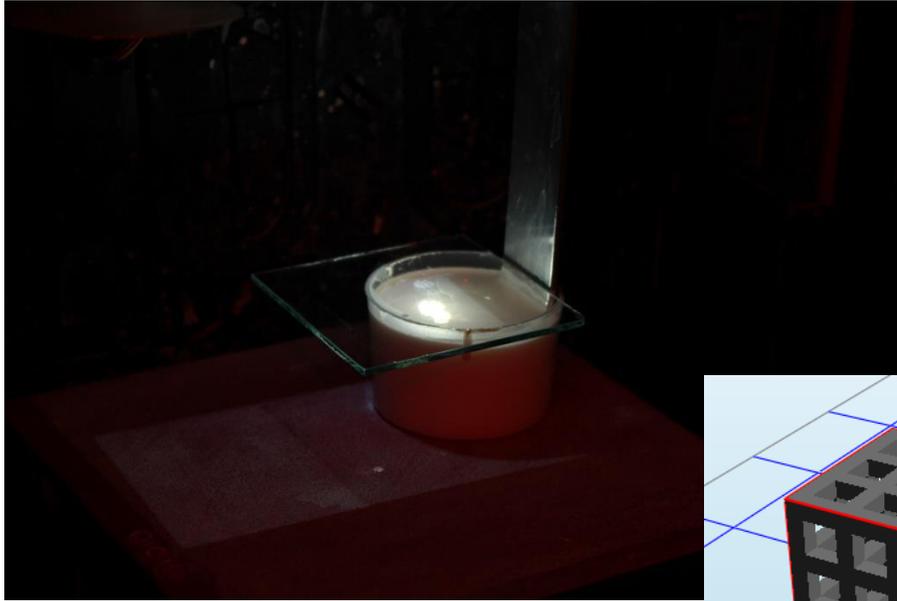
Durée d'exposition

Temps de plongée et à la surface

Épaisseur des couches

Profondeur de plongée

Nombre de couche d'accroche

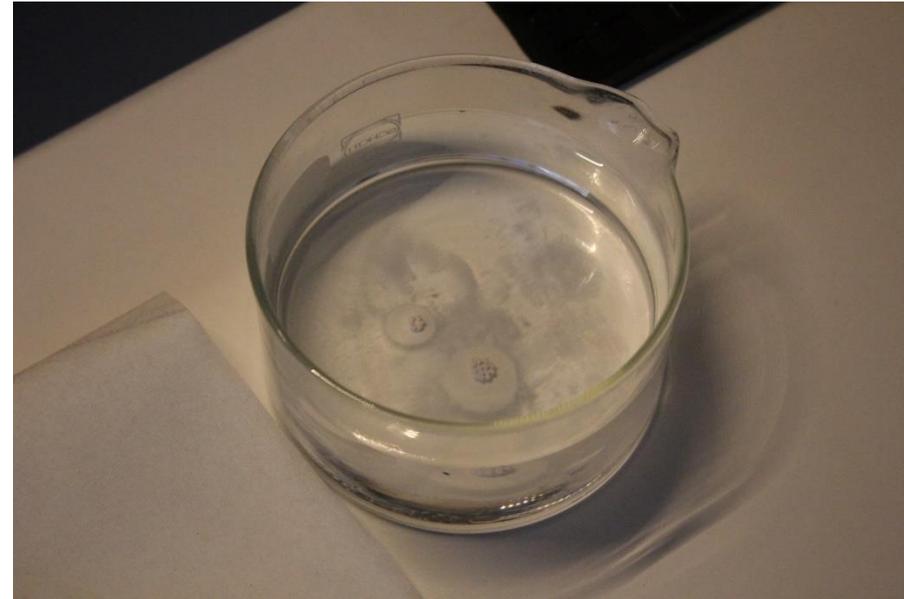




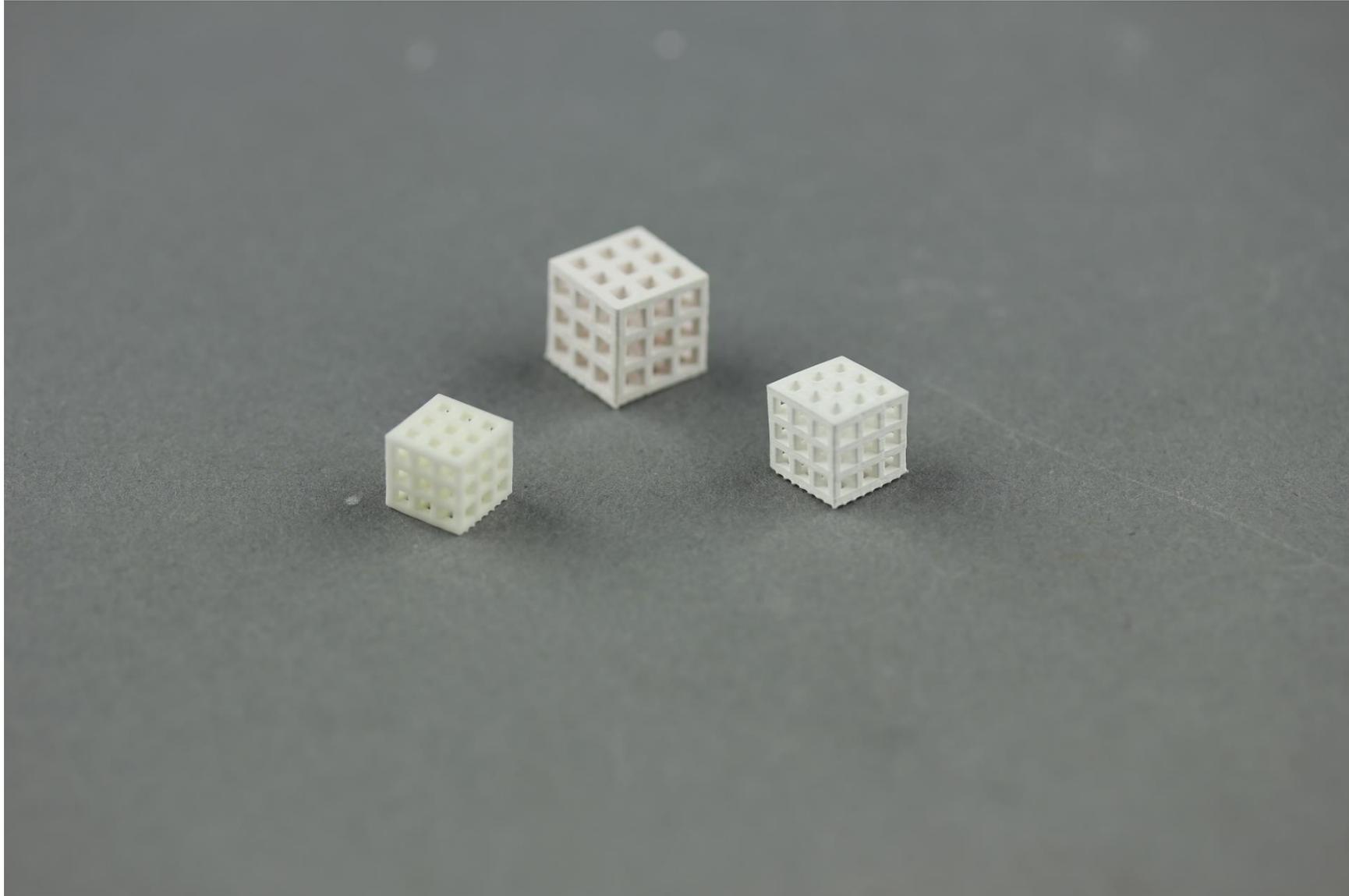
Les pièces sont détachées avec une spatule

Nettoyage des pièces

Bain d'isopropanol placé
dans un bain d'ultrasons

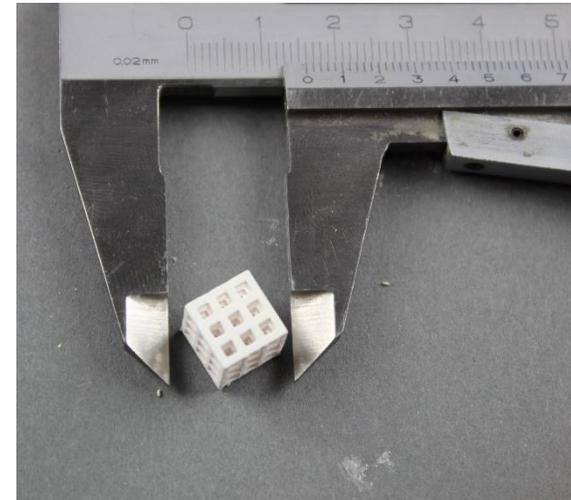
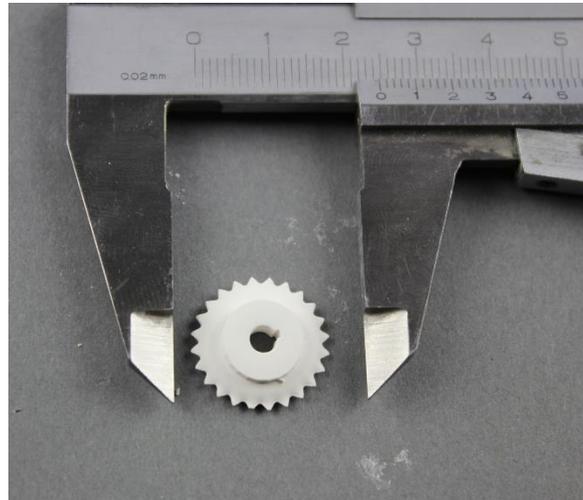
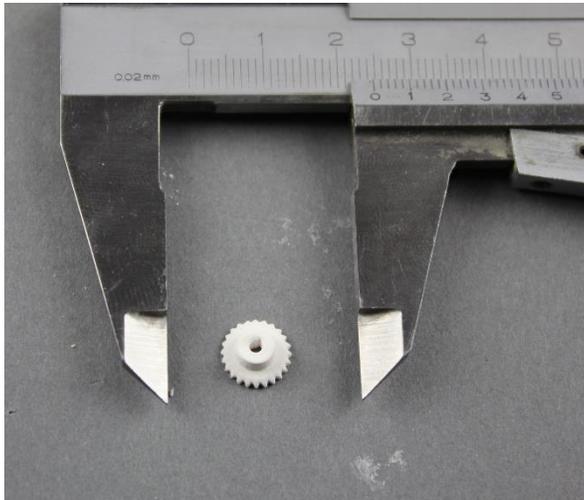
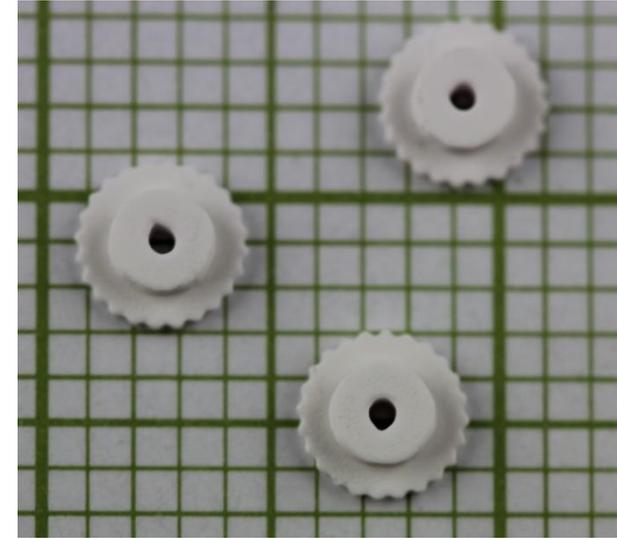
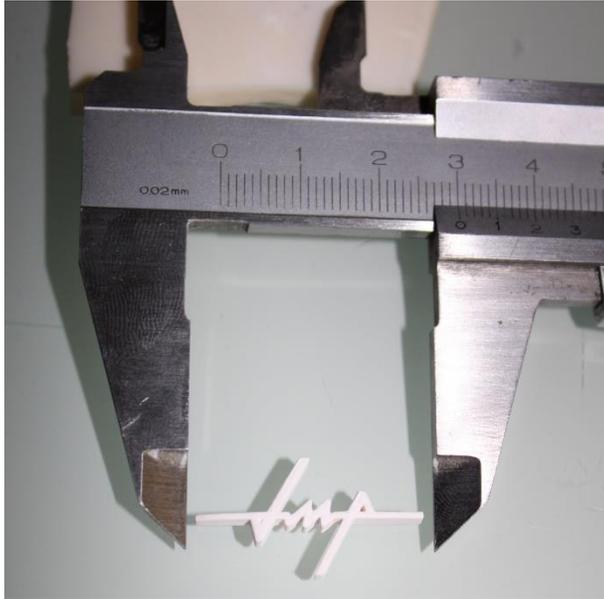


Vers le déliantage et le frittage



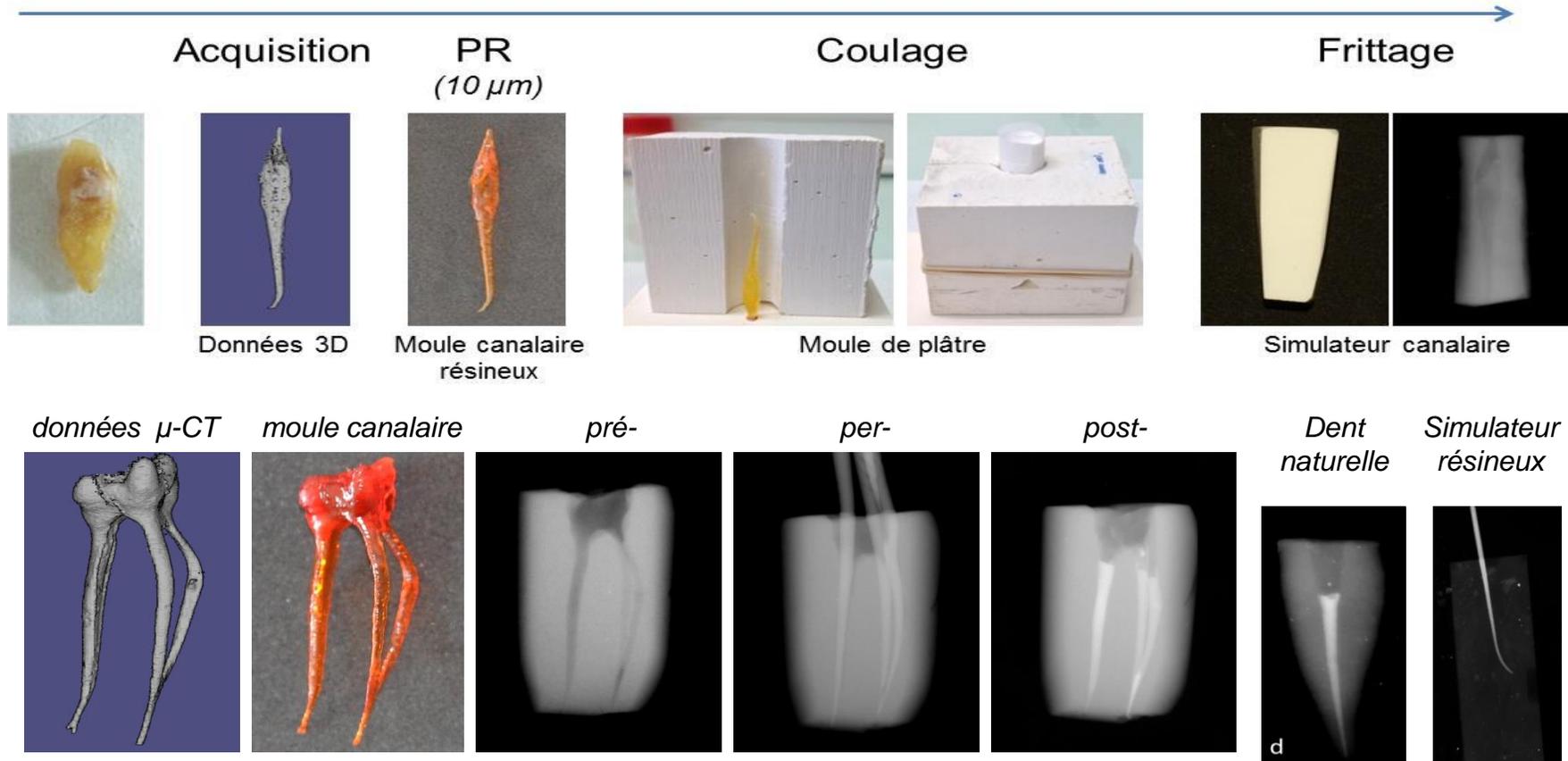
SLA – LMCPA

Exemples de pièces



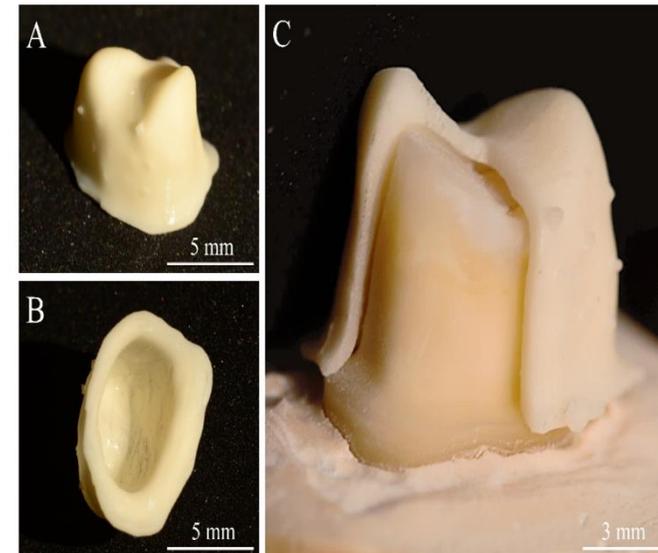
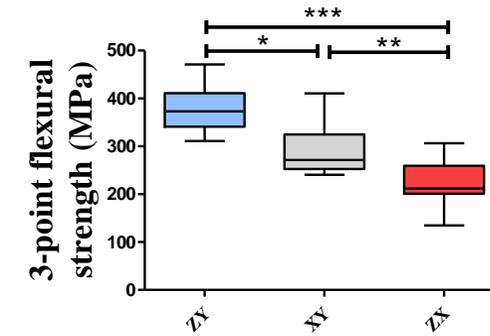
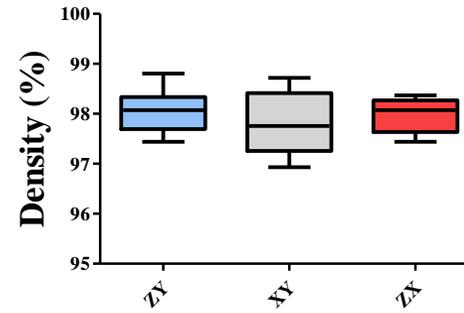
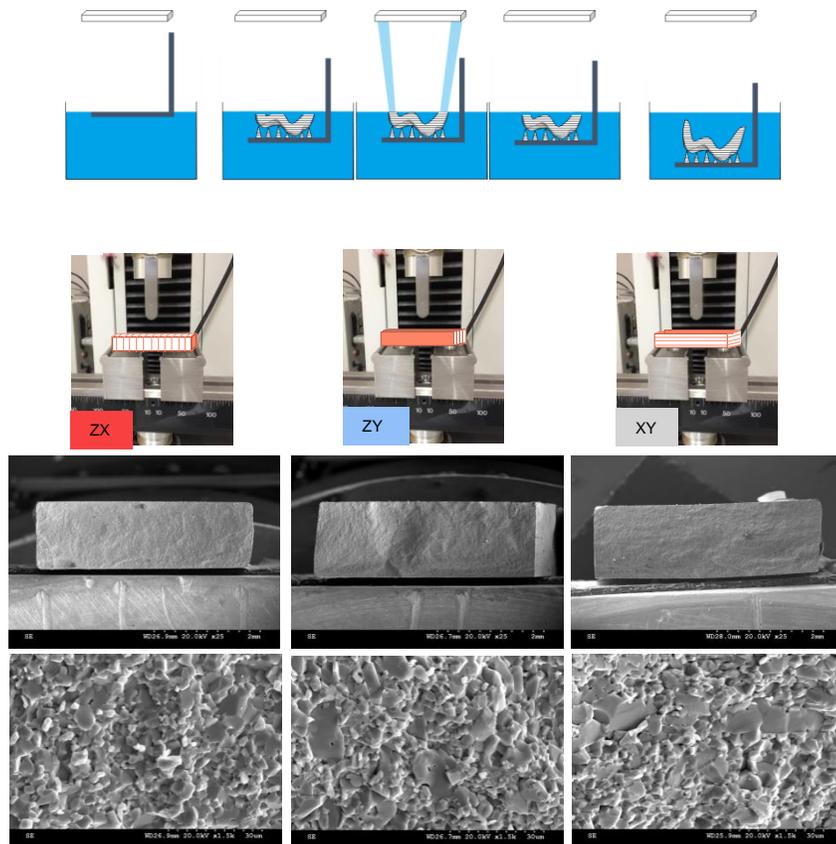
1. Principe de la SLA
2. Dispositif SLA
3. Exemples d'application

Mise en forme de céramique en utilisant un négatif organique



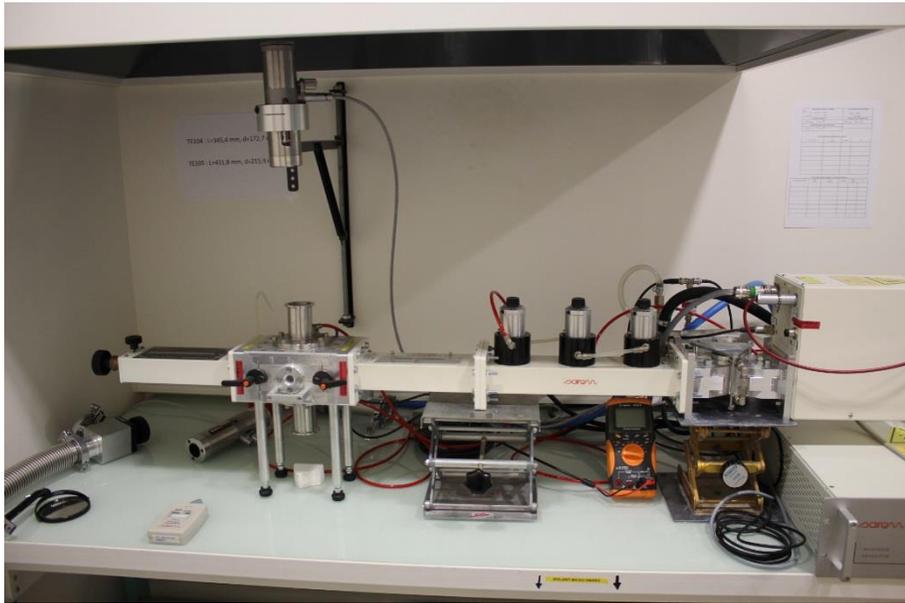
Simulateur reproductible et fidèle à la géométrie initiale
Radio-opacité proche de la dent naturelle

Mise en forme d'alumine par impression 3D pour des applications dentaires



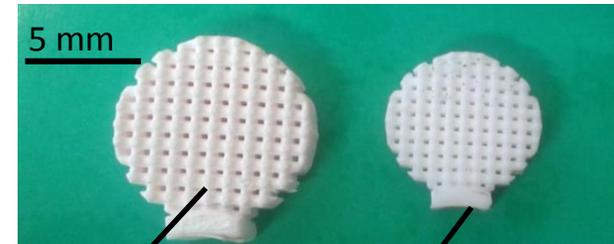
Frittage micro-ondes de pièces mises en forme par SLA

- Couplage d'un procédé de chauffage rapide pour consolider l'aspect "rapide" de cette méthode de mise en forme



Four micro-ondes mono-mode resonant à 2,45GHz

- Déliantage par un cycle thermique court
- Cycle de frittage court par rapport au conventionnel



Pièce crue mise en
forme par SLA

Pièce frittée par
MO

✓ Densité des parois : 98.2%

Conclusions

- Intérêts
 - Obtention de formes complexes
 - Procédé d'élaboration rapide

- Limitations
 - Résine d'impression (formulation et matériaux)
 - Format batch

Merci pour votre attention !
Des questions ?

Hugo CURTO
LMCPA-UVHC
hcurto@univ-valenciennes.fr





CRIBC (chef de file)

www.bcrc.be
Mons
+32 (0)65 40 34 34



Materia Nova

www.materianova.be
Mons
+32 (0) 65 55 49 02



UVHC-LMCPA

www.univ-valenciennes.fr
Maubeuge
+33 (0) 3 27 51 16 76



CRITT-MDTS

www.critt-mdts.com
Charleville-Mézières
+33 (0) 3 24 37 89 89



Matikem

www.matikem.com
Villeneuve d'Ascq
+ 33 3 61 76 02 45



POM Oost-Vlaanderen

Gent
+32 (0) 9 267 86 33



Wallonie



TECHNOLOGY TO FABRICATION

Des technologies vers l'application industrielle

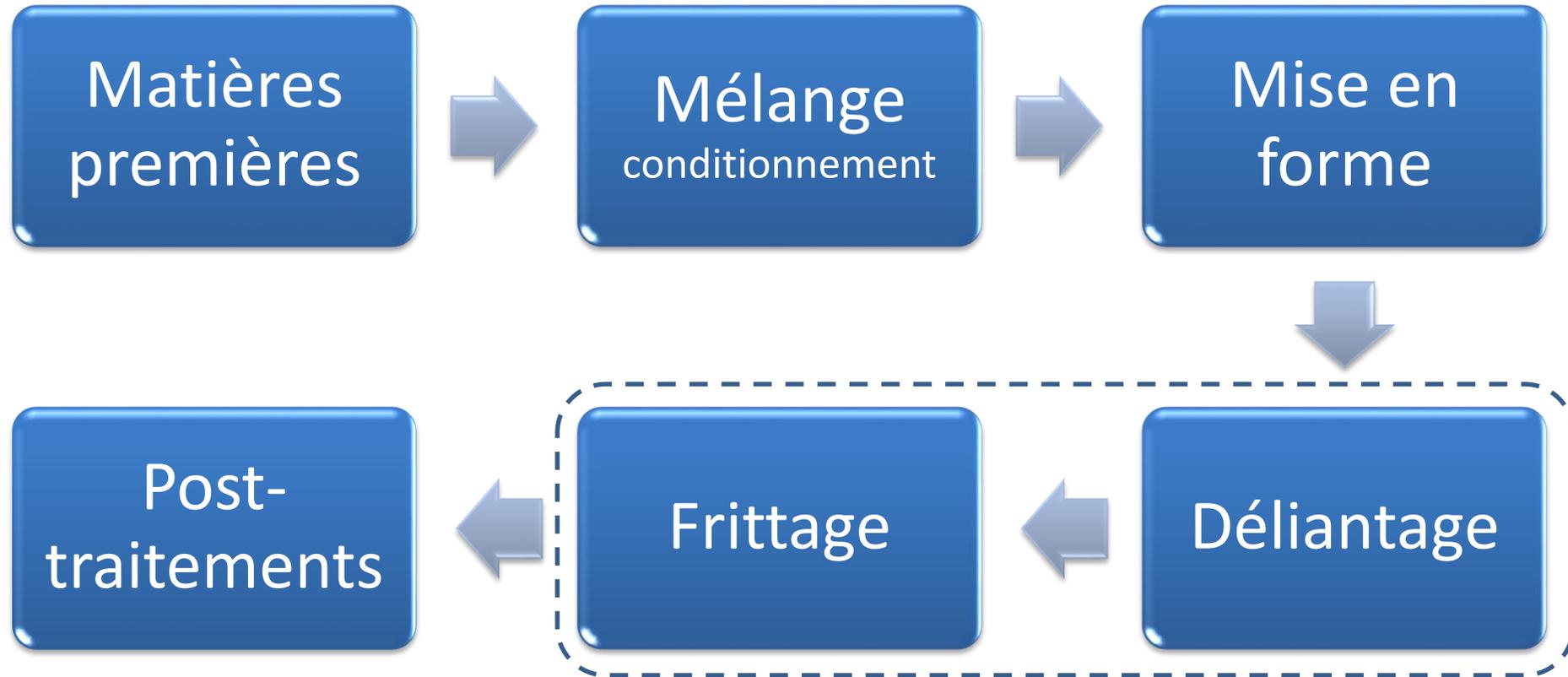


Technologies de frittage de la plateforme technologique du CRIBC

X. Buttol, G. Bister, J.-P. Erauw - CRIBC



FRITTAGE – une partie du process « céramique »



Déliantage thermique @ BCRC



40 litres ; 300 x 600 mm

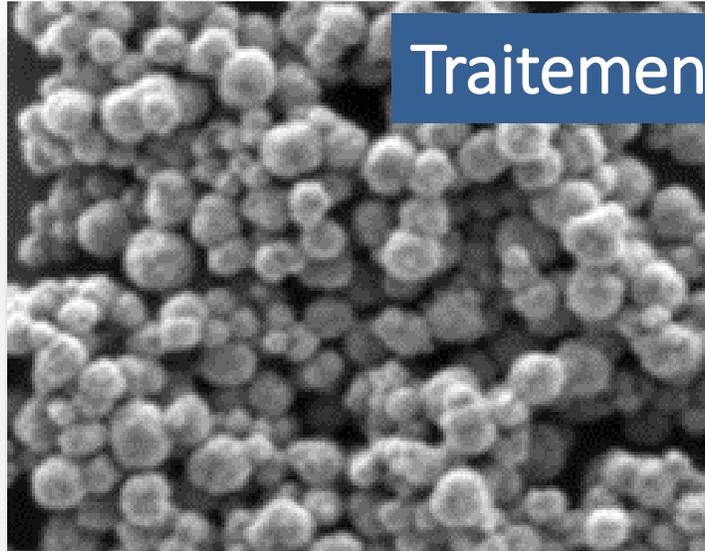
Air, Ar, N₂ ou H₂, vide

Vide primaire < 1.10⁻² mbar

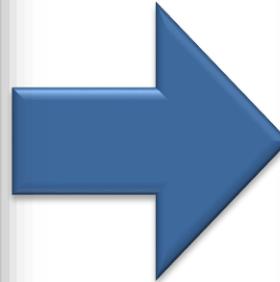
T_{max} = 1100°C (750°C vide)

Cycles → 30 segments (Vac or gaz)

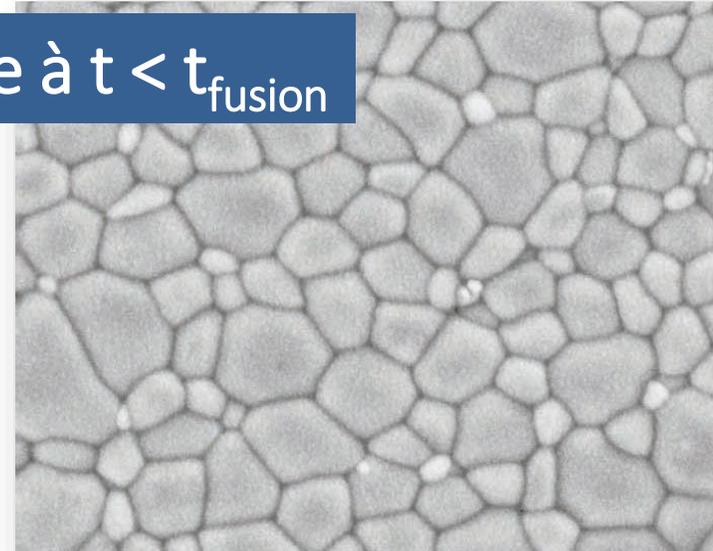
COMPACT PULVERULANT



Traitement thermique à $t < t_{\text{fusion}}$

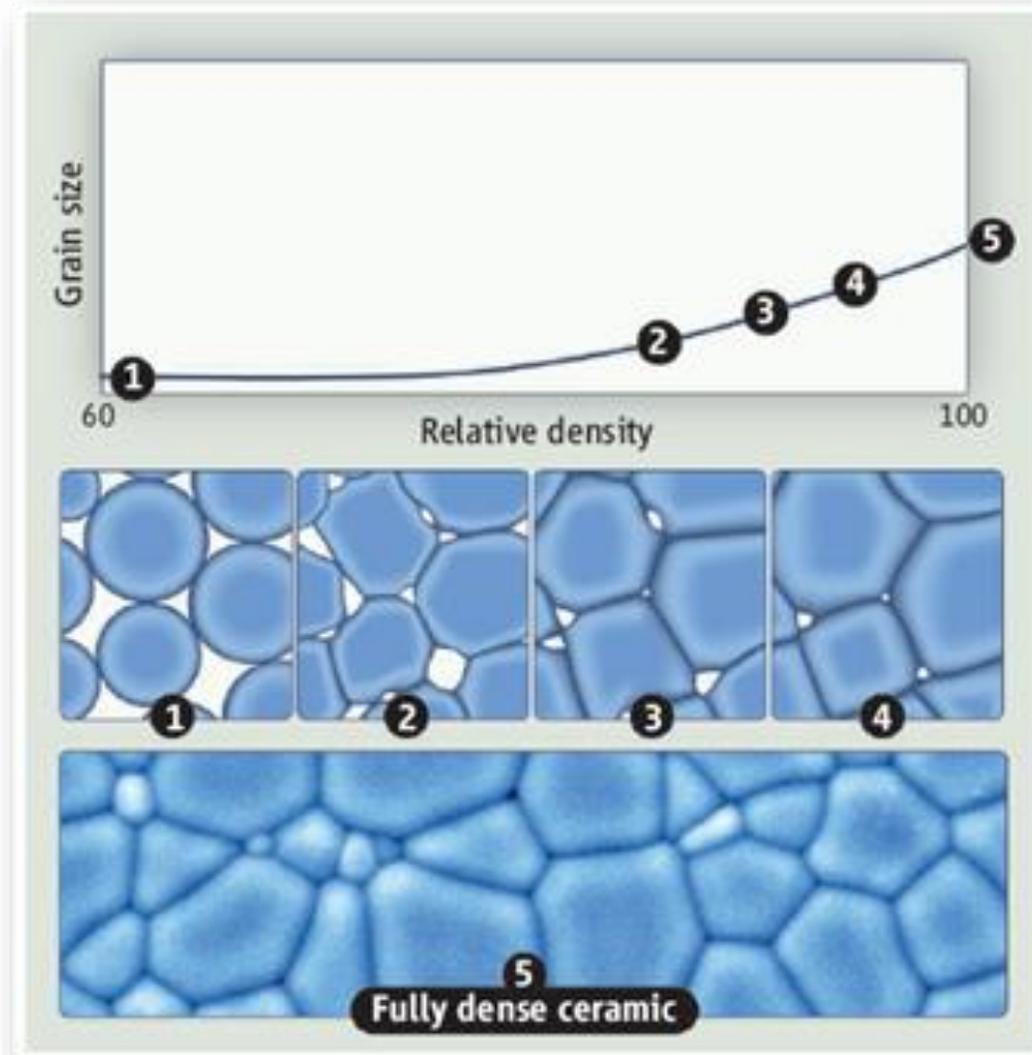


MATERIAU COHERENT

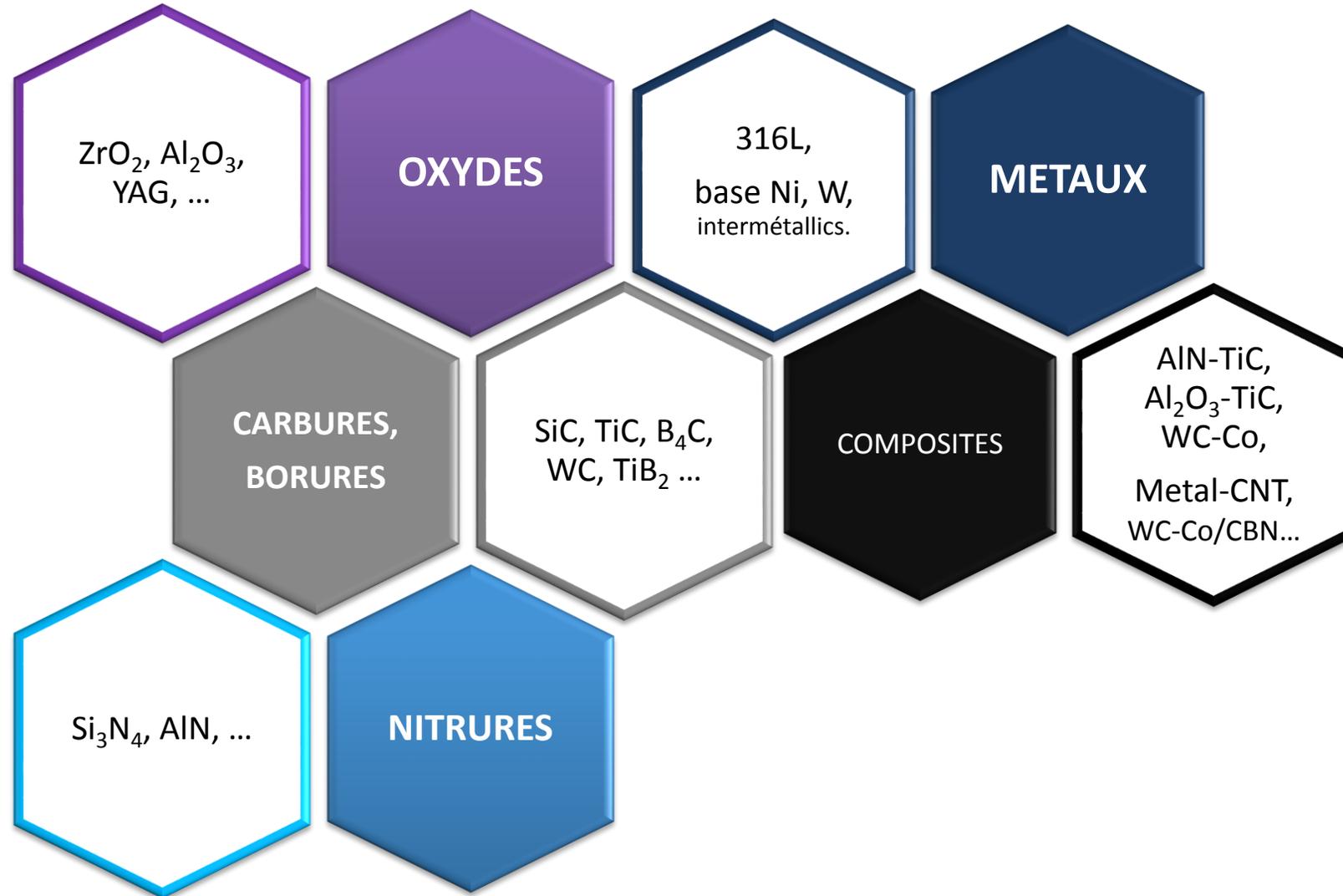


Diminution de la porosité

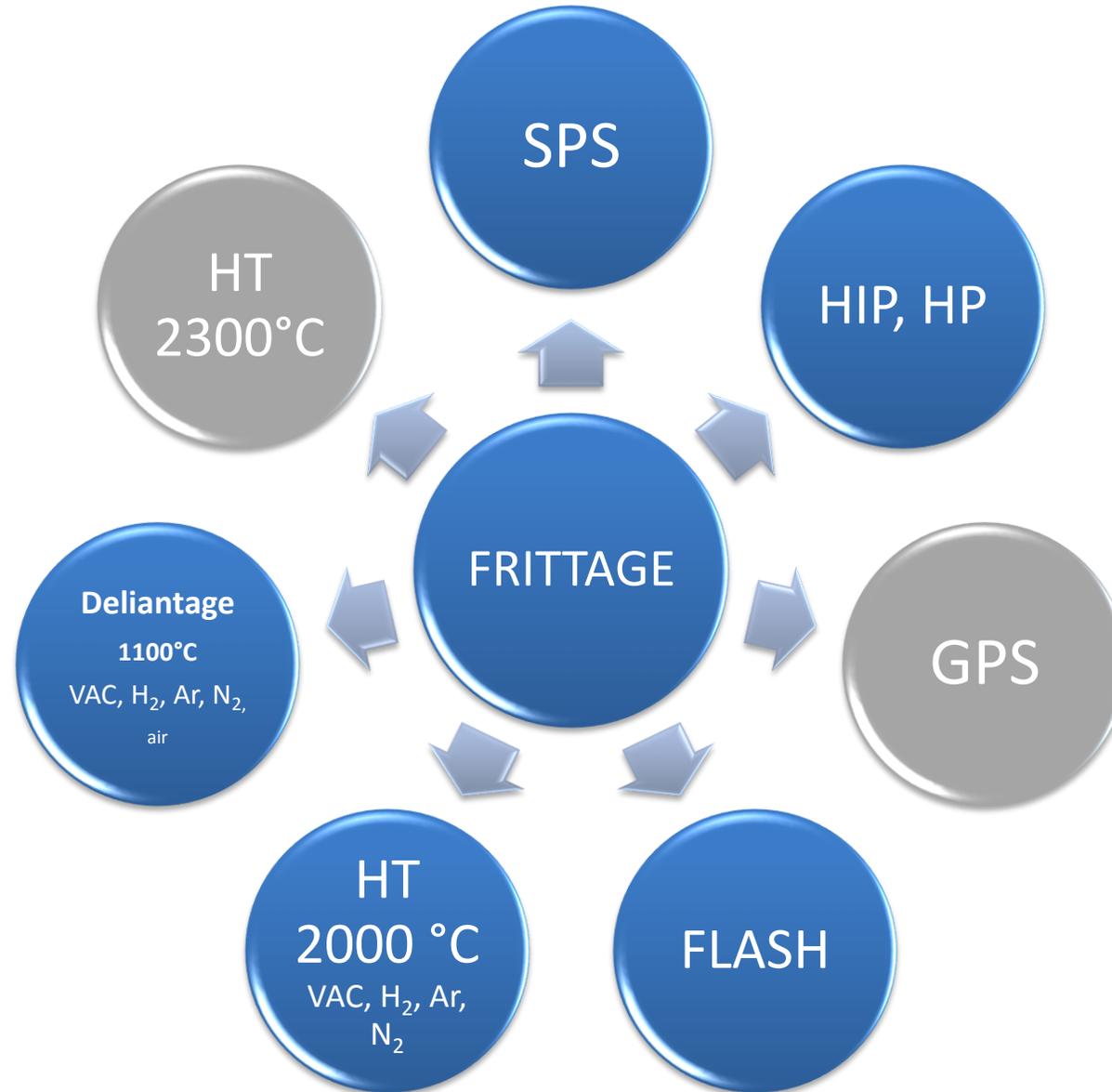
Maîtriser les retraits
Maîtriser les distorsions



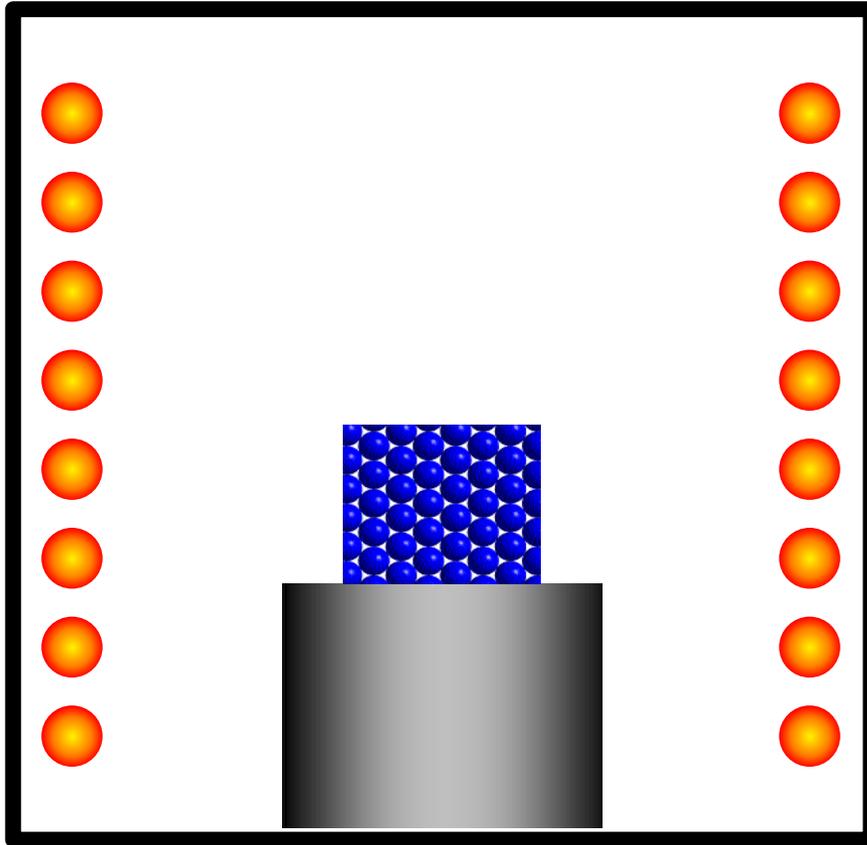
G. Messing et al., Science 322 (2008) 383



FRITTAGE au CRIBC - Plateforme



1. Frittage naturel



1. Frittage naturel



$T_{\max} = 2000^{\circ}\text{C}$ (W elements)
max : $20^{\circ}\text{K}/\text{min}$

9 liters ; 230 x 230 mm

Ar, N₂, H₂, vide

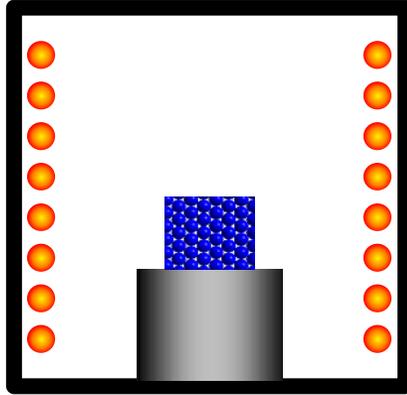
vide prim. $< 5 \cdot 10^{-3}$ mbar

Vide sec. $< 5 \cdot 10^{-5}$ mbar

Cycles \rightarrow 20 segments

Pas de déliantage !!!

1. Frittage naturel

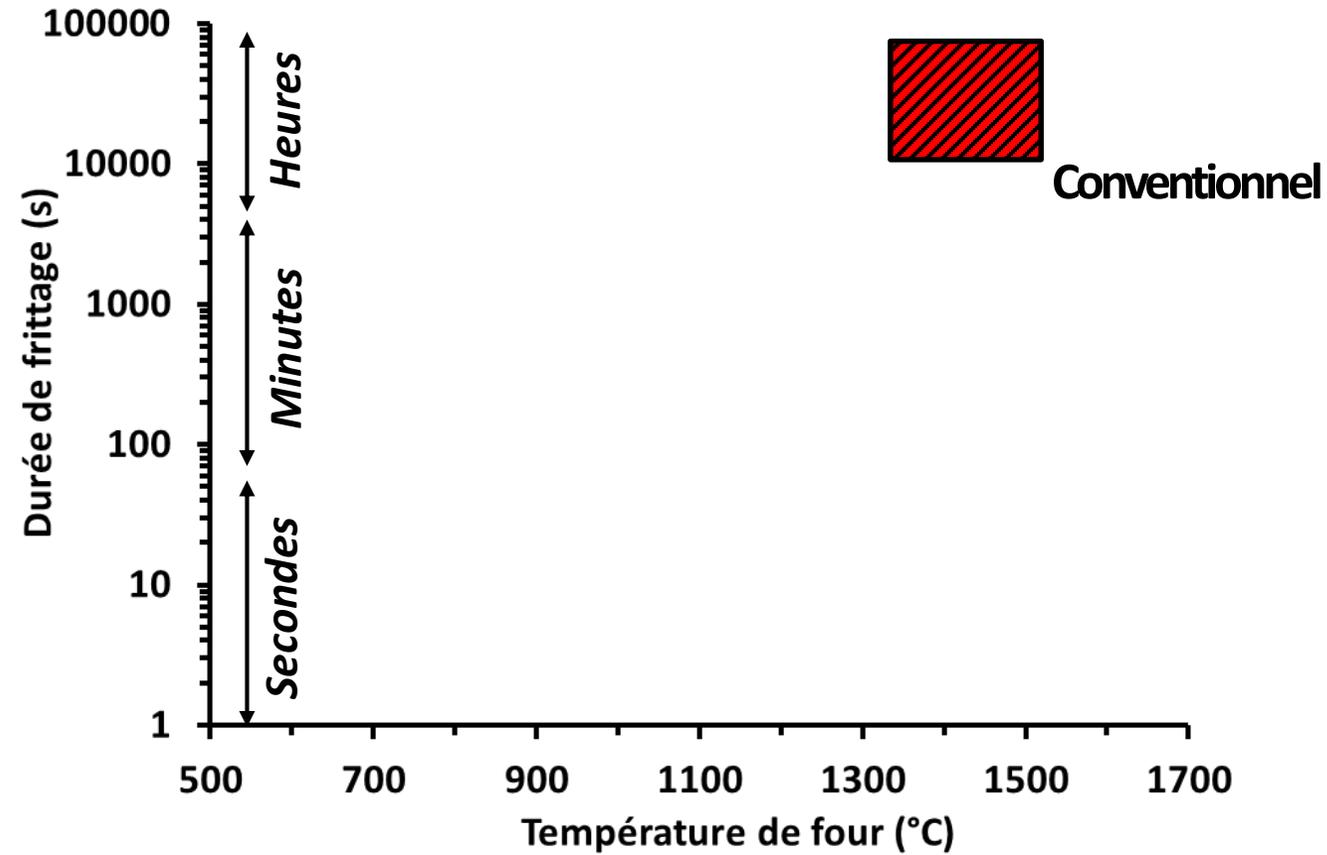


- Economique
- batch ou continu
- Atmosphère contrôlée ou non
- Pièces complexes



- Long (plusieurs heures)
- Porosité possible
- Peu adapté pour certains matériaux

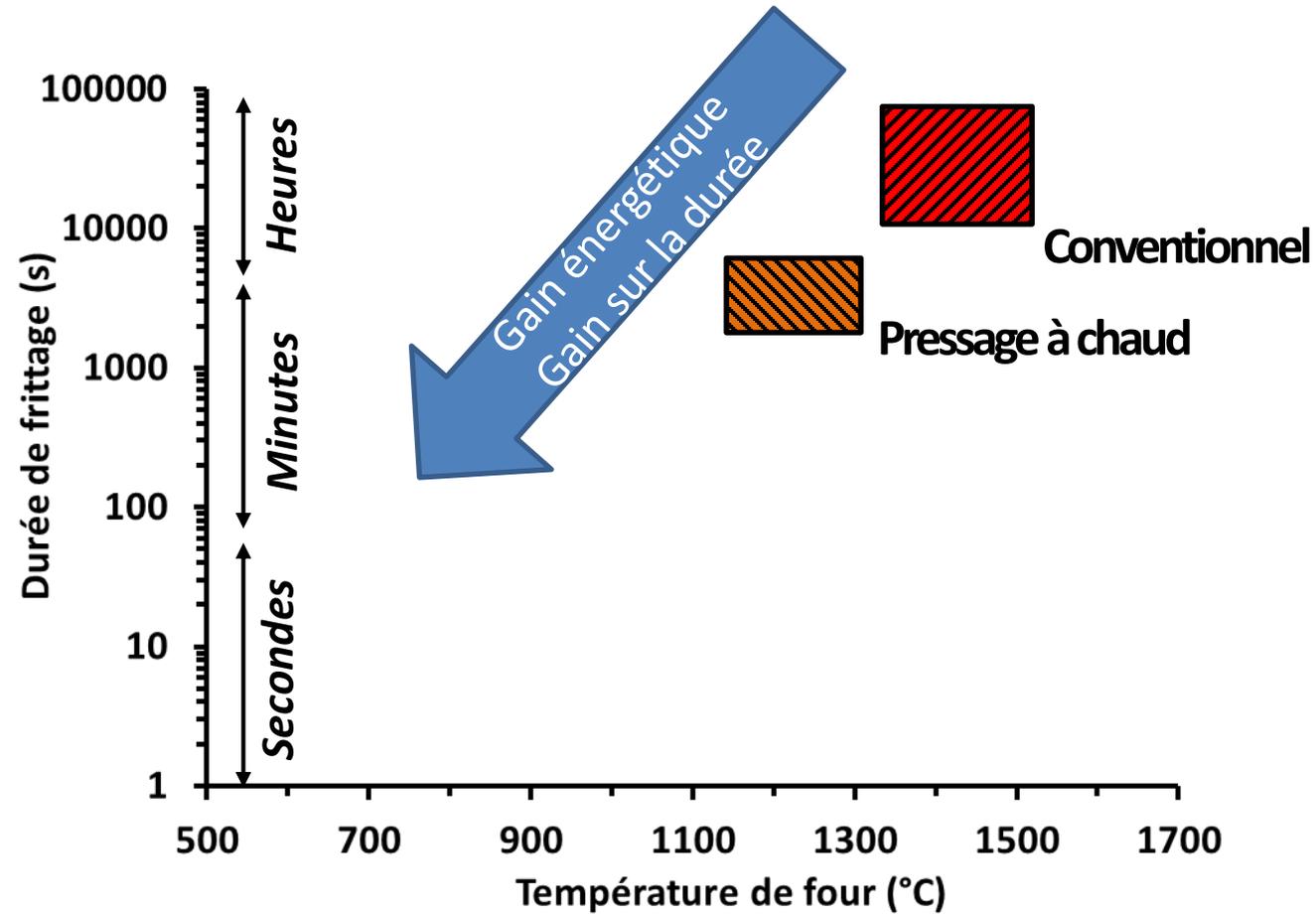
1. Frittage naturel



Inspiré de Marco Cologna & Rishi Raj, Univ. of Colorado.

2. Frittage assisté mécaniquement

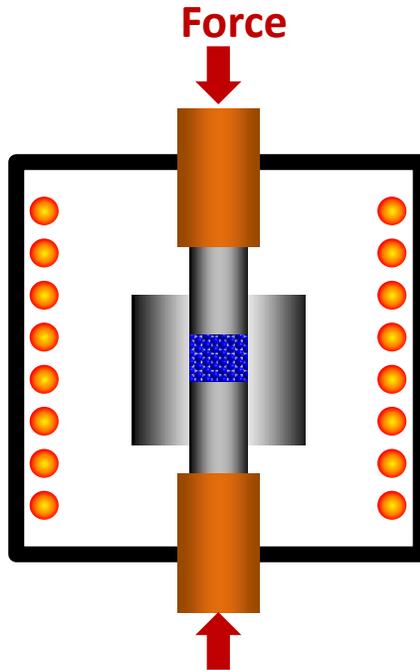
Gain d'énergie via application d'une charge



Inspiré de Marco Cologna & Rishi Raj, Univ. of Colorado.

2. Frittage assisté mécaniquement

A) Contrainte uniaxiale = presse à chaud = Hot Pressing



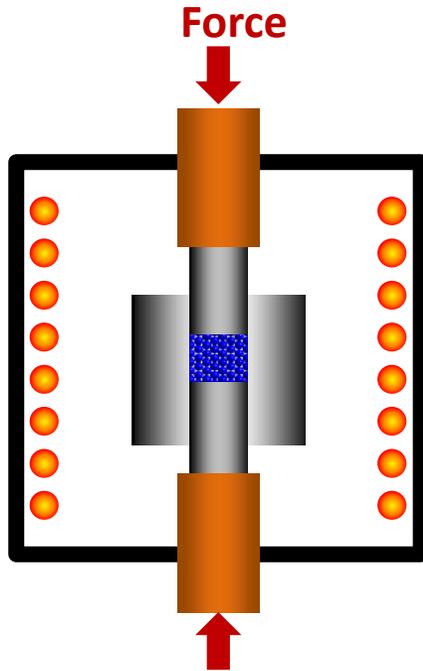
- Réduction de la durée de cycle (quelques h)
- Diminution des températures
- Elimination (totale) de la porosité
- Elargissement de la palette de matériaux



- Procédés batch
- Limitations géométriques

2. Frittage assisté mécaniquement

A) Contrainte uniaxiale = presse à chaud = hot pressing

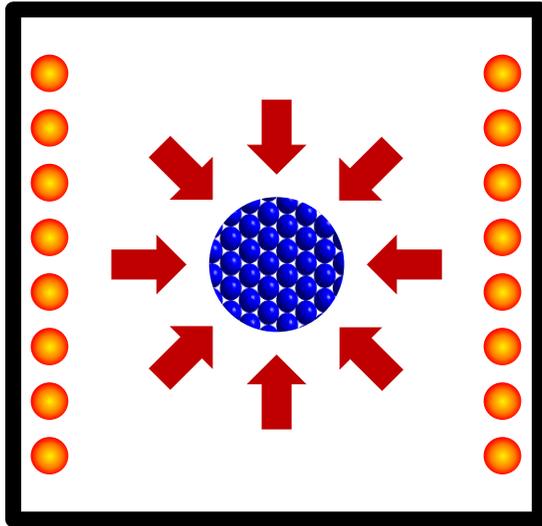


- 2200°C max
- 100 kN
- N₂, Ar, vide
- Four graphite

2. Frittage assisté mécaniquement

B) Isostatique = presse isostatique à chaud = Hot Isostatic Pressing

Pression



- Réduction de la durée de cycle (quelques h)
- Diminution des températures
- Elimination (totale) de la porosité
- Elargissement de la palette de matériaux

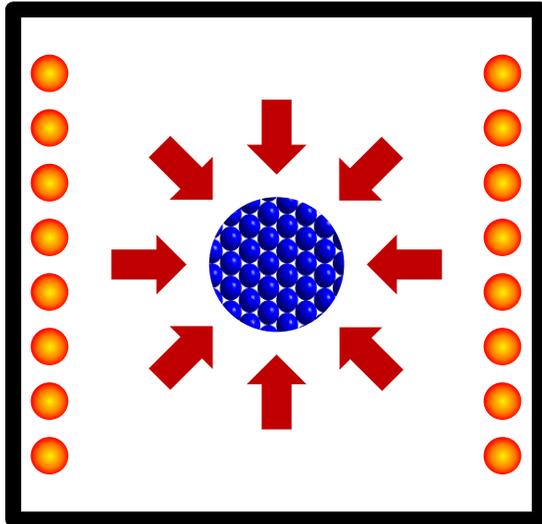


- Procédés batch
- Etapes complémentaires (encapsulation)

2. Frittage assisté mécaniquement

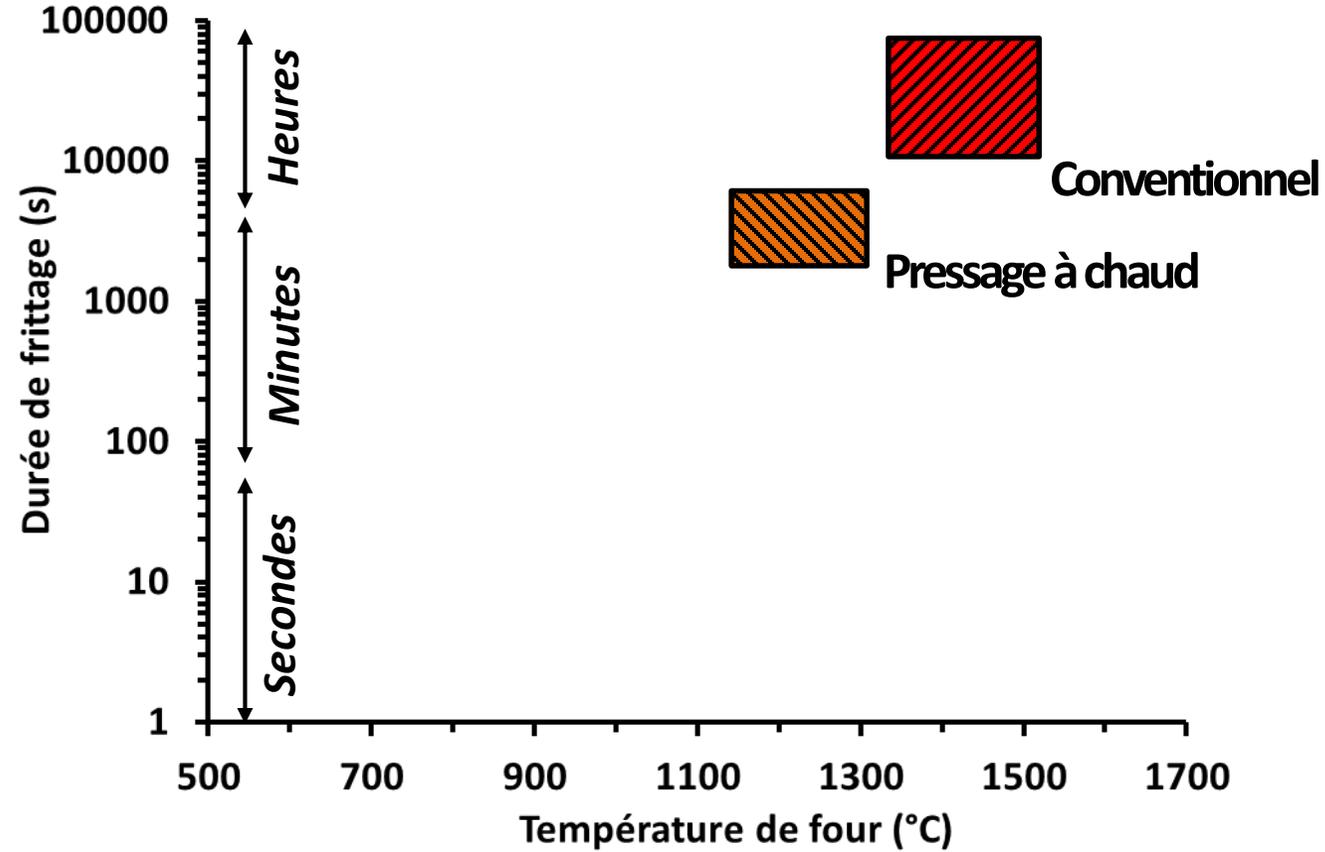
B) Isostatique = presse isostatique à chaud = Hot Isostatic Pressing

Pression



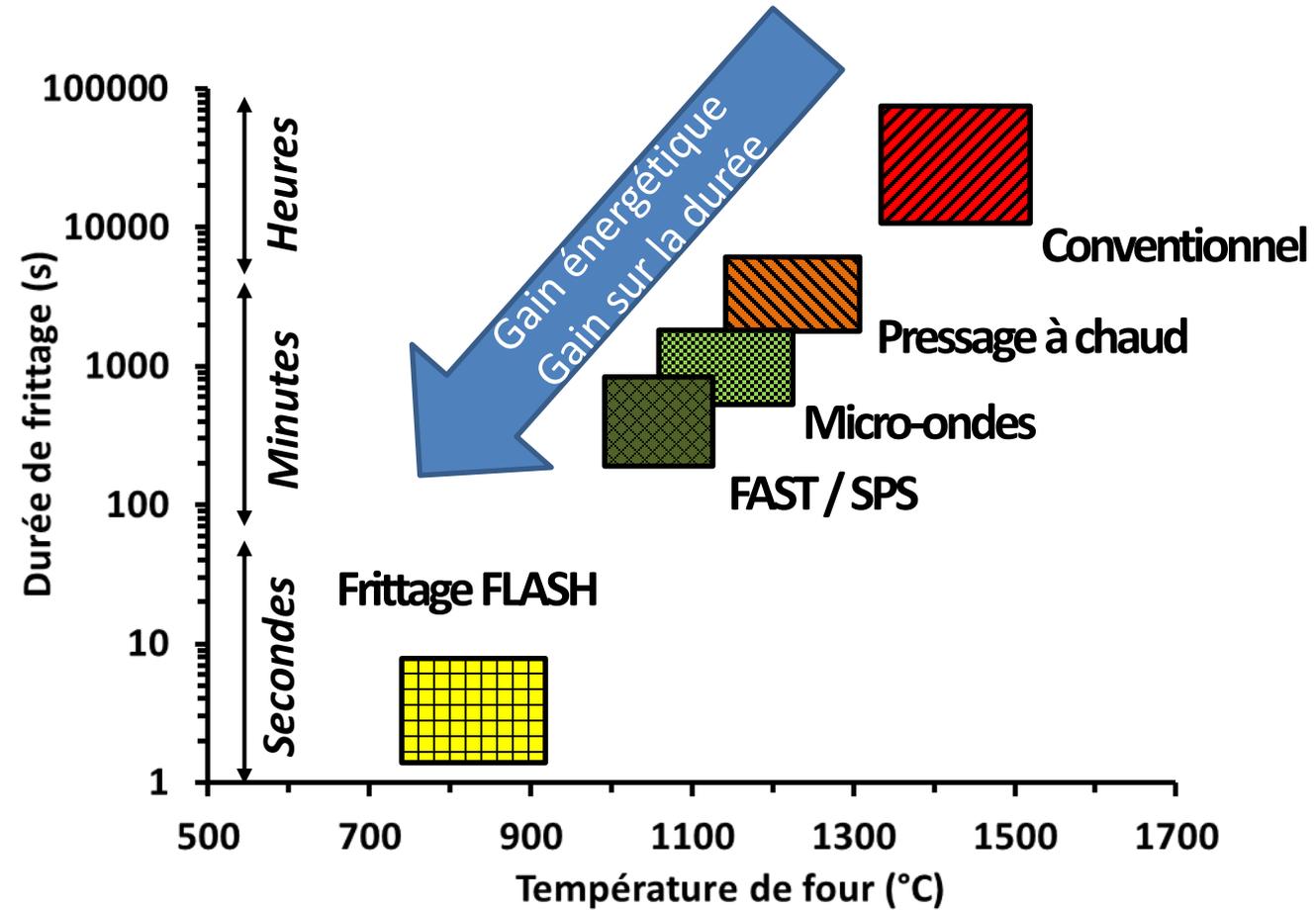
Four	h [mm]	Ø [mm]	ATM	P [Mpa]	T ° max [°C]
C	80	50	N2, Ar	0 – 30	1750
				30 – 200	2000
Pt	80	60	N2, Ar	5 – 50	1000
			Ar/O ₂ (80/20)	50 – 200	1450

Frittage assisté mécaniquement

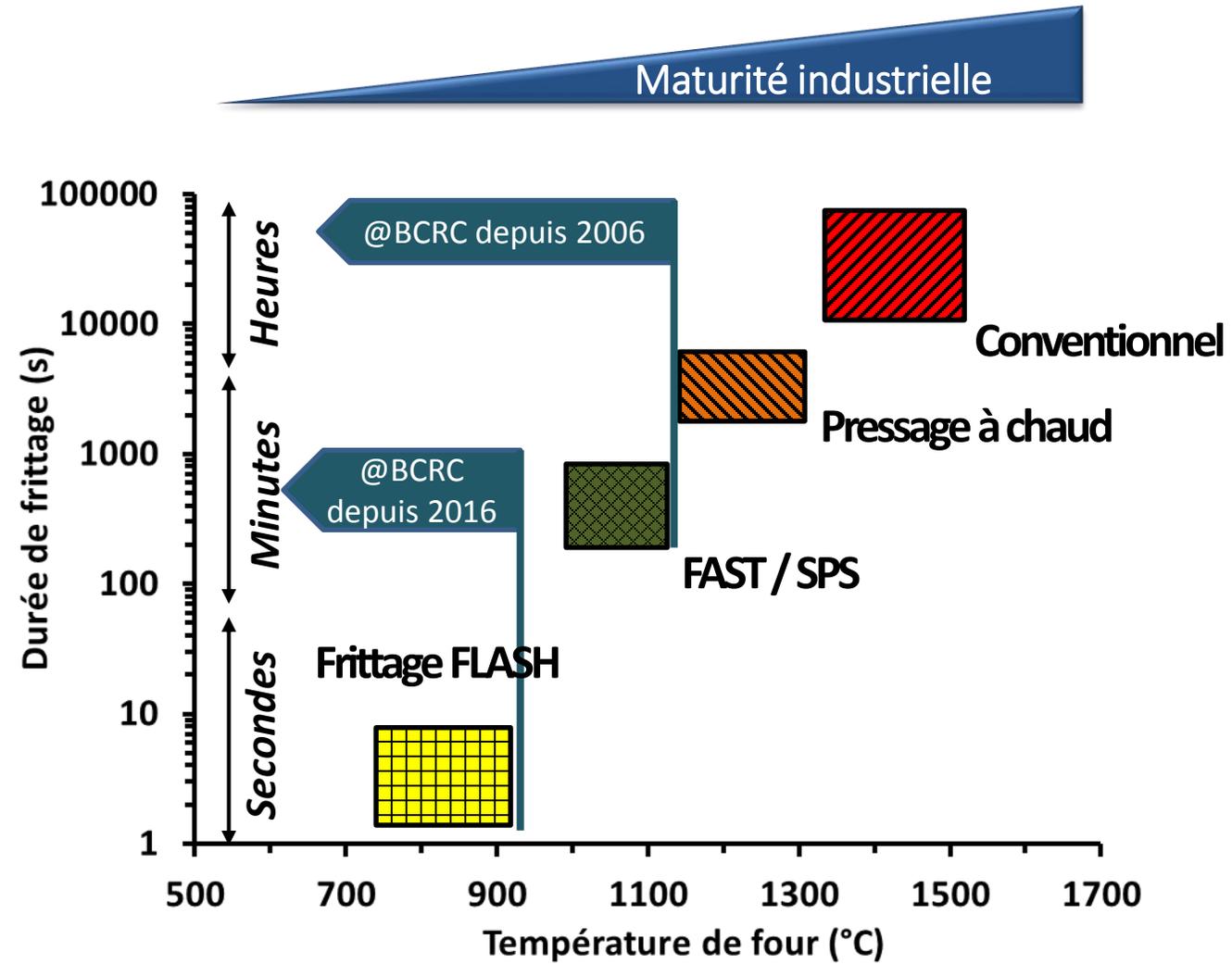


Inspiré de Marco Cologna & Rishi Raj, Univ. of Colorado.

Modification du mode de chauffe

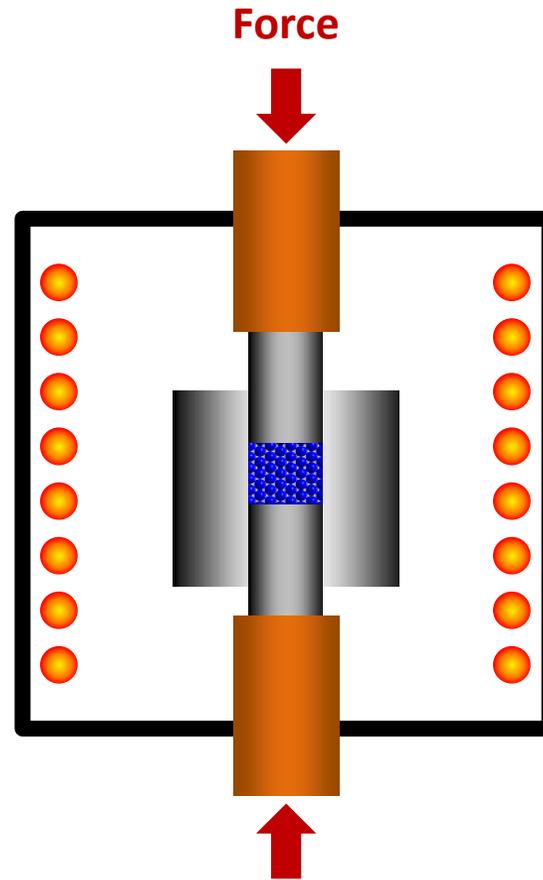


Inspiré de Marco Cologna & Rishi Raj, Univ. of Colorado.

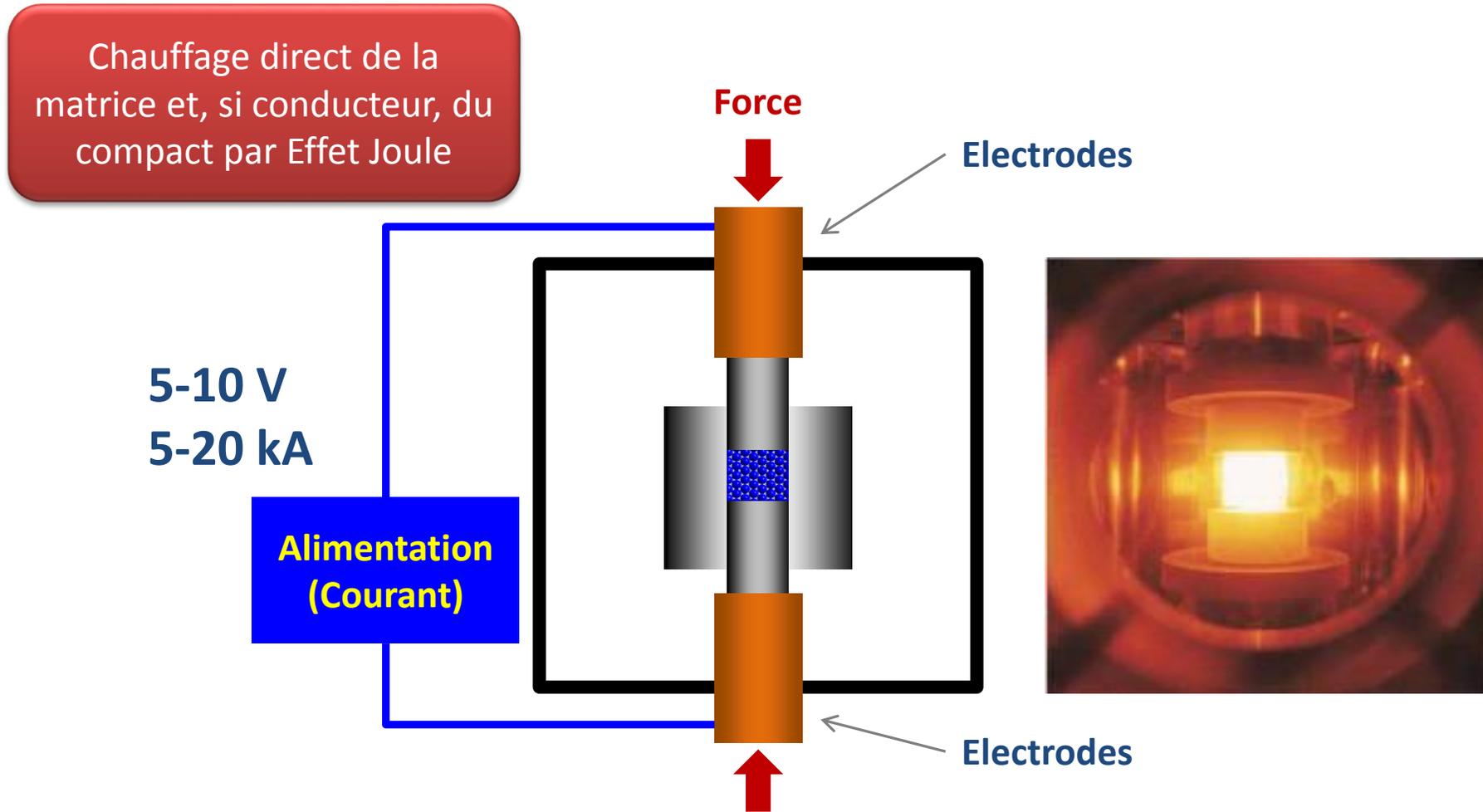


Inspiré de Marco Cologna & Rishi Raj, Univ. of Colorado.

3. Spark Plasma Sintering

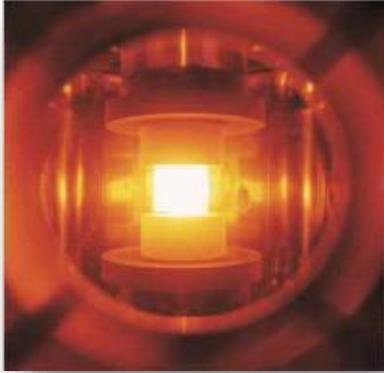


3. Spark Plasma Sintering



Source FCT Systeme

3. Spark Plasma Sintering - Avantages



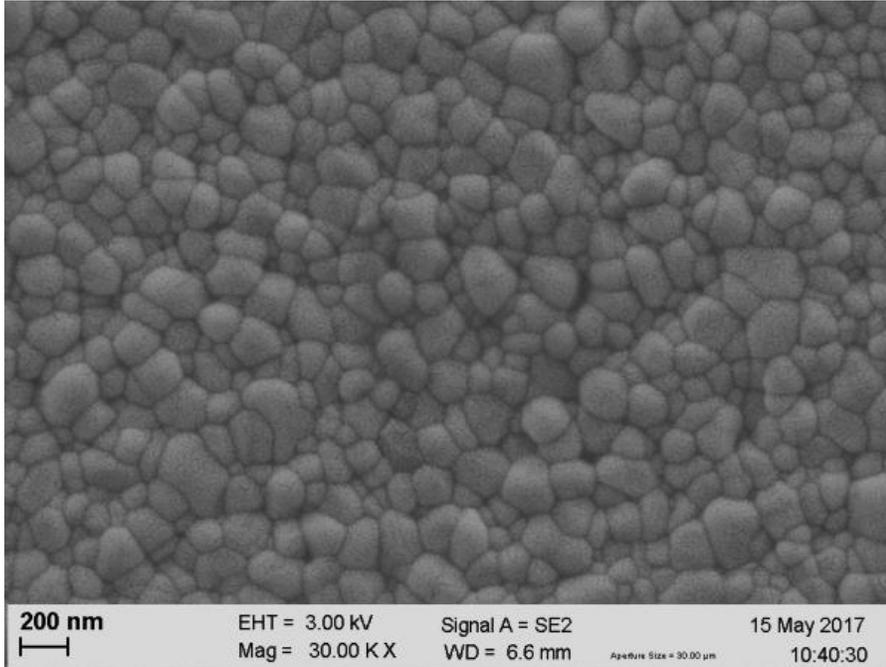
- Large gamme de matériaux
- Matériaux difficiles à fritter (carbures, borures, ...)
- Cycles thermiques très courts
- Températures de frittage plus basses (sous charges)
- Réduction de la consommation d'énergie
- Maintien de l'intégrité des phases présentes
- Contrôle de la microstructure (nanomatériaux,..)



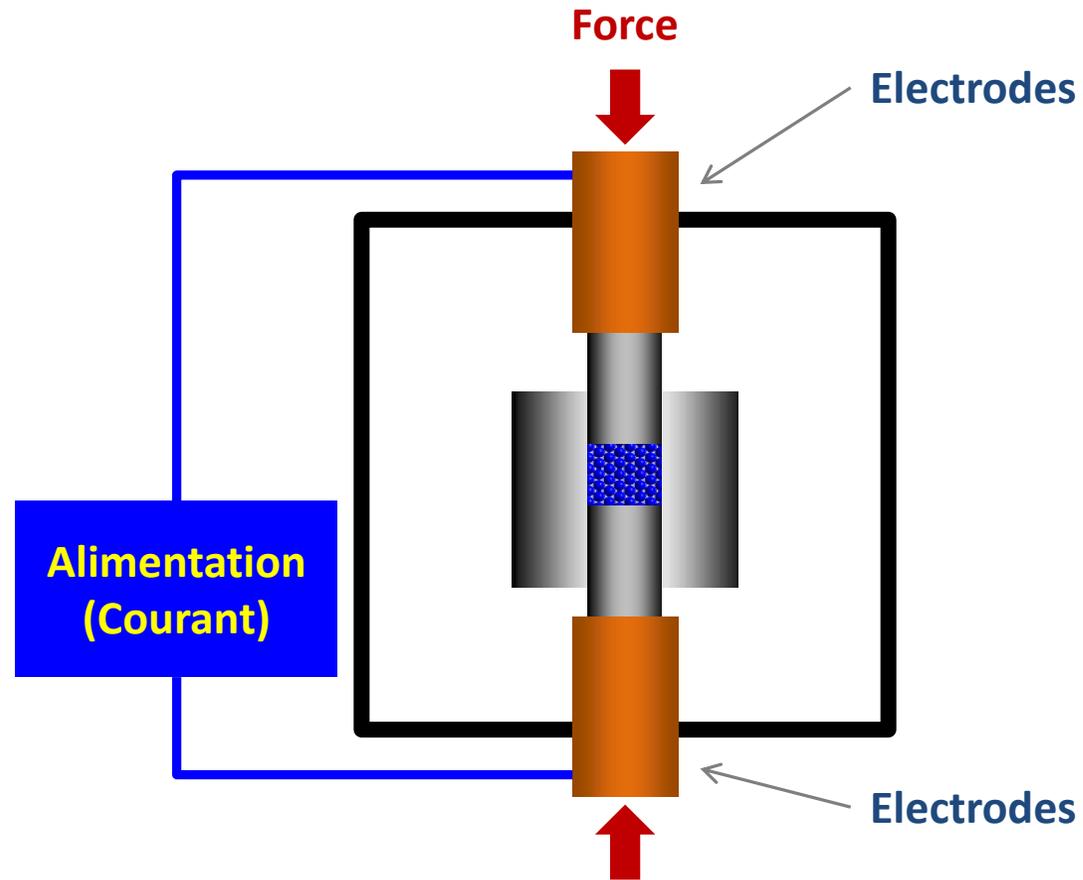
- Limitations géométriques
- Pièces de géométries simples
- Productivité : procédé Batch
- Hétérogénéités visibles (essentiellement sur les grandes pièces)

3. Spark Plasma Sintering - Avantages

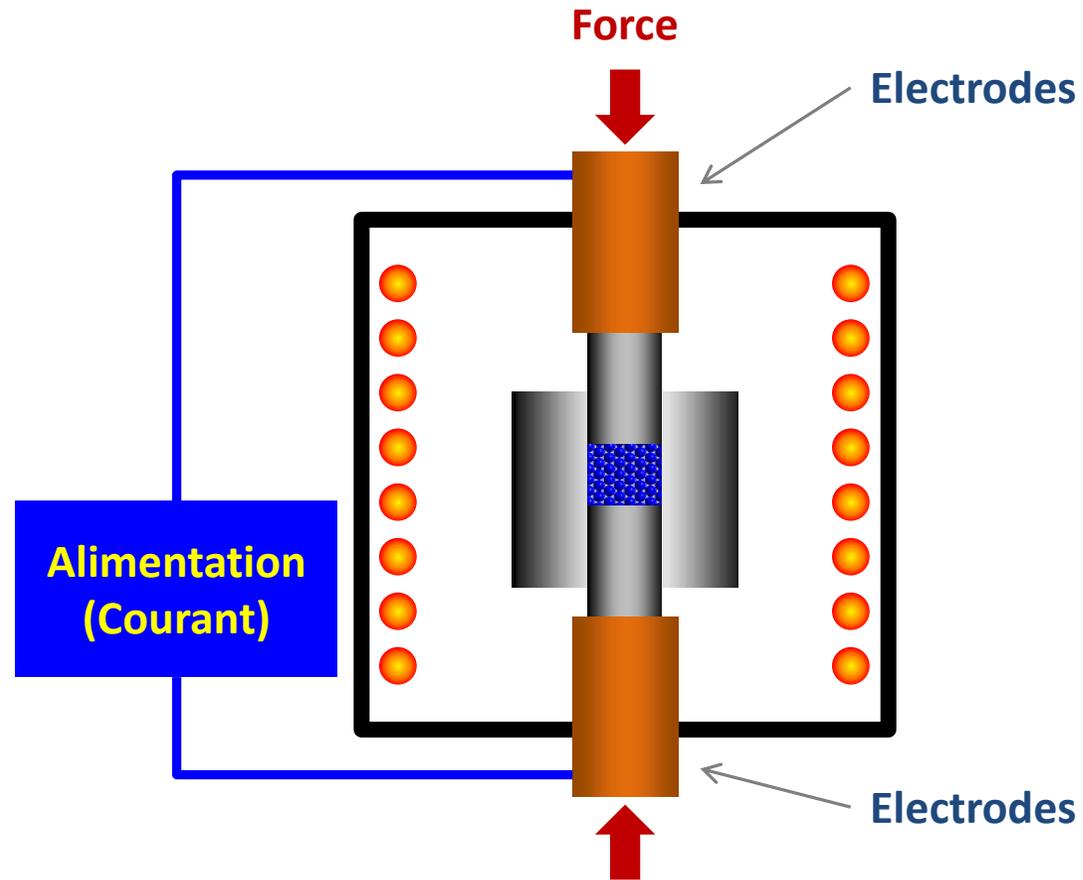
Exemple



Zircone stabilisée	90 nm D ₅₀
T°palier	1250°C
Temps de palier	5 min
Vitesse de chauffe	200 °C/min
Charge appliquée	40 MPa
Diamètre d'échantillon	40 mm

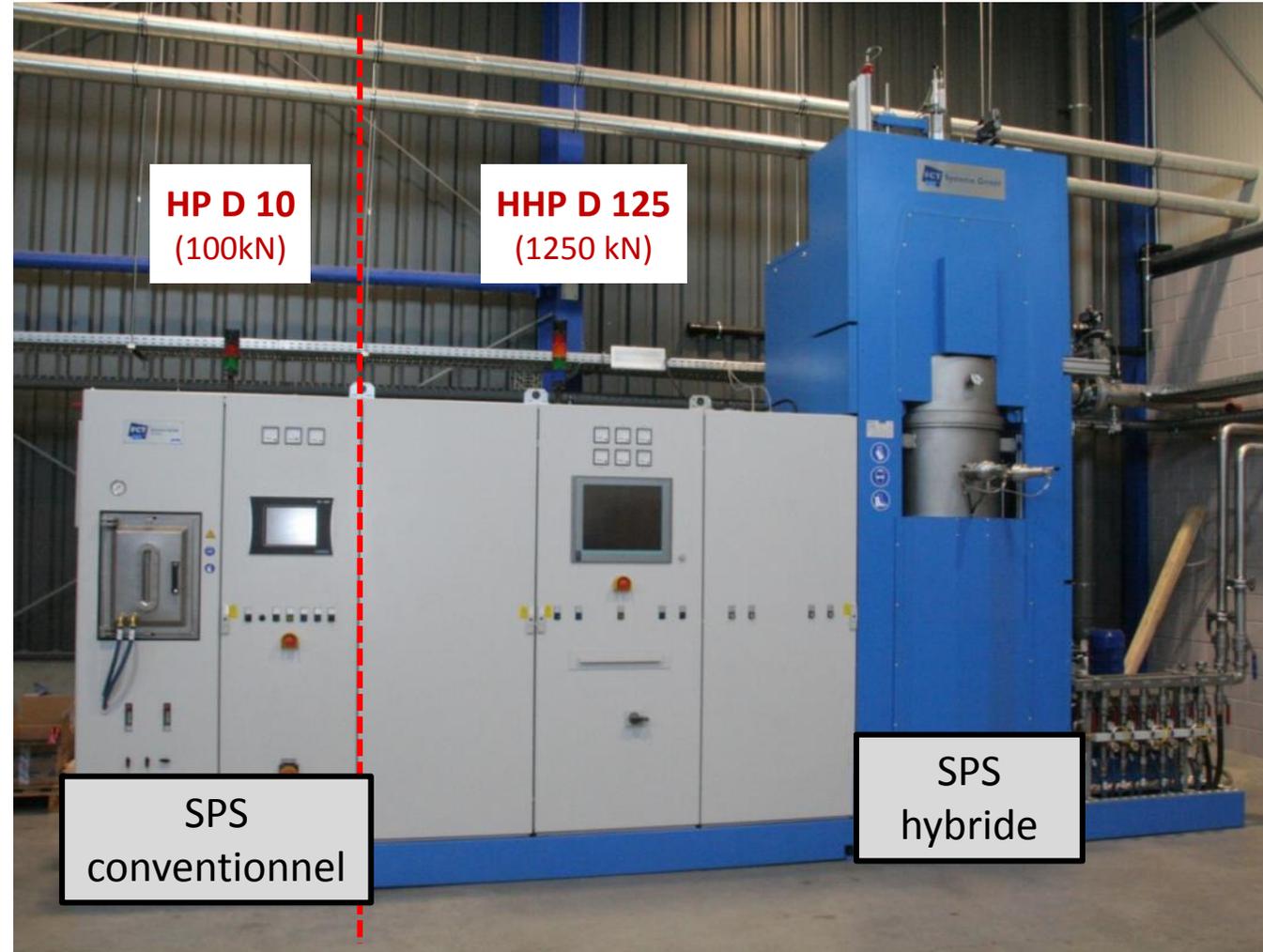


Chauffage hybride



Source FCT Systeme

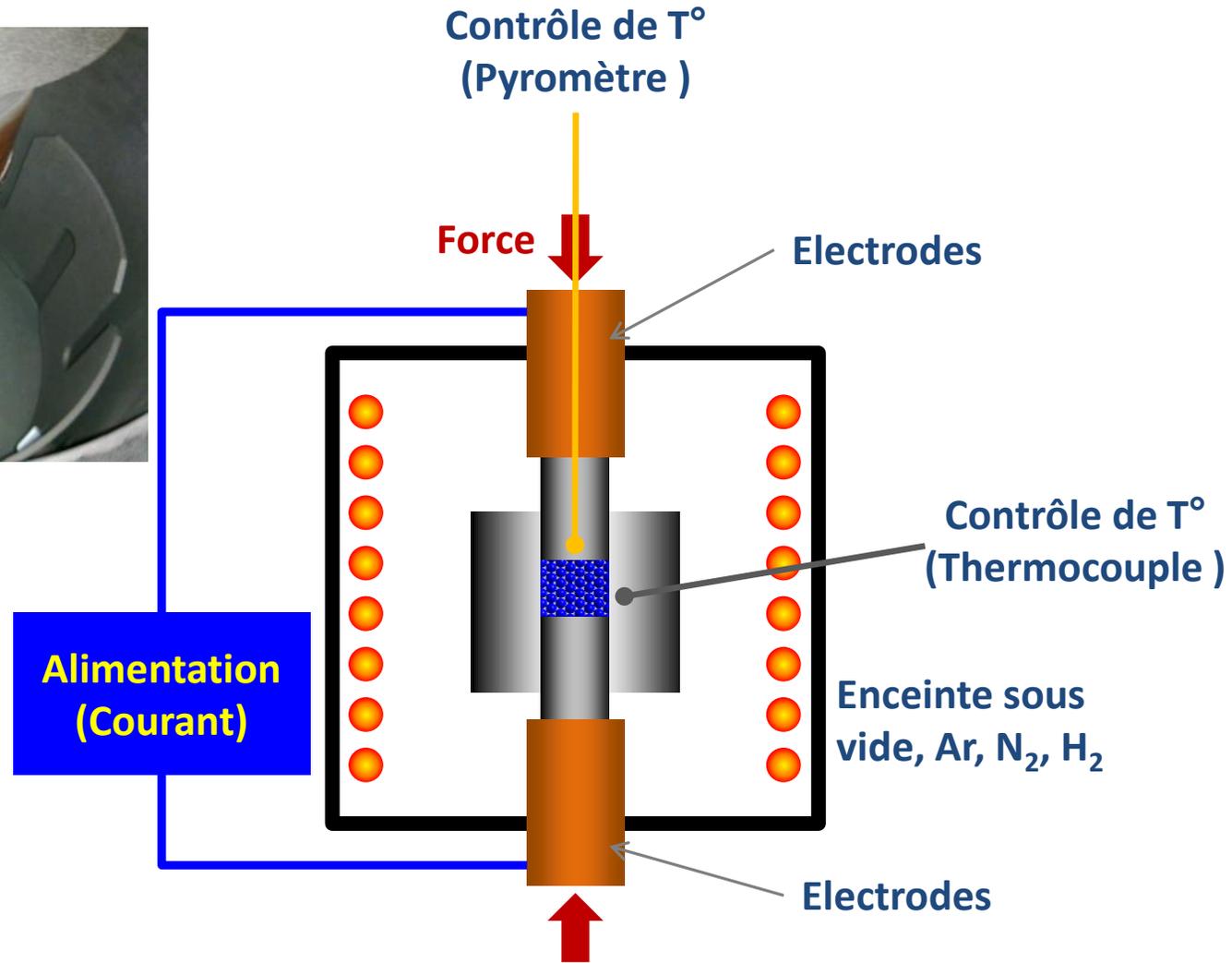
Twin-Hybrid system - HHP D 125-SP (FCT Systeme GmbH)

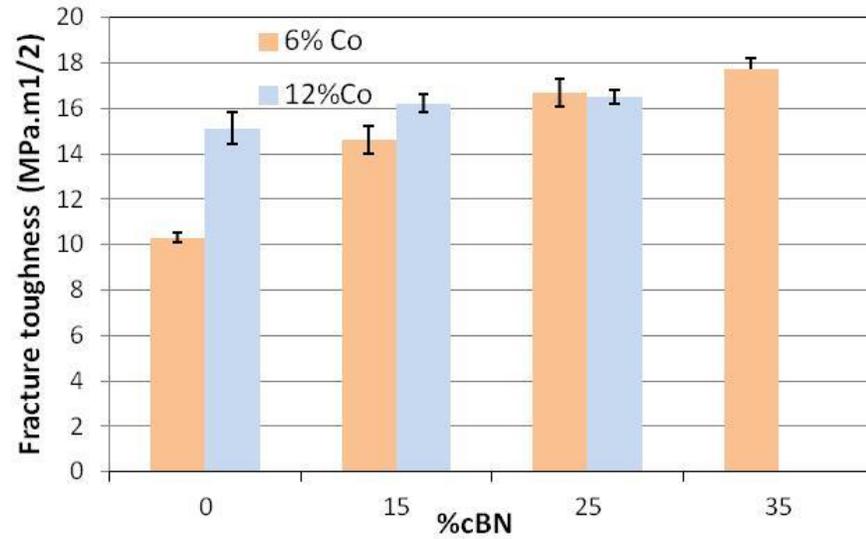


Twin-Hybrid system - HHP D 125-SP (FCT Systeme GmbH)

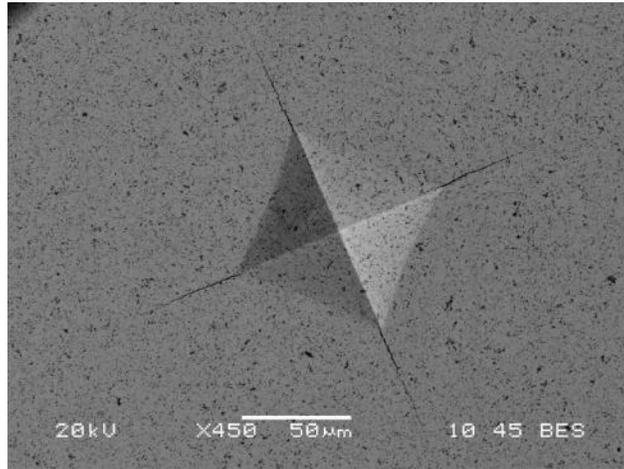
Données techniques	HP D 10	H HP D125
Force (kN)	2 ... 100	16 ... 1250
Ø échantillons (mm)	20 ... 60	80 ... 150
t°max (°C)	2200	2200
Rampe max (°K/min)	1 ... 400	1 ... 400
Atmosphere (mbar)	0 / + 50 (pression rel.) (Ar, N ₂)	0 / + 50 (pression rel.) (Ar, N ₂)

Twin-Hybrid system - HHP D 125-SP (FCT Systeme GmbH)

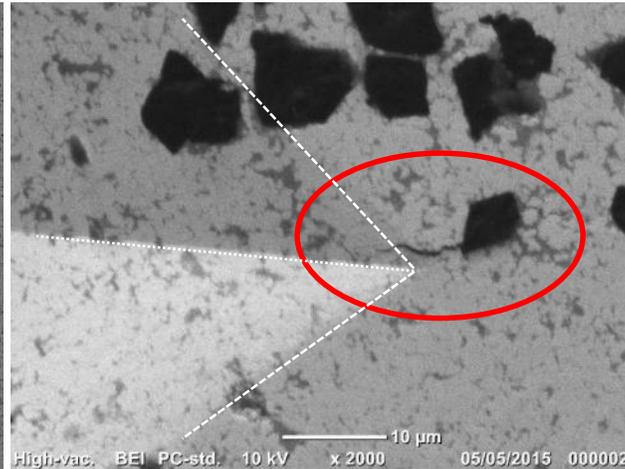




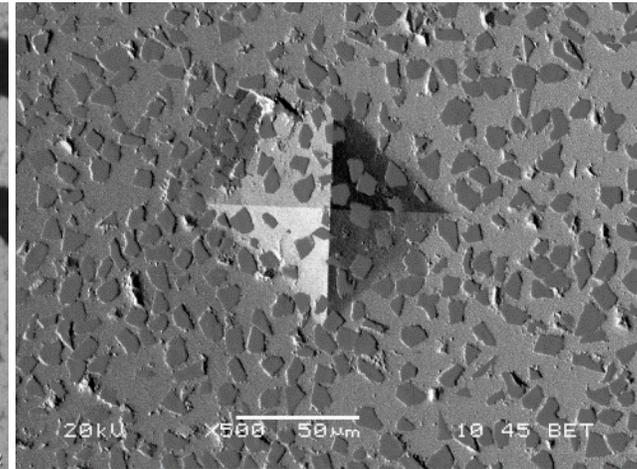
WC-Co-cBN



WC 6-0



WC 12-15



WC 12-35

Influence de la température

50 Mpa

100°C/min jusque 1050°C puis 10 °C/min

1450 ou 1500°C : 15 min

Transparent YAG

DRX- pure YAG



@ 1450°C → $\rho \sim 100\%$



@ 1500°C → $\rho \sim 100\%$

3.2. SPS @ BCRC – Matériaux

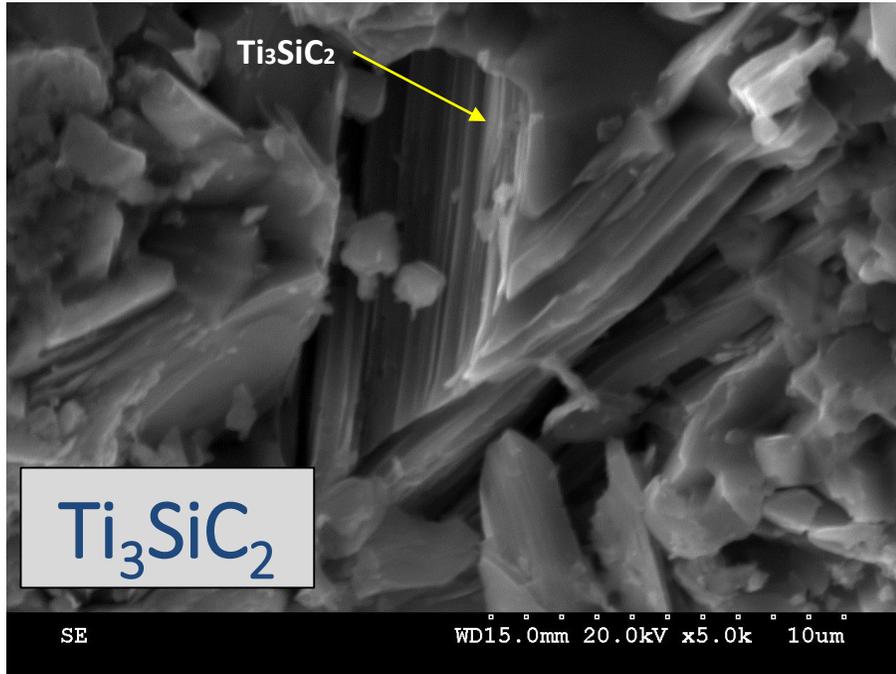


Intermétalliques (Fe₂VAl)

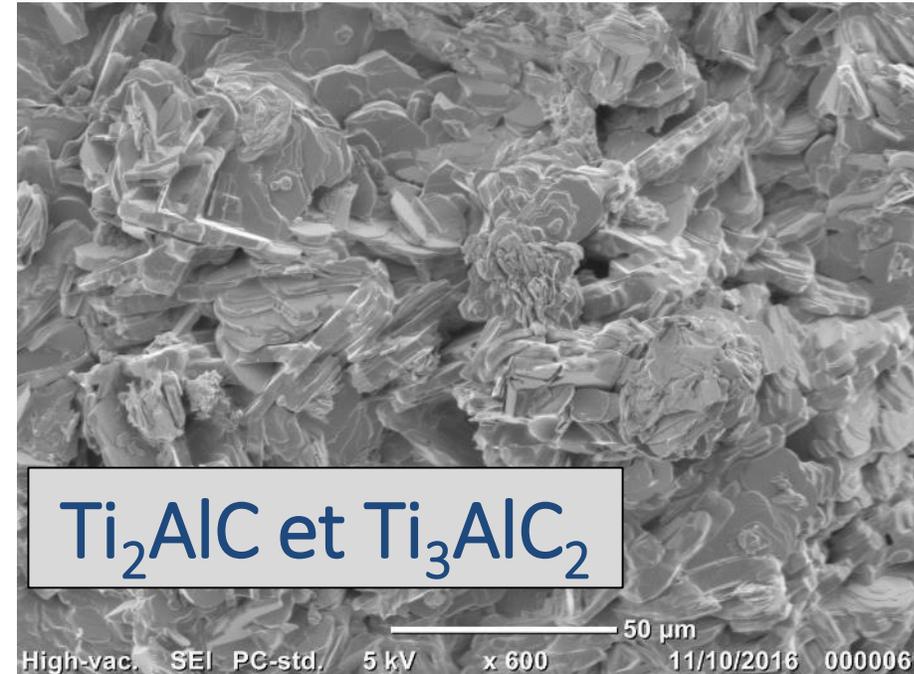
- $\rho > 99\%$ et homogène
- Frittage mode hybride
- cible PVD pour le dépôt de couches minces thermoélectriques

PHASES MAX

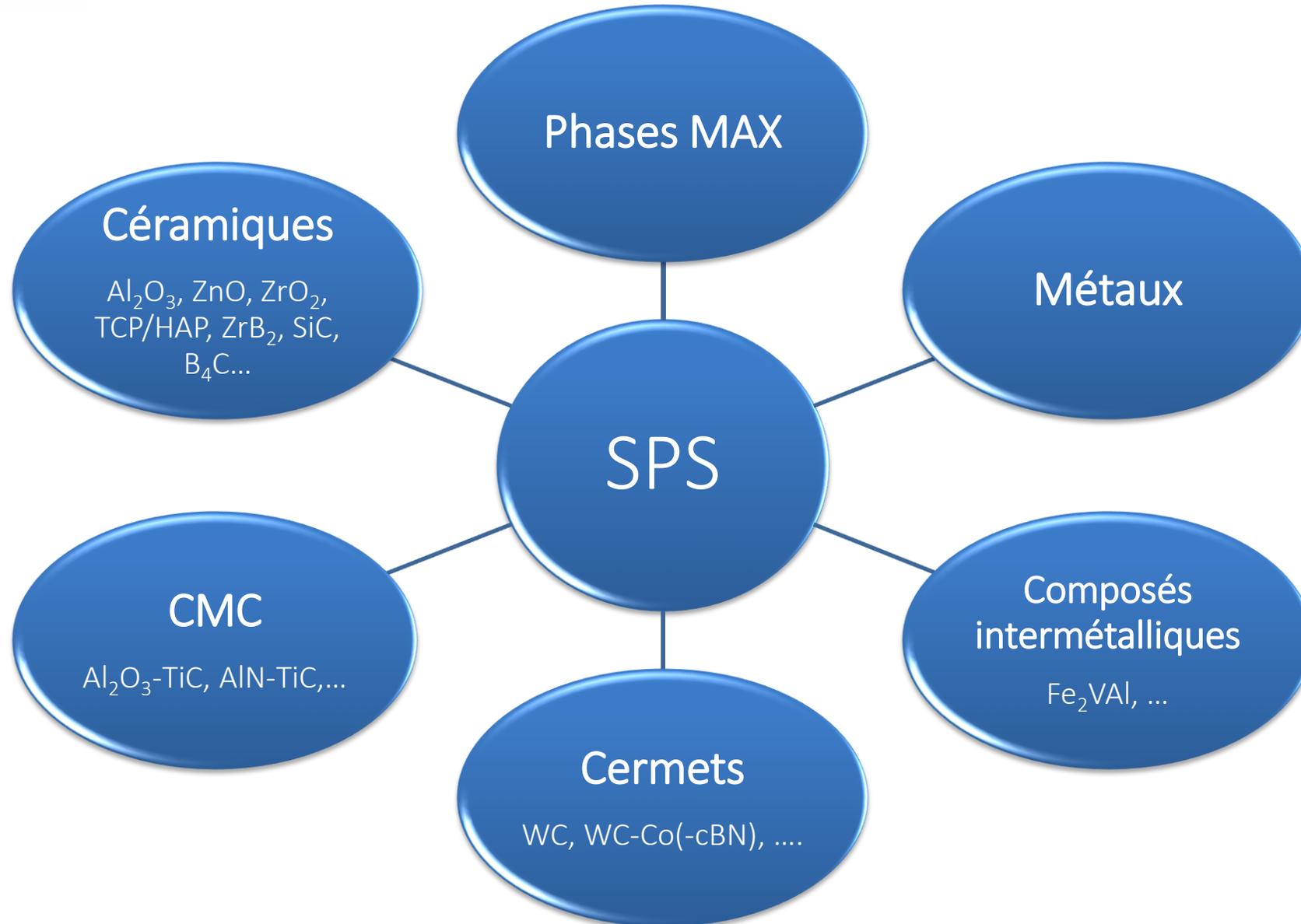
Massif par frittage réactif par SPS
@ 1500°C



Poudre par frittage réactif par SPS
@ 1350°C



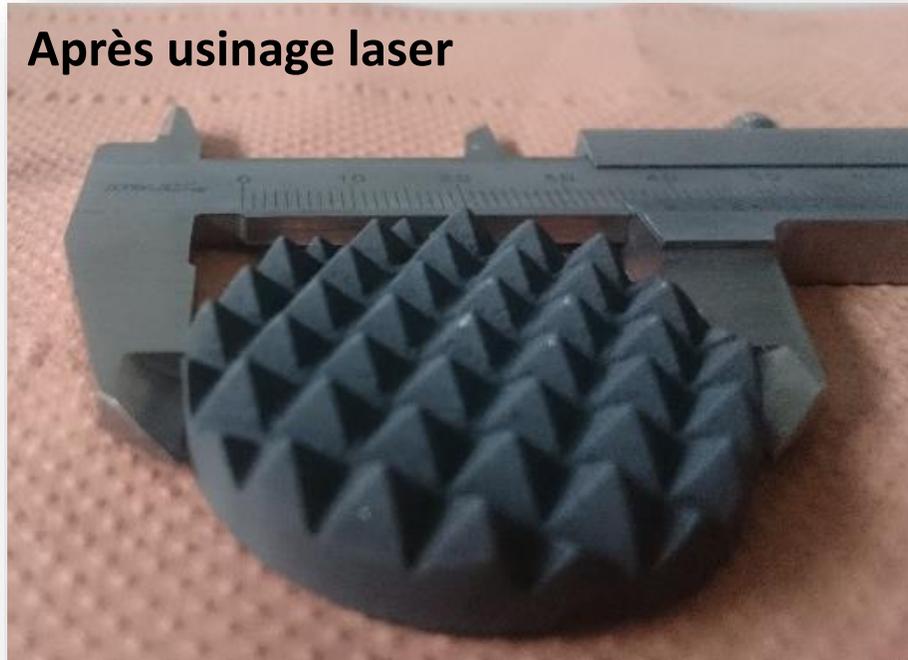
Mélange des phases 211 et 312



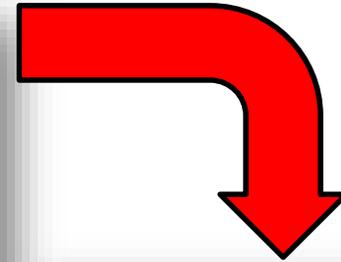
3.3. SPS @ BCRC – Formes complexes

WC-12%Co

1280°C – 20 min – 100 kN



Pièce « Boucharde »



$\rho = 13,96$ (97,6%)

3.3. SPS @ BCRC – Formes complexes

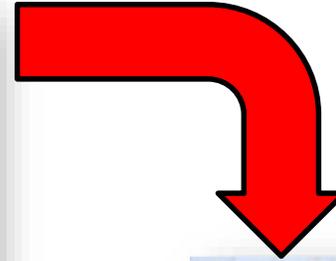
Alumine

Après usinage laser



Engrenage

1500°C – 10 min – 40 kN



Après frittage SPS

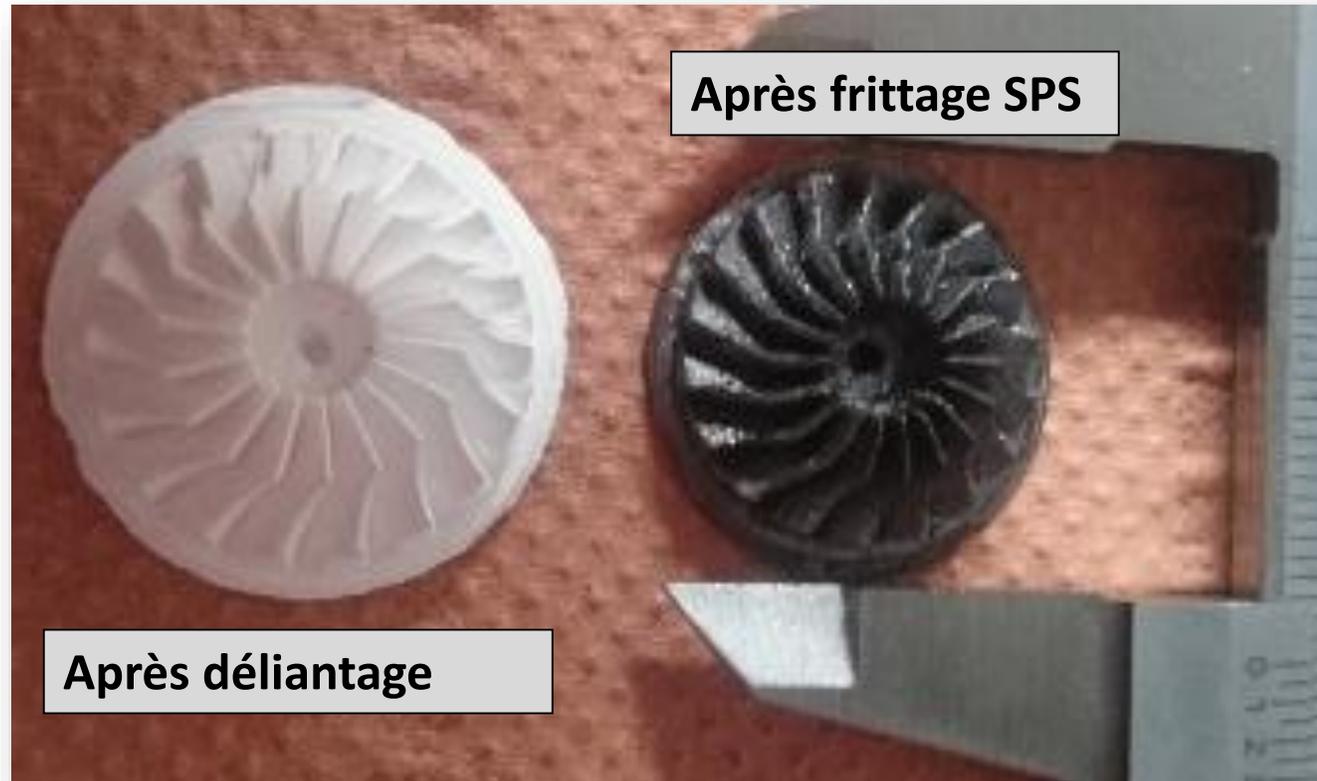


$\rho = 3,78$ (95,0%)

3.3. SPS @ BCRC – Formes complexes

Alumine

1600°C – 10 min – 3 kN



Turbine

$\rho = 3,78$ (95,0%)

	Frittage Naturel	Hot Pressing	Hot Isostatic pressing	SPS
Déliantage	Green	Red	Red	Red
Cycle rapide	Red	Yellow	Yellow	Green
Productivité	Green	Red	Yellow	Yellow
Densification	Yellow	Green	Green	Green
Matériaux « difficiles »	Red	Yellow	Yellow	Green
Formes complexes	Green	Red	Green	Yellow
CAPEX	Green	Yellow	Red	Red

Merci pour votre attention

Questions?



CRIBC (chef de file)

www.bcrc.be
Mons
+32 (0)65 40 34 34



Materia Nova

www.materianova.be
Mons
+32 (0) 65 55 49 02



LMCPA

UVHC-LMCPA

www.univ-valenciennes.fr
Maubeuge
+33 (0) 3 27 51 16 76



CRITT-MDTS

www.critt-mdts.com
Charleville-Mézières
+33 (0) 3 24 37 89 89



Matikem

www.matikem.com
Villeneuve d'Ascq
+ 33 3 61 76 02 45



POM Oost-Vlaanderen

Gent
+32 (0) 9 267 86 33



Wallonie



TECHNOLOGY TO FABRICATION

Des technologies vers l'application industrielle

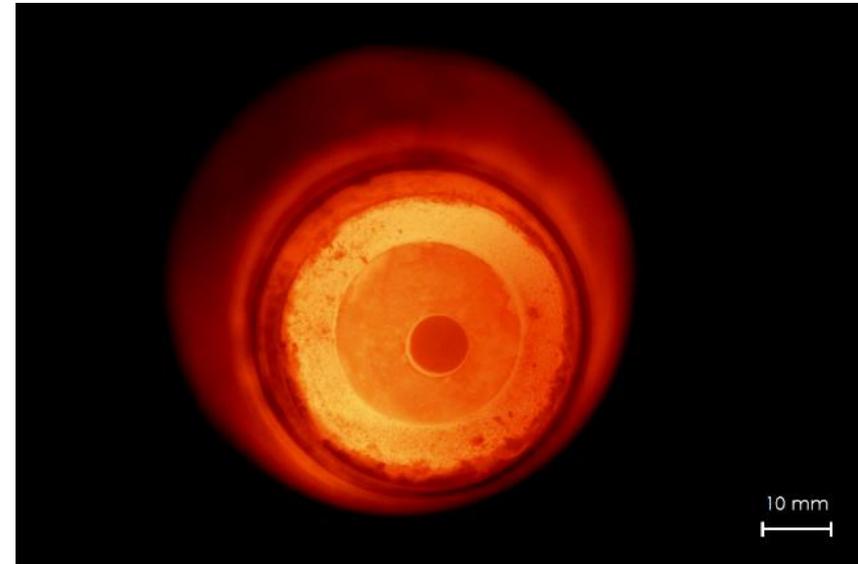


Frittage par chauffage micro-ondes

Hugo CURTO, Anthony THUAULT, Pierre LEFEUVRE, Anne LERICHE
Laboratoire des Matériaux Céramiques et Procédés Associés (LMCPA) – Maubeuge
Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis (UVHC)



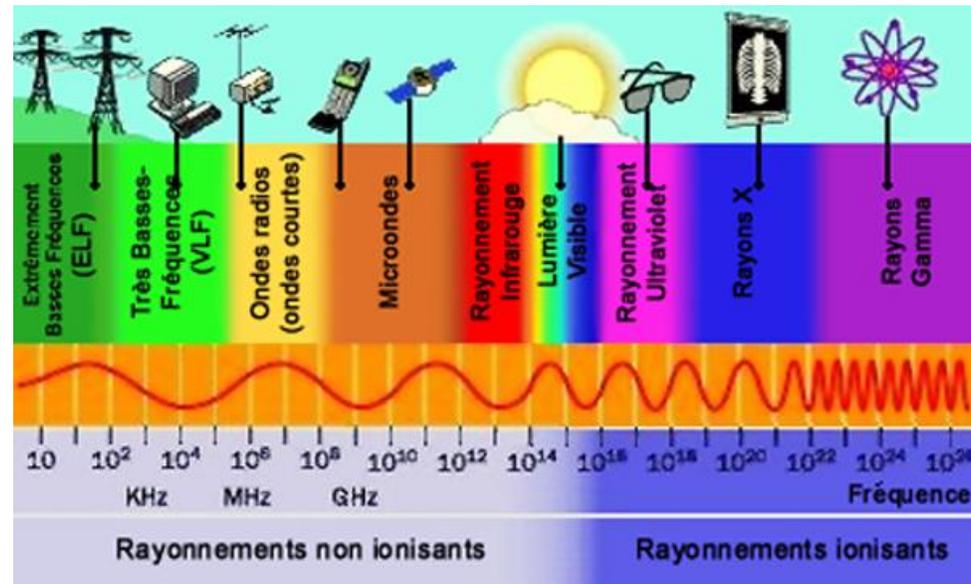
1. Principe du chauffage micro-ondes
2. Dispositif micro-ondes
3. Exemple d'application au laboratoire
4. Vers d'autres tailles d'échantillons



Principe du chauffage par micro-ondes

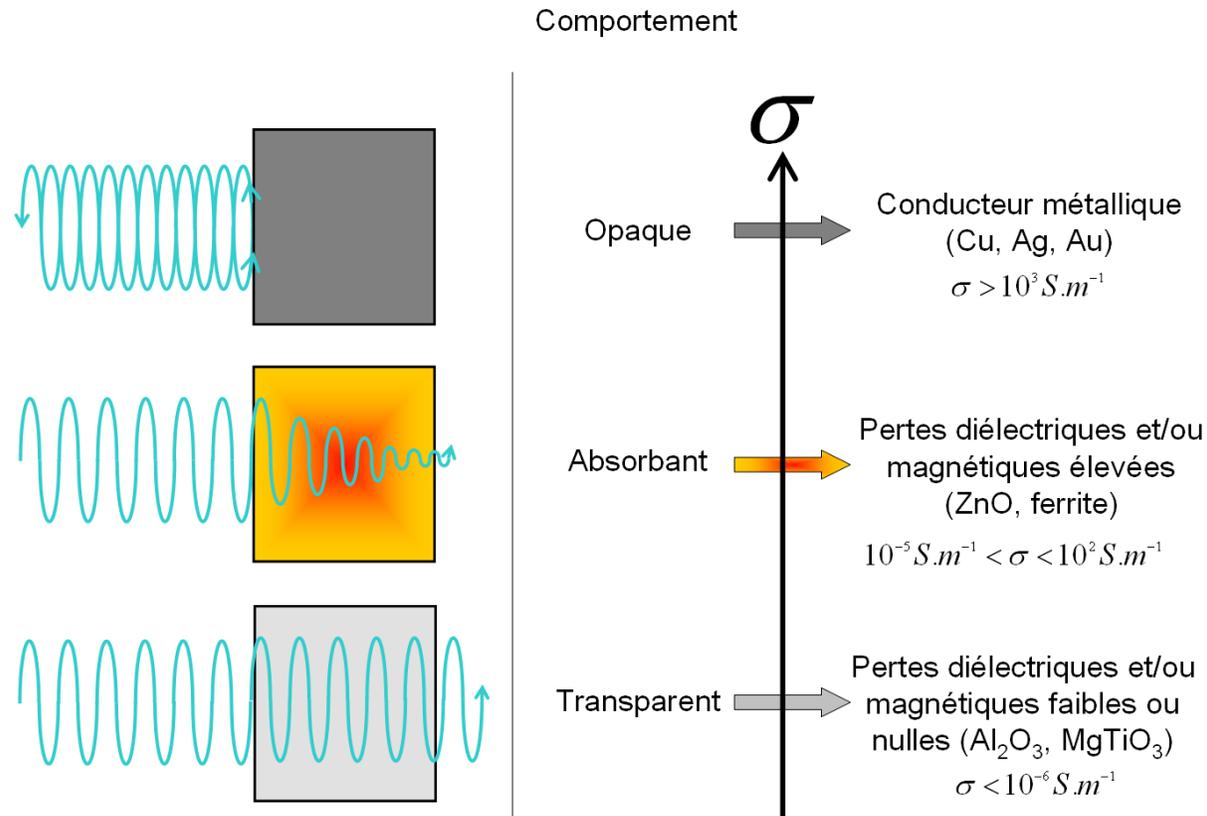
- Le rayonnement micro-ondes
 - Rayonnement électromagnétique caractérisé par une longueur d'onde et une fréquence

$$300 \text{ MHz} < \nu < 300 \text{ GHz} \text{ et } 1 \text{ mm} < \lambda < 1 \text{ m}$$



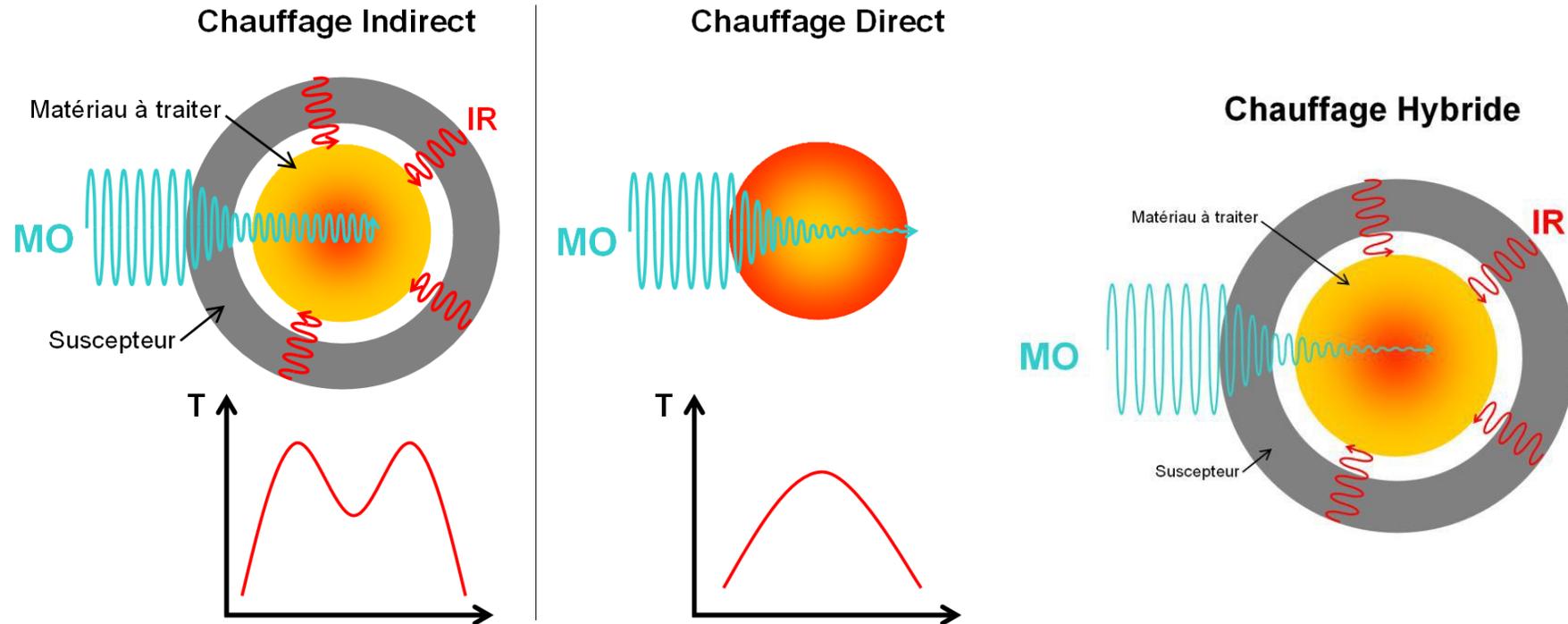
Principe du chauffage par micro-ondes

- Interaction micro-ondes / matière



Principe du chauffage par micro-ondes

- Interaction micro-ondes / matière



Matériaux compatibles et applications

■ Métaux

- Frittage
- Soudage
- Traitements de surface par diffusion

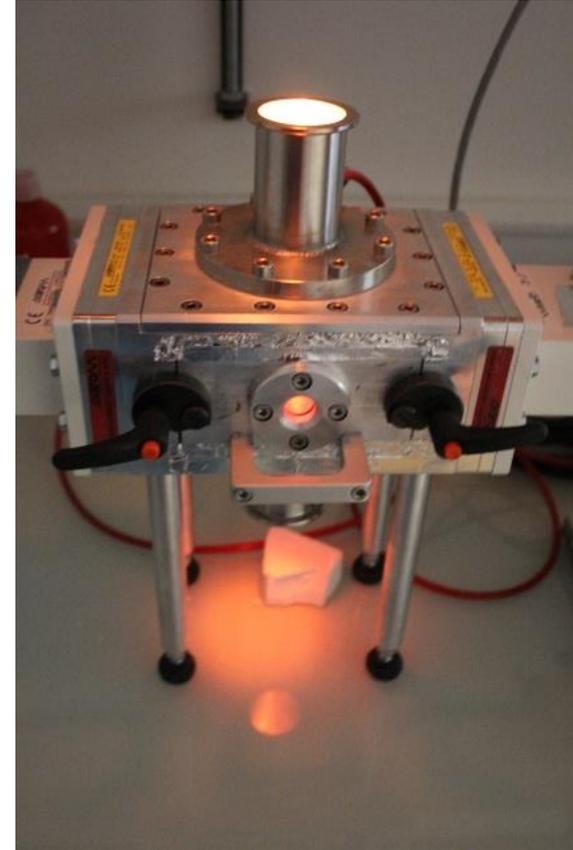
■ Céramiques

- Déliantage
- Frittage

■ Organiques

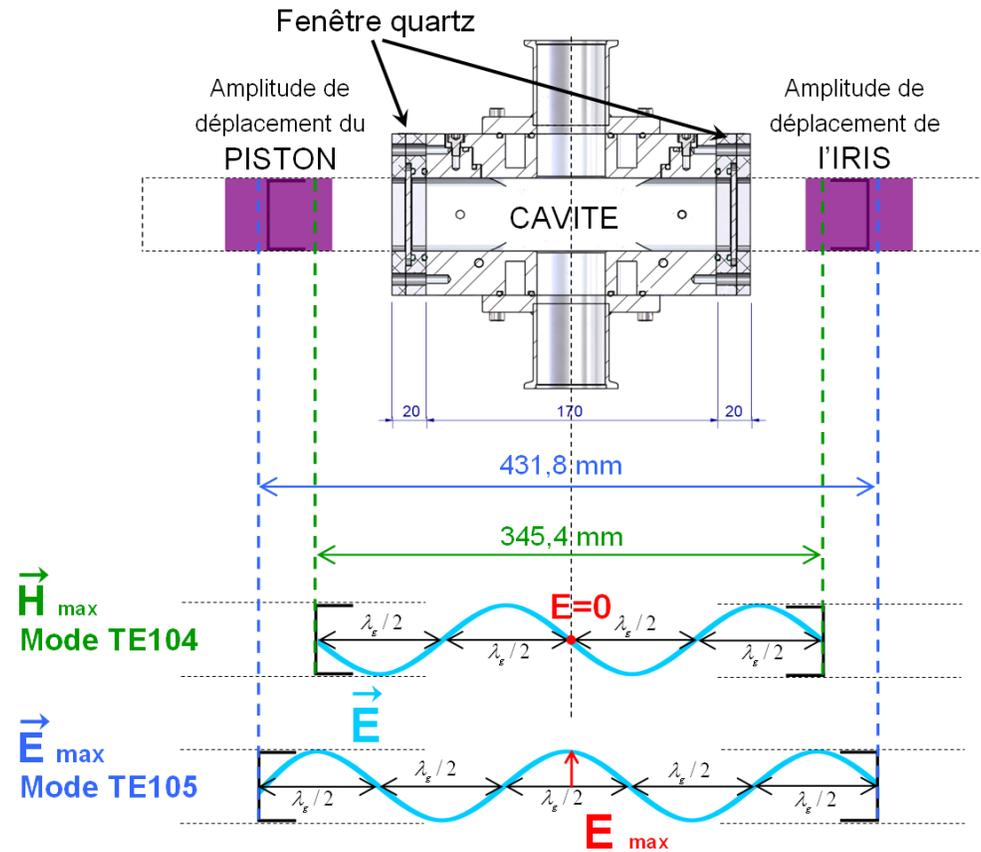
- Synthèse
- Polycondensation de polymères

1. Principe du chauffage micro-ondes
2. Dispositif micro-ondes
3. Exemple d'application
4. Vers d'autres tailles d'échantillons



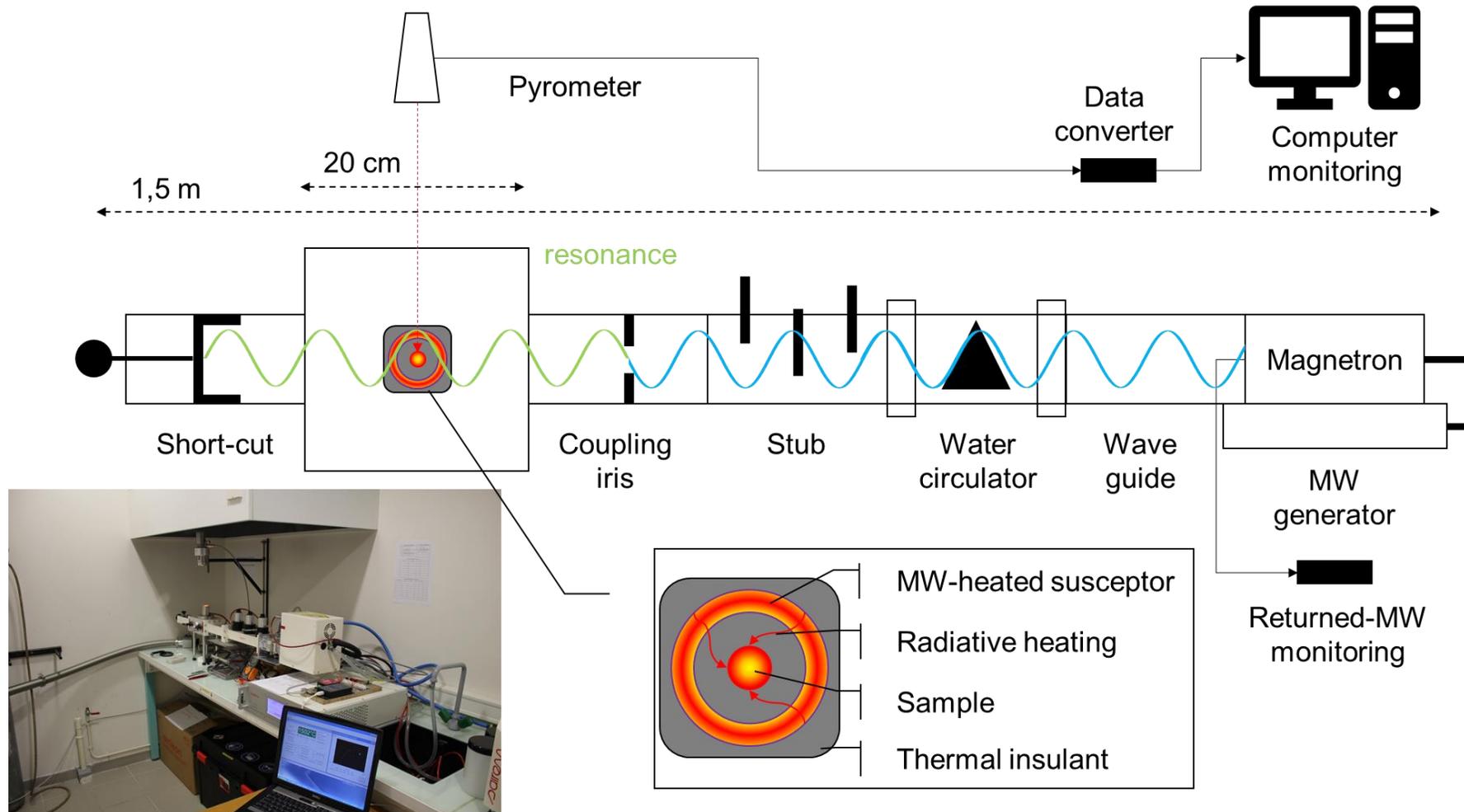
Dispositif micro-ondes au LMCPA

- Equipement Sairem (Lyon, France)
 - Mode TE_{105}



Dispositif micro-ondes

- Équipement Sairem (Lyon, France)



Dispositif micro-ondes

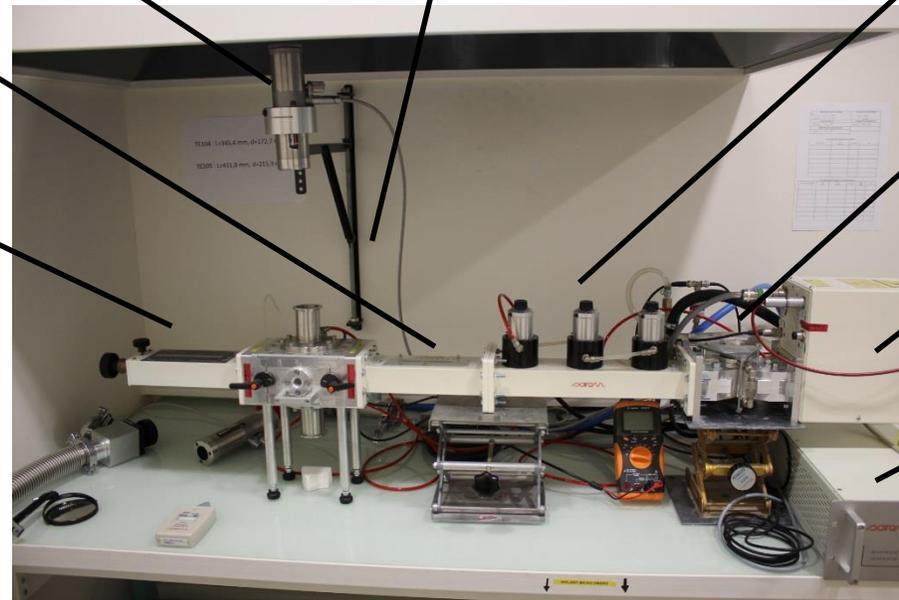
- Équipement Sairem (Lyon, France)
 - Générateur 2 kW, 2,45 GHz
 - Cavité monomode résonante



Pyromètre

Iris de couplage

Piston coupe-circuit



Adaptateur d'impédance

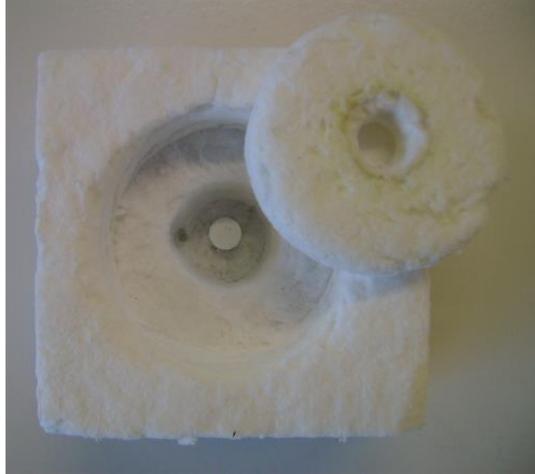
Circulateur

Magnétron

Générateur

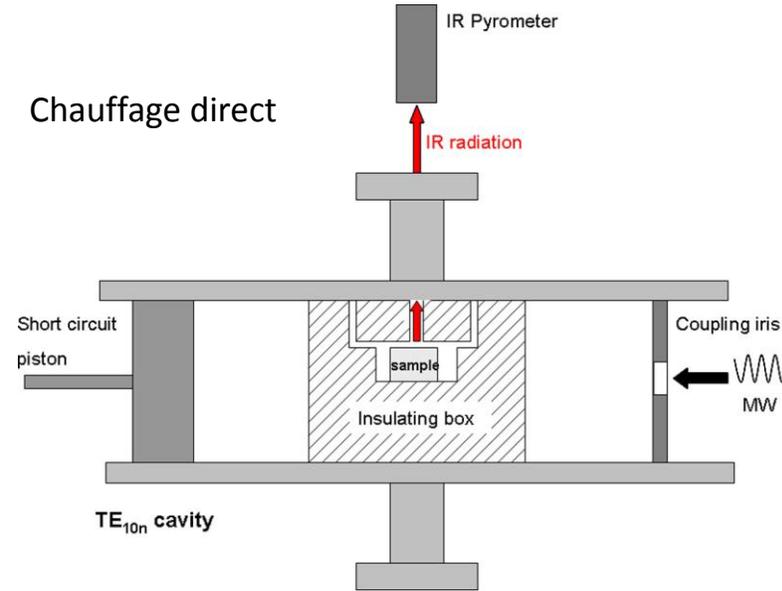
Dispositif micro-ondes

- Equipement Sairem
 - Chauffage direct / hybride

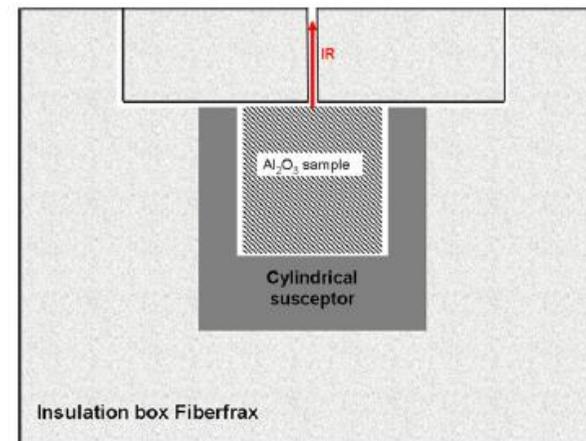


Dimensions maximales des pièces :
30 mm de diamètre, 12 mm de hauteur

A. Thuault *et al.*, Improvement of the hydroxyapatite mechanical properties by direct microwave sintering in single mode cavity, Journal of the European Ceramic Society, 2014



Chauffage hybride



1. Principe du chauffage micro-ondes
2. Dispositif micro-ondes
3. Exemple d'application
4. Vers d'autres tailles d'échantillons



Matériau

- Hydroxyapatite $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$
 - Composition proche de celle de l'os
 - Applications comme substituts osseux
 - Bonne absorption des micro-ondes

Contexte

- Augmentation des propriétés mécaniques en vue d'utiliser l'hydroxyapatite pour des applications structurales
- Détermination des effets de l'utilisation du chauffage par micro-ondes sur les propriétés microstructurales et mécaniques



Pourquoi utiliser le chauffage par micro-ondes ?

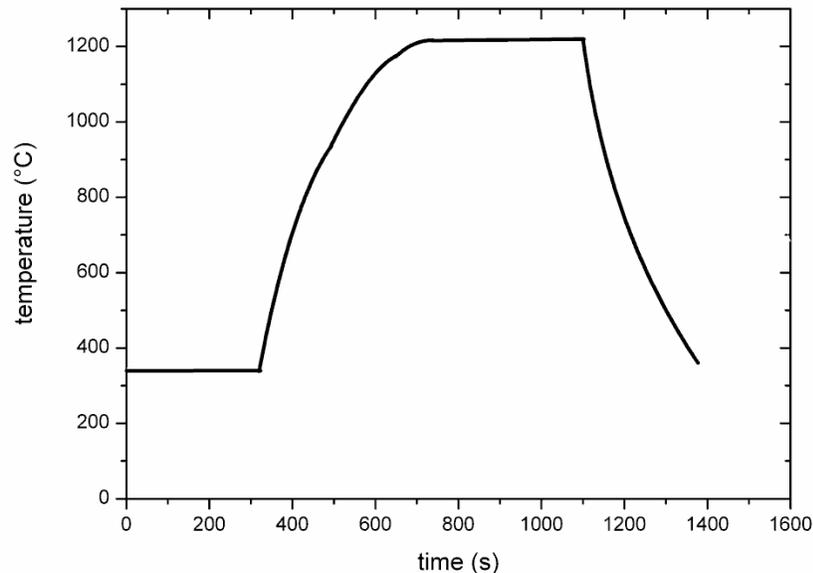
- Temps de traitements thermiques courts
- Faible consommation énergétique
- Microstructure fine
- Hautes propriétés mécaniques
- Traitement de pièces de formes complexes

Couplage possible avec les techniques de fabrication additive

- Obtention de substituts osseux personnalisés en quelques heures

Paramètres du cycle thermique

- Échantillons massifs de 7 mm de diamètre mis en forme par coulage
- Chauffage direct
- 5 températures de frittages : 1190, 1210, 1230, 1250 et 1270°C
- 3 temps de palier : 5, 10 et 15 minutes

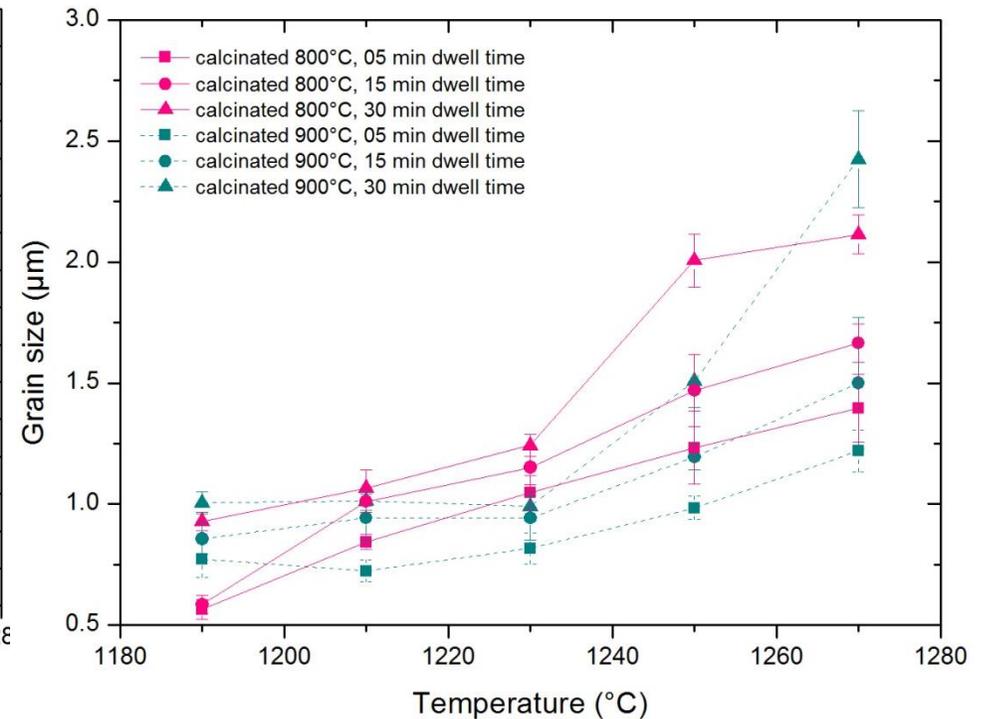
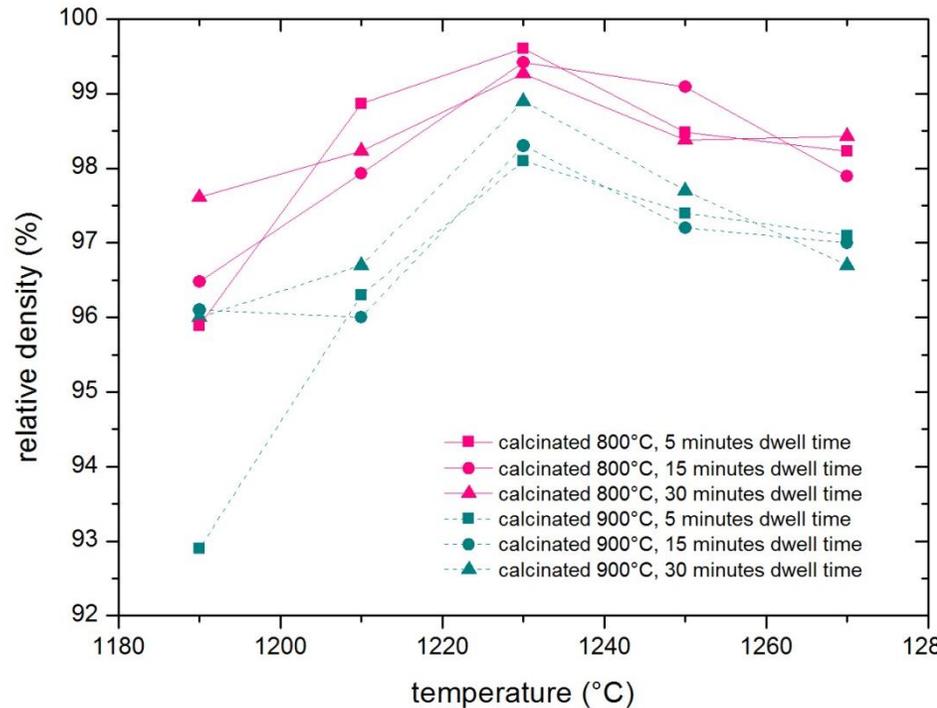


- 250 W durant 5 minutes pour initier le chauffage (350°C)
- 300/320 W pour atteindre la température de frittage en 5 minutes
- Descente à 350°C en 5 minutes

- Cycles thermiques très courts : 20 à 30 minutes

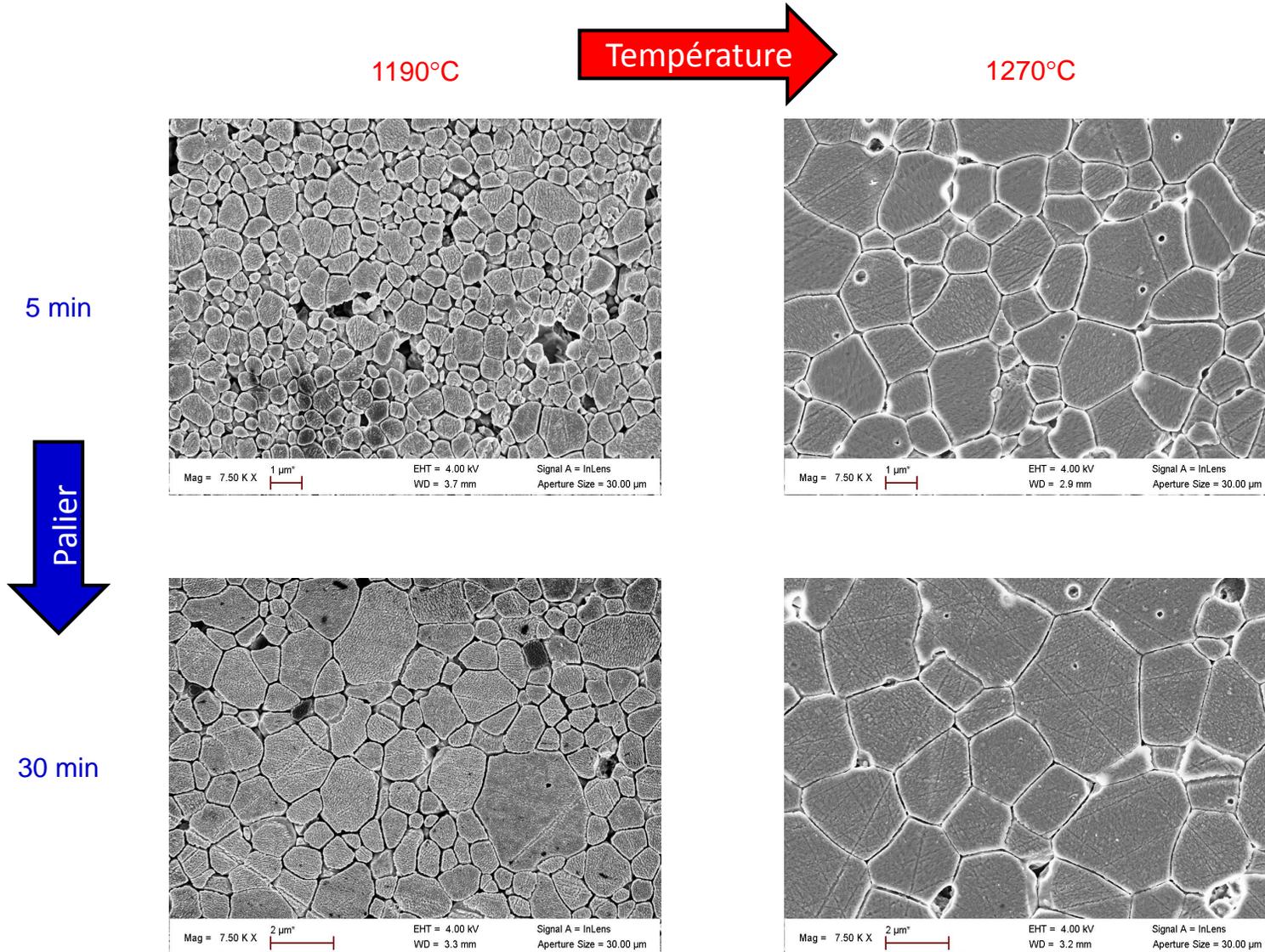
Étude microstructurale

- Deux poudres : ~ 80 nm (calcination à 800°C) et ~ 200 nm (calcination à 900°C)



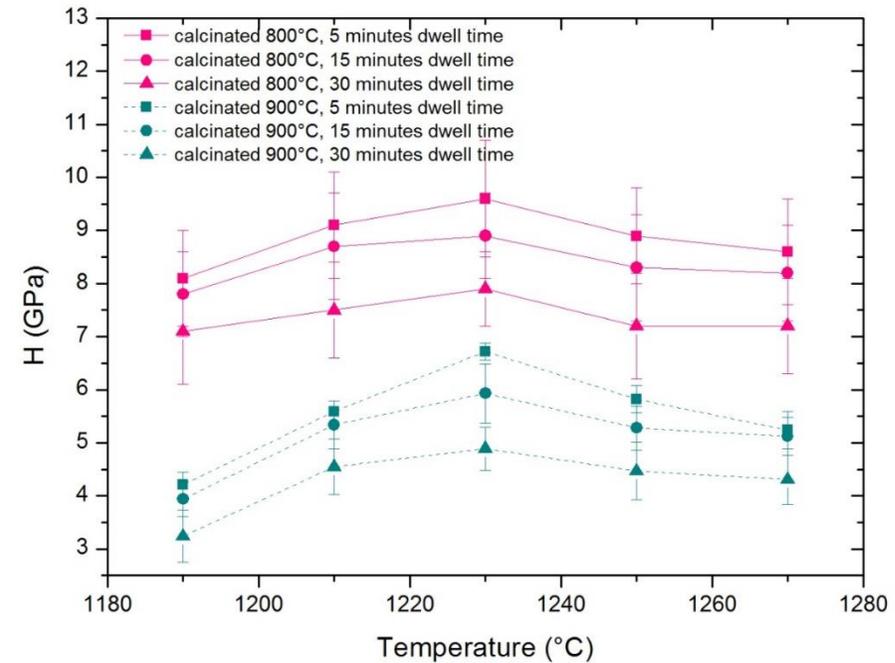
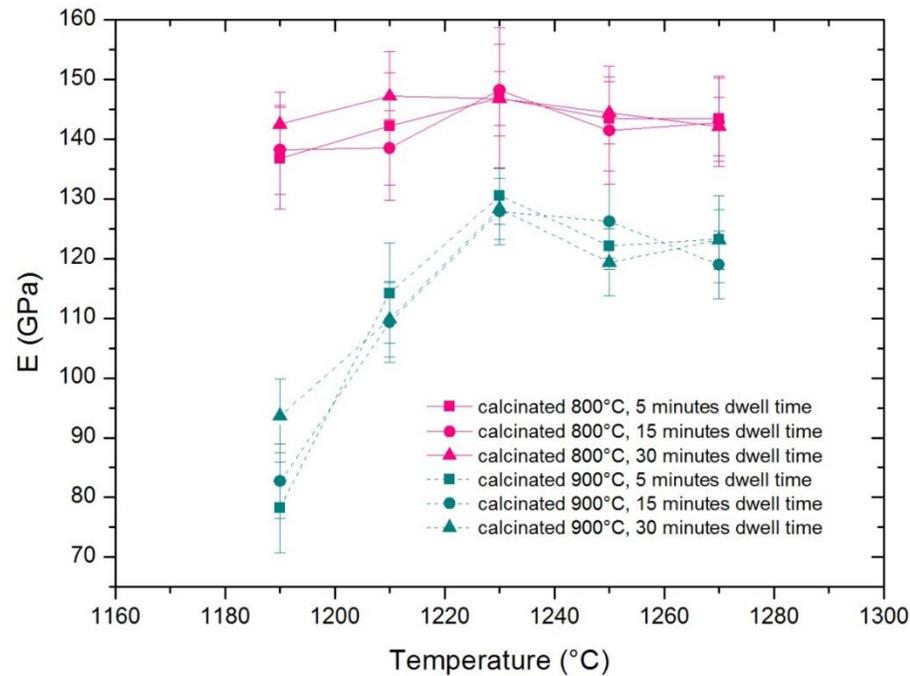
- Obtention de pièces denses ($>99\%$) à microstructure fine ($\sim 1 \mu\text{m}$)

Étude microstructurale



Propriétés mécaniques

- Indentation instrumentée



- Augmentation du module d'élasticité et de la dureté si comparaison avec valeurs obtenues en conventionnel

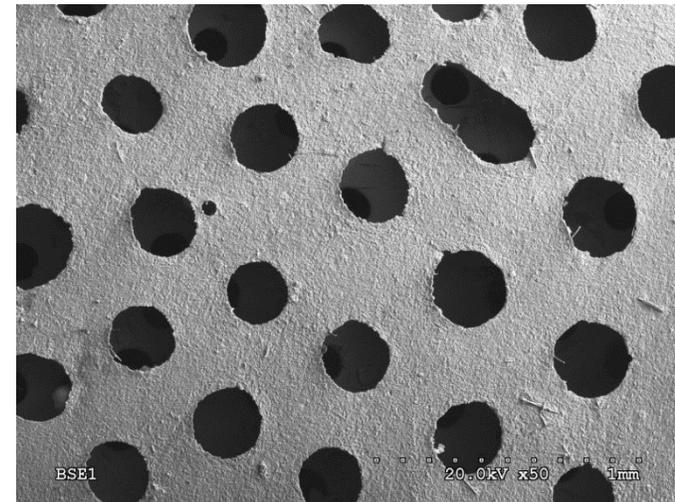
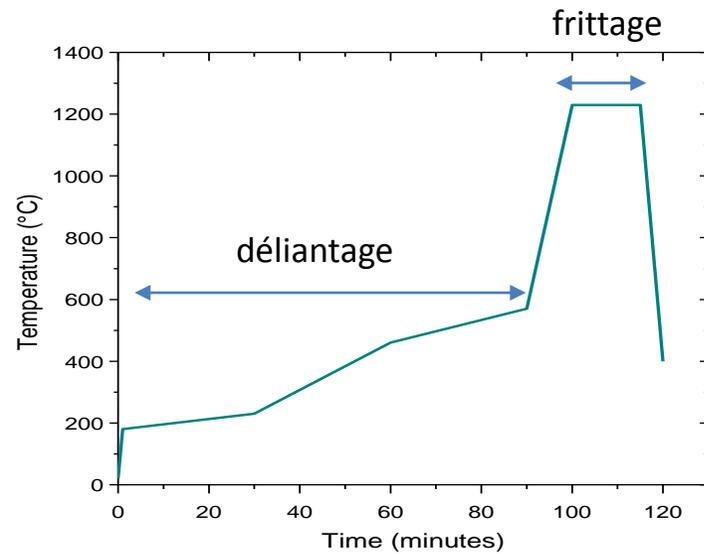
Comparaison des propriétés micro-ondes / conventionnel

Propriété	Conventionnel	Micro-ondes
Densité relative (%)	97,3	99,6
Taille de grain (μm)	2,6	1,0
Module d'élasticité (GPa)	122	143
Dureté (GPa)	6,1	9,6
Contrainte à rupture en compression (MPa)	430	531
Ténacité ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	0,92	1,12
Durée du cycle thermique (h)	~15	~0,5

- Optimisation des propriétés mécaniques
- Diminution du temps d'élaboration

Frittage par micro-ondes de pièces de formes complexes

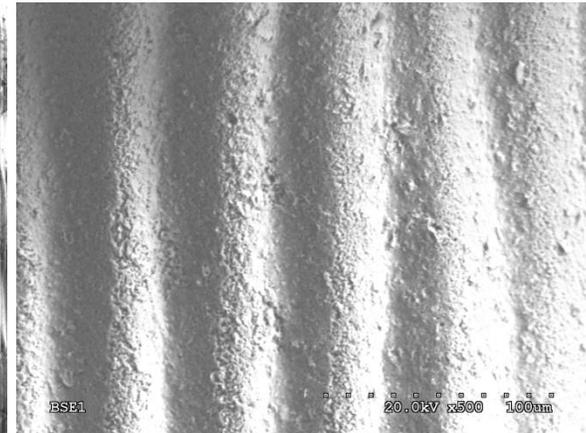
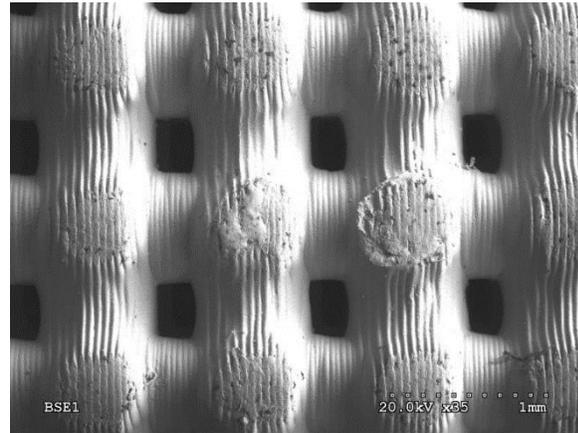
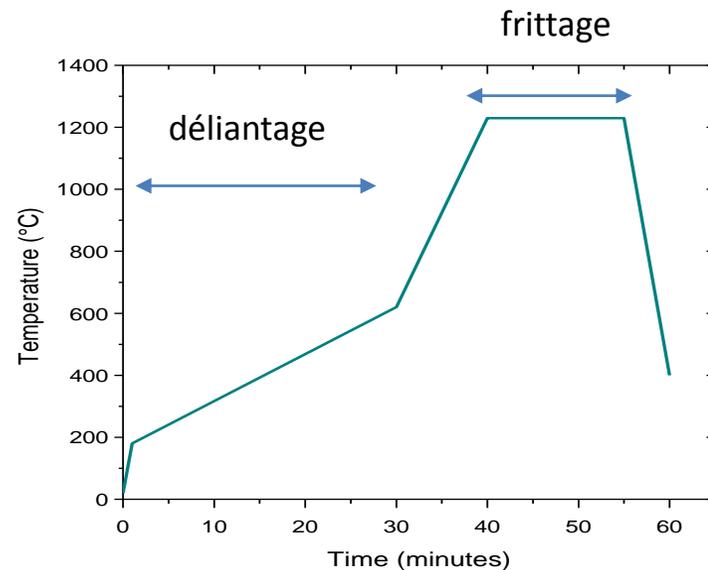
- Macroporeux (squelette PMMA)
 - Chauffage hybride (déliantage)
 - 80 à 380 W
 - 1230°C durant 15 minutes
 - Pas de déliantage préalable



Densité des parois 98,7 %

Frittage par micro-ondes de pièces de formes complexes

- Fabrication additive (stéréolithographie)
 - Chauffage hybride (déliantage)
 - 80 à 380 W
 - 1230°C durant 15 minutes
 - Pas de déliantage préalable



- Densité des parois 98,2 %

1. Principe du chauffage micro-ondes
2. Dispositif micro-ondes
3. Exemple d'application
4. Vers d'autres tailles d'échantillons

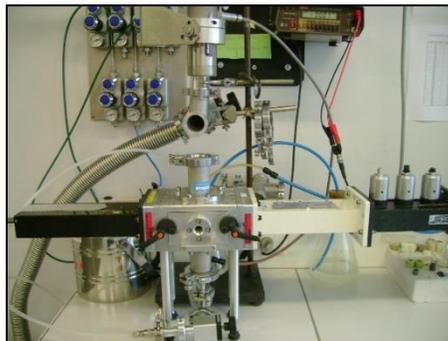


Four continu à chauffage micro-ondes
Sairem, France

Équipements

- **Monomode à 2,45 GHz**

- Volume utile : 0,3L



- **Multimode à 2,45 GHz**

- Volume utile : 96L



- **Monomode à 915 MHz**

- Volume utile : 9L



Micro-ondes monomode à 915 MHz

- Pièce 50 mm de diamètre, 13 mm d'épaisseur



Pourquoi 915 MHz ?

- Profondeur de pénétration D_p des micro-ondes

$$D_p \cong \frac{c \varepsilon'}{f \pi \varepsilon'' \sqrt{\varepsilon_r}}$$

- ✓ Quand la fréquence diminue (2450 MHz vers 915MHz), la profondeur de pénétration augmente

- Dimensions de la cavité

$$\frac{c}{f_r} = \frac{2}{\sqrt{\left(\frac{m}{a}\right)^2 + \left(\frac{n}{b}\right)^2 + \left(\frac{p}{L}\right)^2}}$$

- ✓ Quand la fréquence diminue, les dimensions de la cavité doivent augmenter

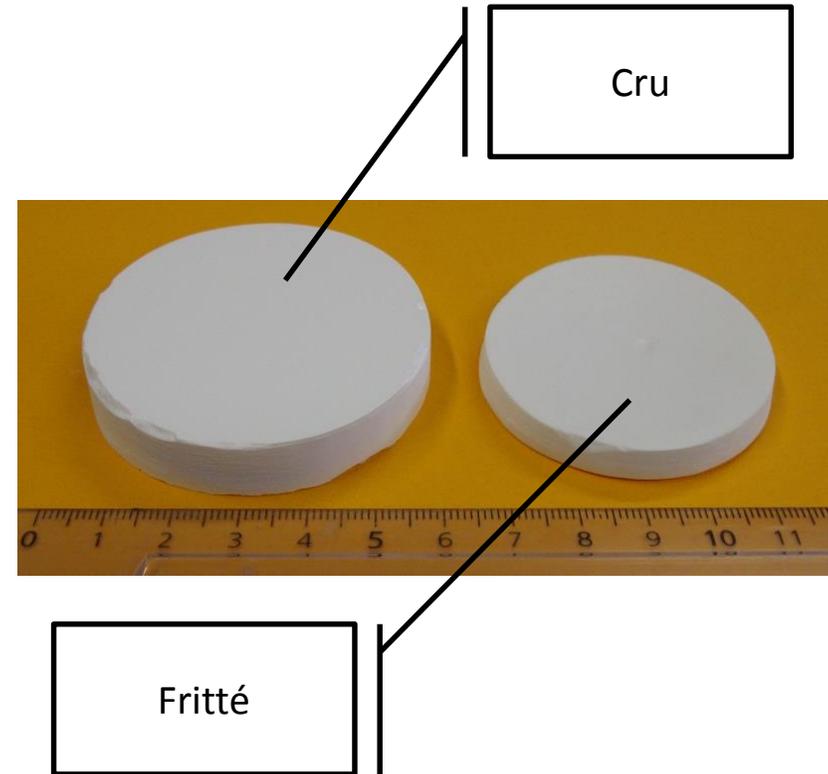
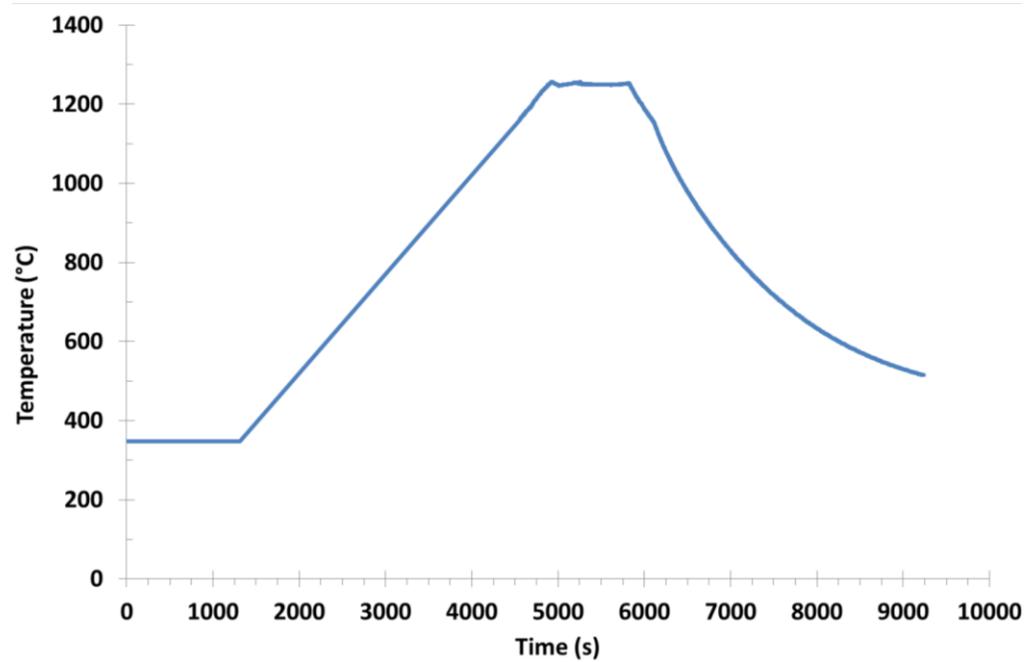
- Puissance dissipée P_d

$$P_d = 2\pi f \varepsilon' \tan(\delta) E^2$$

- ✓ Quand la fréquence diminue, la puissance dissipée (en chaleur) diminue, cela implique l'augmentation de la puissance nécessaire au chauffage

Frittage à 915 MHz

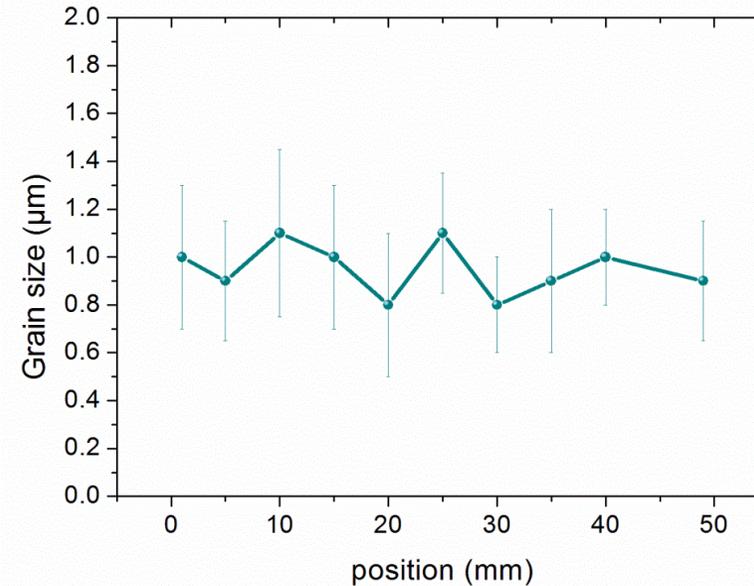
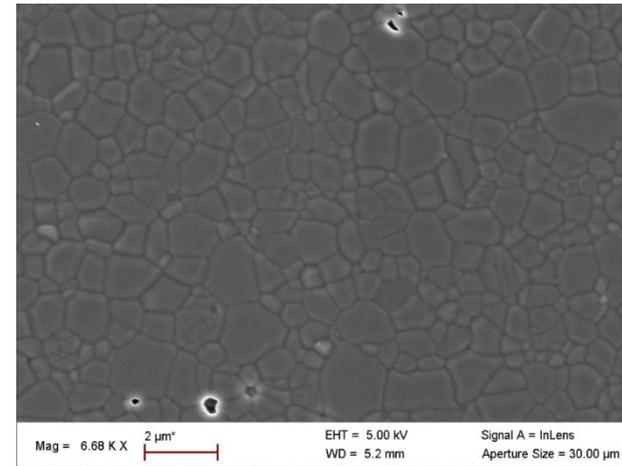
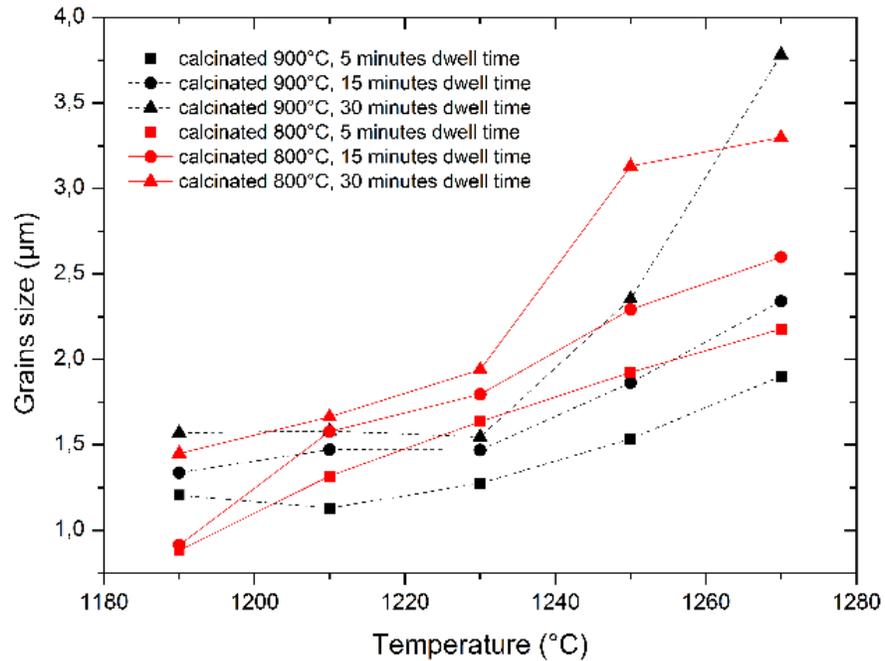
1250°C durant 15 minutes :



Cycle thermique court, environ 2 heures

Frittage à 915 MHz

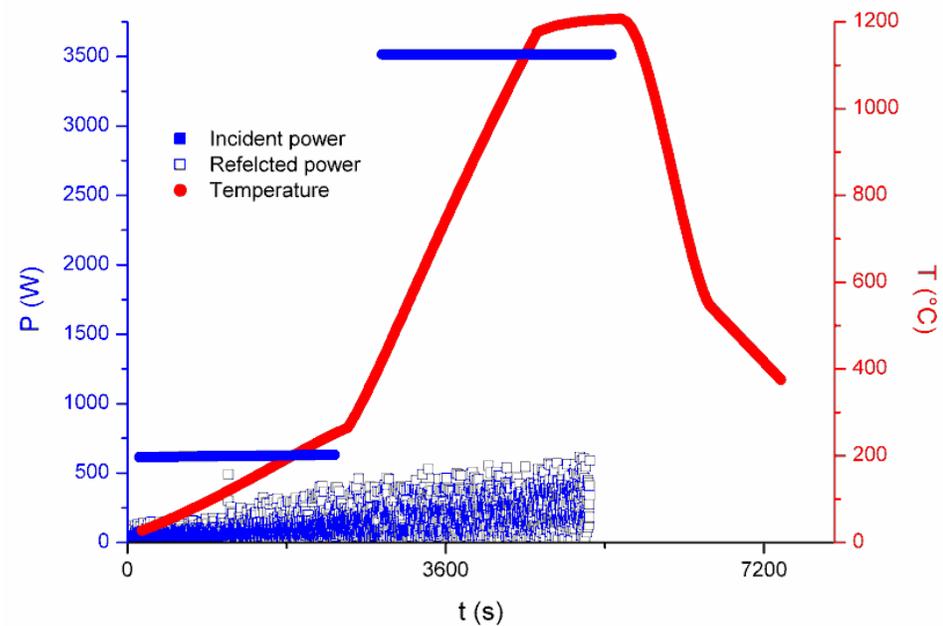
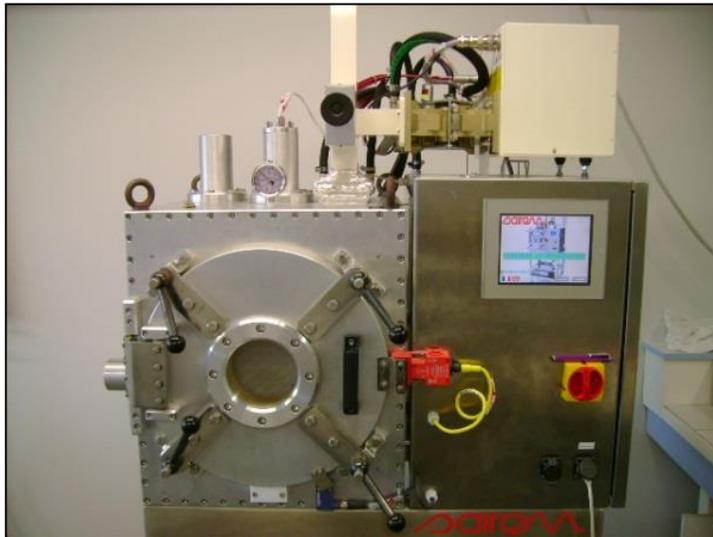
- Densité 99,1 %
- Taille de grain : 0,9 μm
- Module d'élasticité : 139,8 GPa
- Dureté : 7 GPa



Pièce dense avec microstructure contrôlée

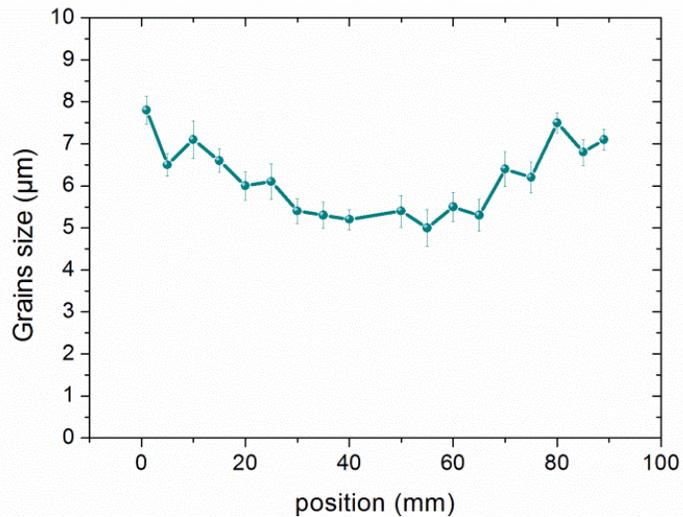
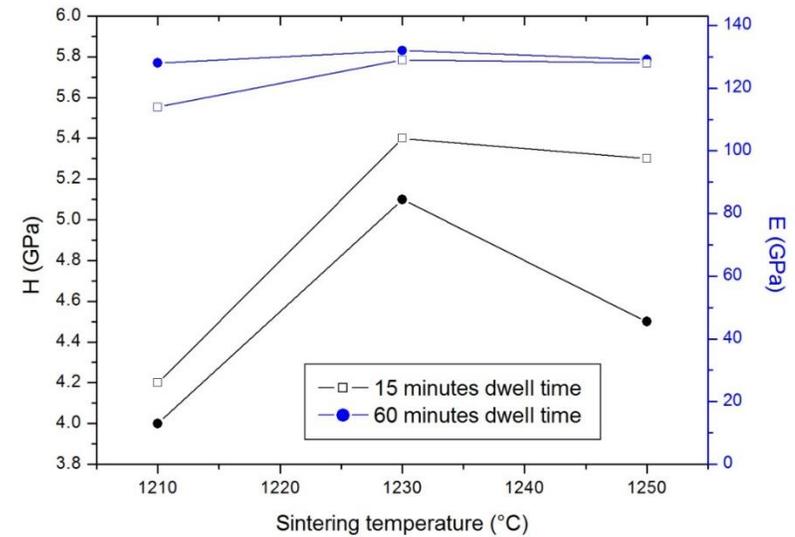
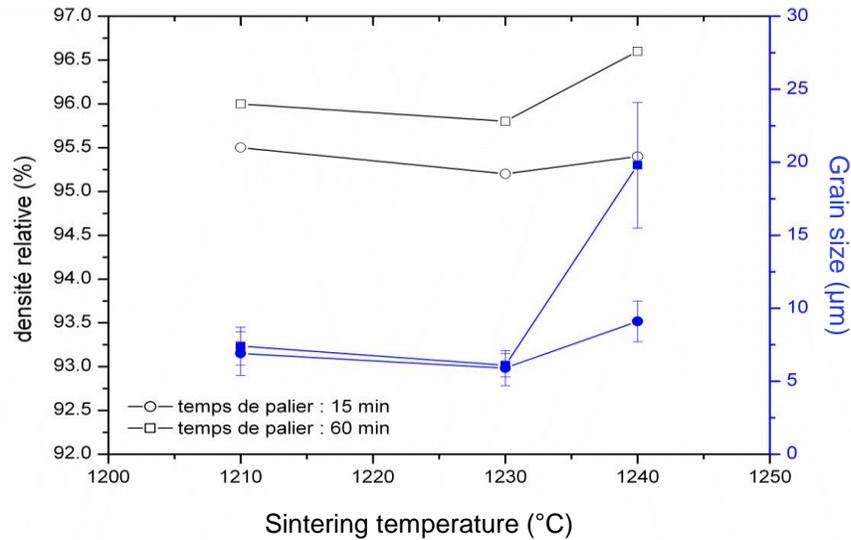
Frittage à 2,45 GHz multimode

- 90 à 200 mm de diamètre
- Volume cavité : 96L



- Cycle thermique d'environ 2 heures

Frittage à 2,45 GHz multimode



Chauffage principalement indirect

Comparaison des techniques

Propriété	Conventionnel	2,45GHz mono	915MHz	2,45GHz multi
Densité relative (%)	97,3	99,6	99,1	96,5
Taille de grain (μm)	2,6	1,0	0,9	5
Module d'élasticité (GPa)	122	143	140	130
Dureté (GPa)	6,1	9,6	7	5,2
Durée du cycle thermique (h)	~15	~0,5	~2	~2

- Après chauffage par micro-ondes, possibilité d'obtenir des pièces aux propriétés au moins égales ou supérieures à celles observées après chauffage conventionnel, en des temps plus courts

Conclusions

- Intérêts
 - Réduction du temps d'élaboration
 - Diminution de l'énergie consommée
 - Amélioration des propriétés mécaniques
 - Possibilité de densifier des pièces de formes complexes

- Limitations

- Cadence de production (batch)

Vers des procédés continus (300°C)



Sairem
Lyon,
France

Merci pour votre attention !
Des questions ?

Hugo CURTO
LMCPA-UVHC
hcurto@univ-valenciennes.fr





CRIBC (chef de file)

www.bcrc.be
Mons
+32 (0)65 40 34 34



Materia Nova

www.materianova.be
Mons
+32 (0) 65 55 49 02



UVHC-LMCPA

www.univ-valenciennes.fr
Maubeuge
+33 (0) 3 27 51 16 76



CRITT-MDTS

www.critt-mdts.com
Charleville-Mézières
+33 (0) 3 24 37 89 89



Matikem

www.matikem.com
Villeneuve d'Ascq
+ 33 3 61 76 02 45



POM Oost-Vlaanderen

Gent
+32 (0) 9 267 86 33



Wallonie



Interreg V FWVL – TECH2FAB – 01/10/2016 → 30/09/2020

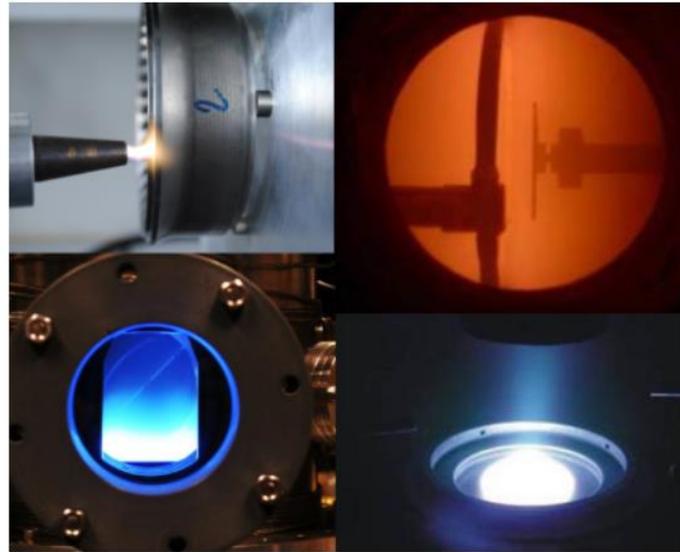
DES TECHNOLOGIES VERS L'APPLICATION INDUSTRIELLE (TECHNOLOGY TO FABRICATION)

Journée thématique du 24/05/2018

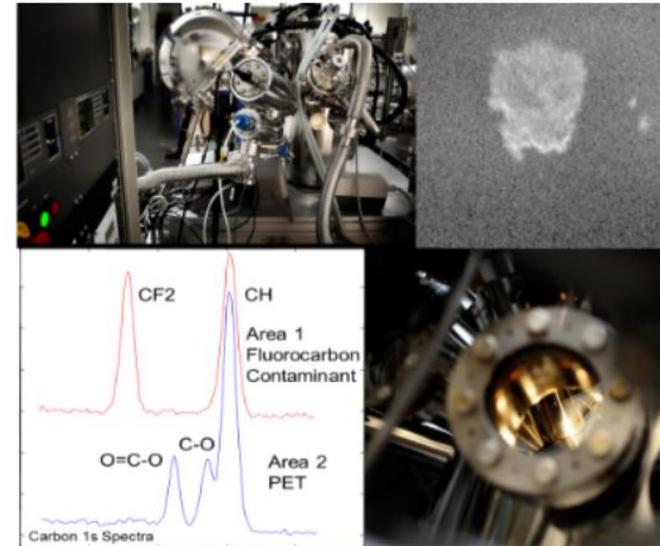


Unité de Démonstration 1

Traitement de surfaces par voie sèche

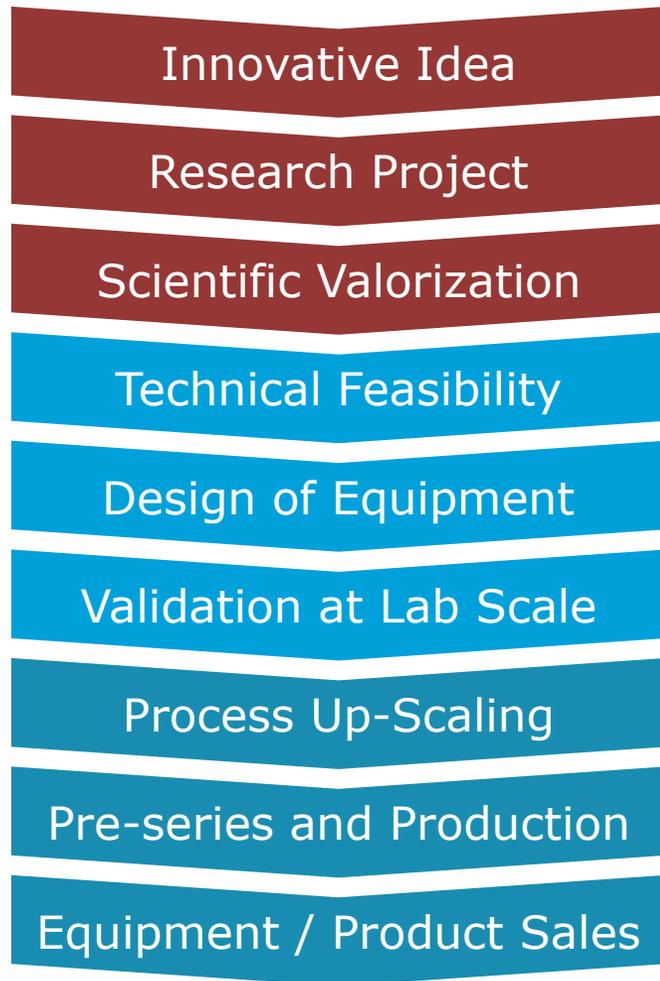


- ✓ Plasma atmosphérique
- ✓ Plasma sous vide
- ✓ Implantation ionique



- ✓ Analyses chimiques
- ✓ Analyses de microscopie et d'imagerie
- ✓ Analyse tribologique

Market-driven approach from Lab to Fab.



UMONS
 Université de Mons



MateriaNova
 MATERIALS R&D CENTRE


 people
 300

ionics
 surface technologies

nano4

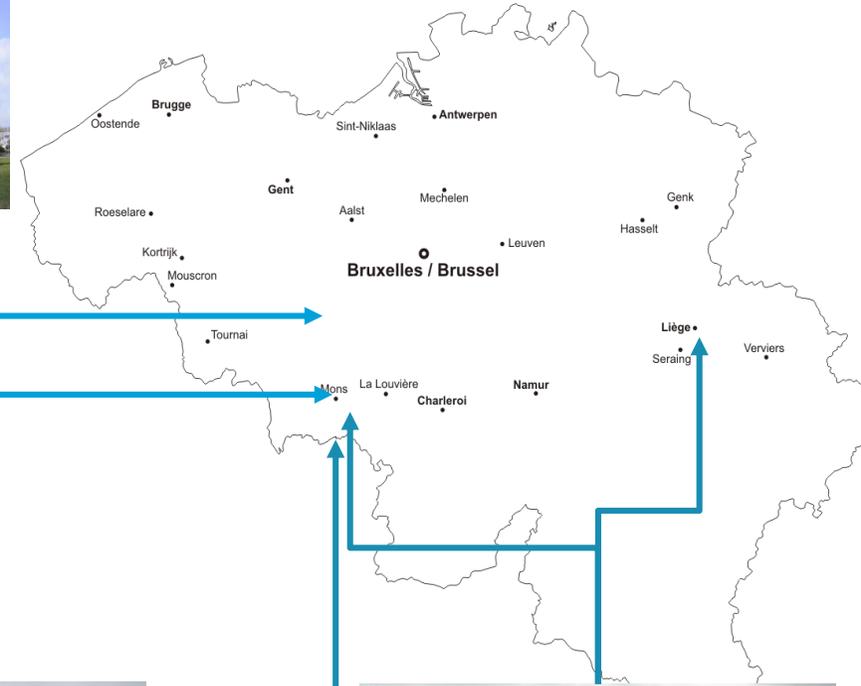
fyteko
 innovation in agriculture

B-SENS





MateriaNova
 MATERIALS R&D CENTRE



- *Since 2000*
- *Non-profit organization*
- *85 > employees*
- *Turnover: ≈ 8,5 Mio€*
- *Pure project financing*
- *2011: member of EMRA*

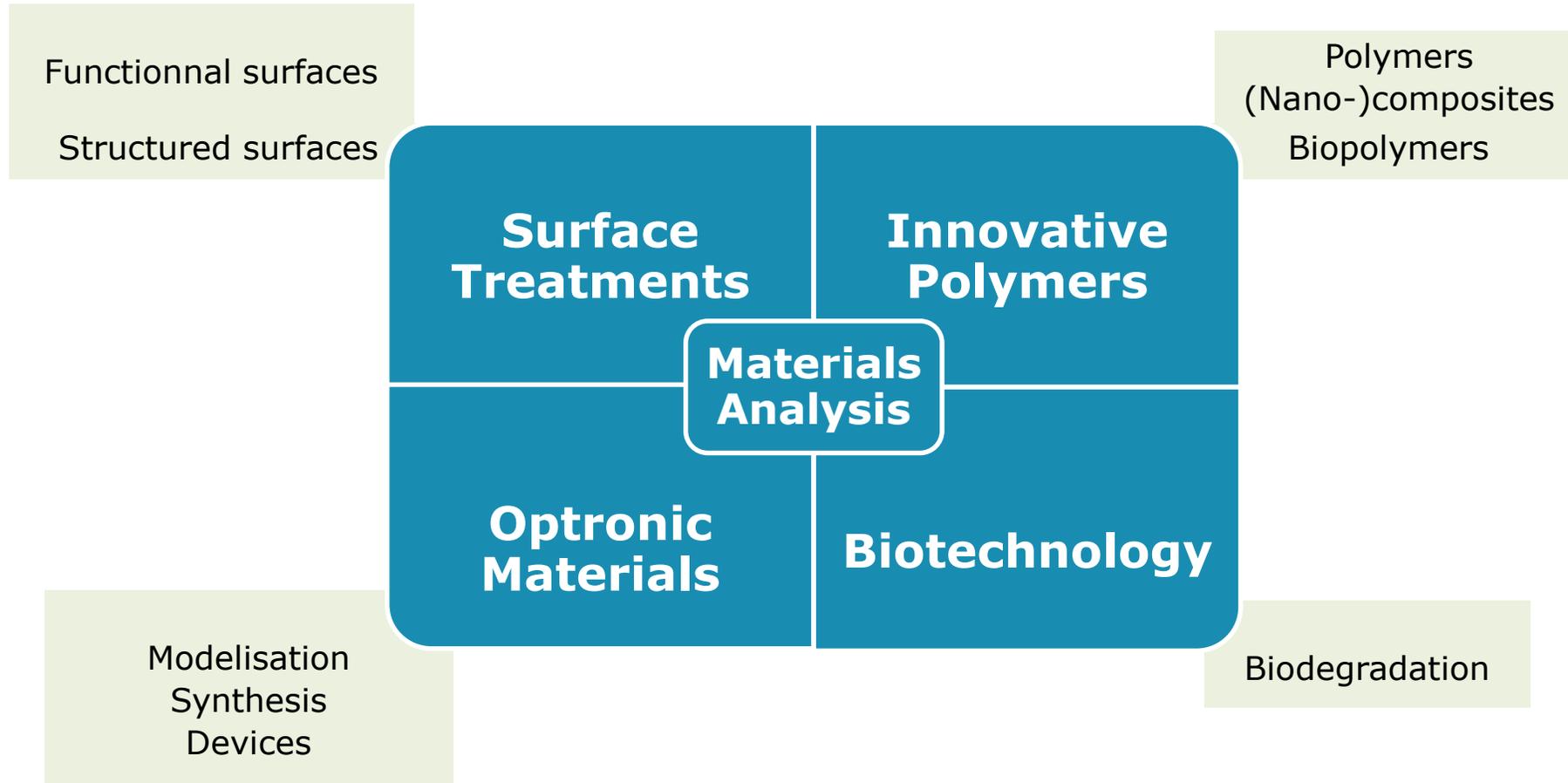


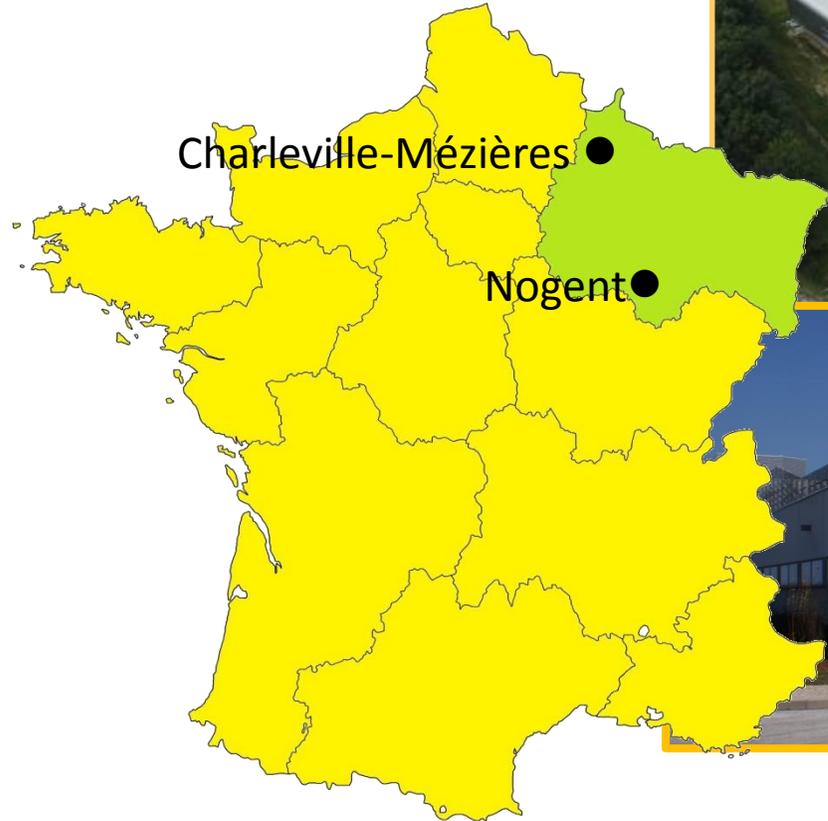
nano4



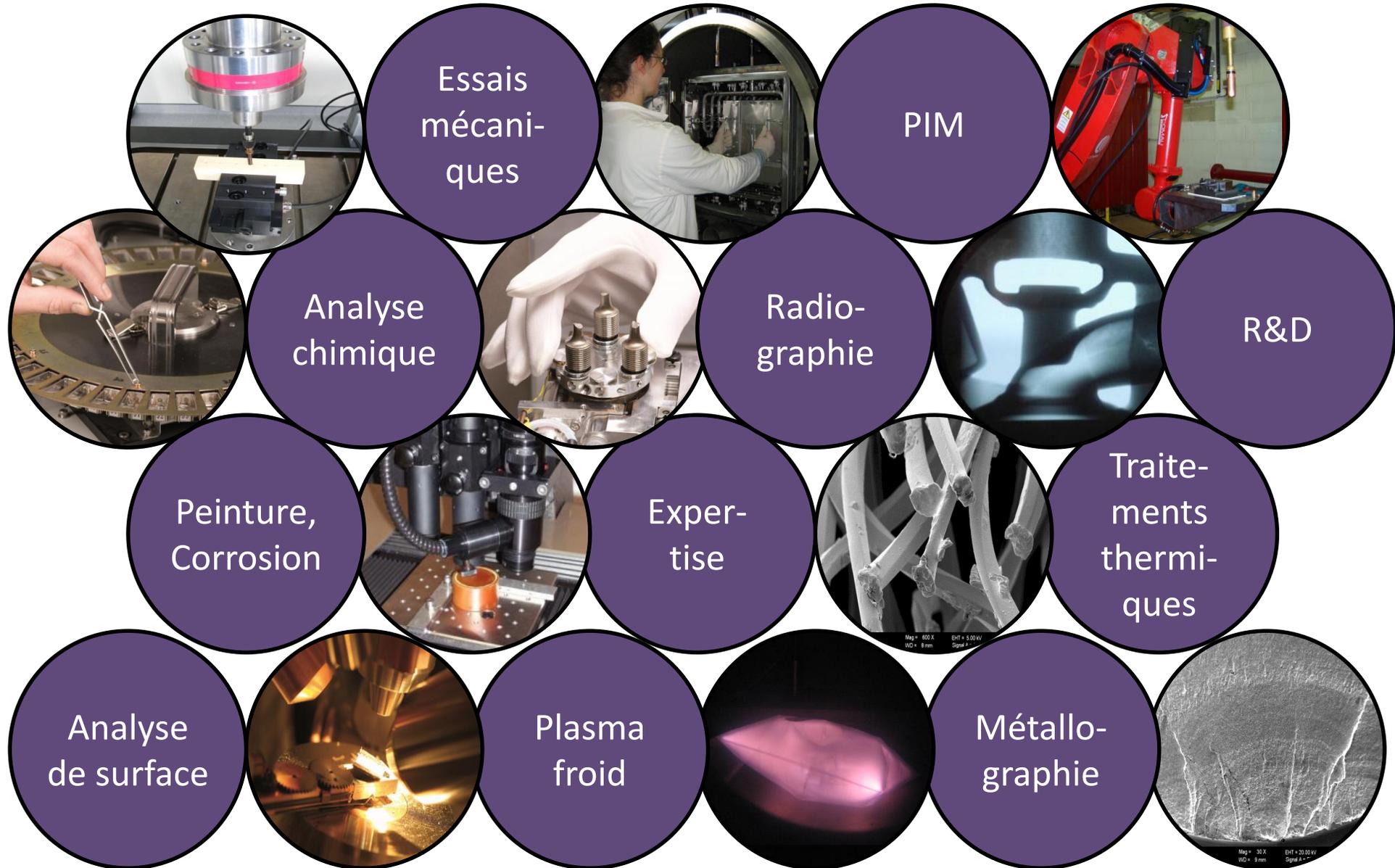
IONICS
 surface technologies

MULTIDISCIPLINARY FIELDS OF EXPERTISE AT A GLANCE





Nos compétences



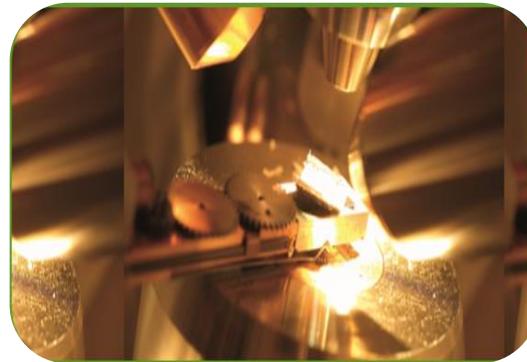
4 axes :



Elaboration de matériaux par les poudres



Traitement de surface par voie sèche



Caractérisation de l'extrême surface



Caractérisation tribologique

Tribomètre pion-disque et tribomètre forte charge

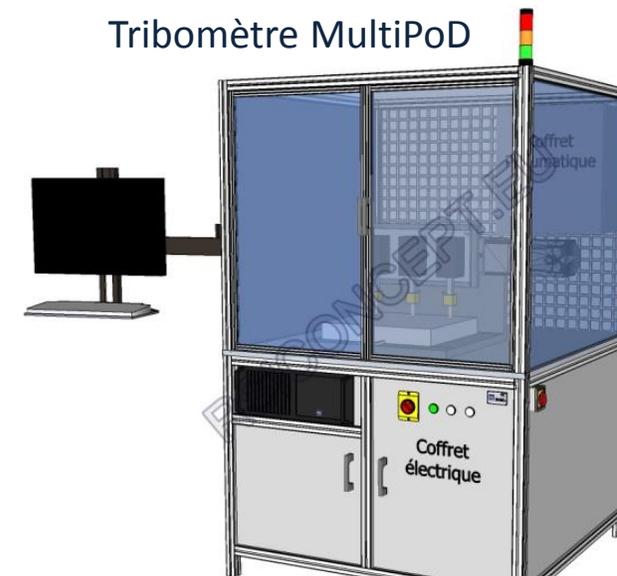
• Tribomètre pion-disque:

- Conforme à l'ASTM G99
- Charge de 1 à 20N, vitesse maximale 500 tr/minutes
- Mesure du coefficient de frottement
- Essais d'usure sous air ambiant/milieu liquide/ haute température
- Evaluation de l'usure par pesée, aires des sillons, observations MEB...



• Tribomètre forte charge :

- Tribomètre 3 postes
- Charges de 500N
- Multidirectionnel : trajectoires linéaire – triangulaire...

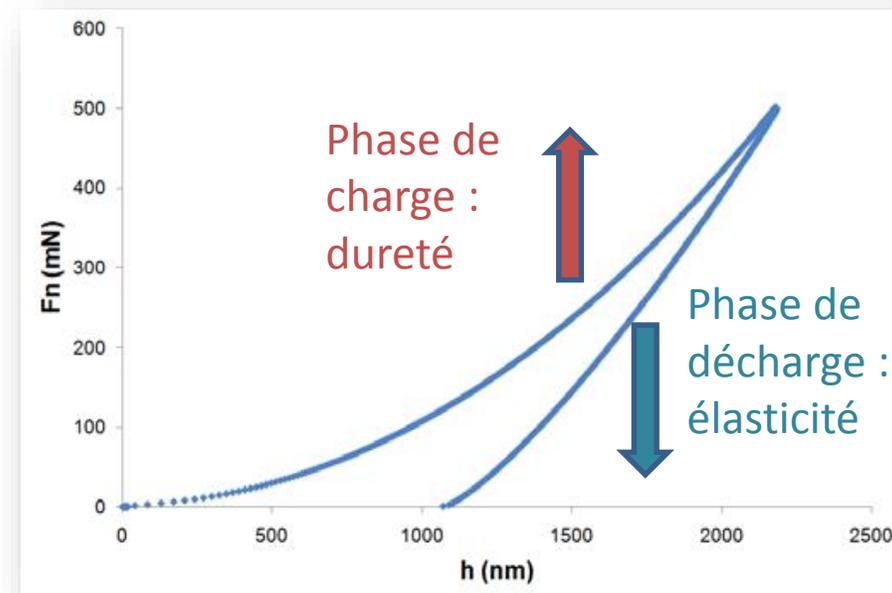
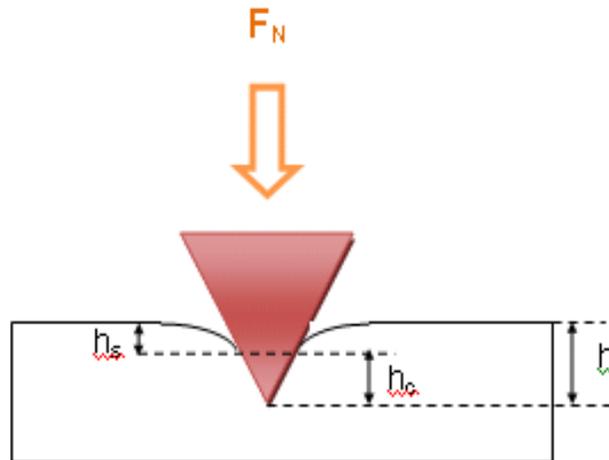


Plateforme Nano-indentation et Nano Scratch test

- **Nano-indentation:**

⇒ Dureté et module d'élasticité en surface

⇒ Mesure la profondeur d'enfoncement de l'indenteur de géométrie connue (pointe de Berkovich) en fonction de la charge appliqué.



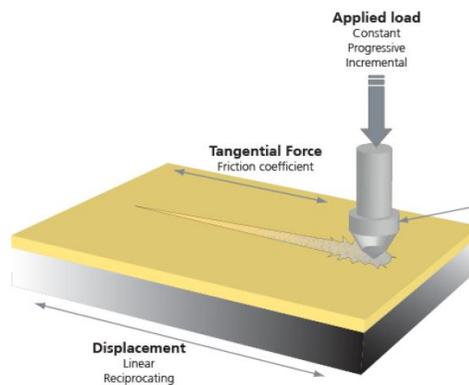
Courbe charge-déplacement

Plateforme Nano Scratch test et Nano-indentation

•Scratch test:

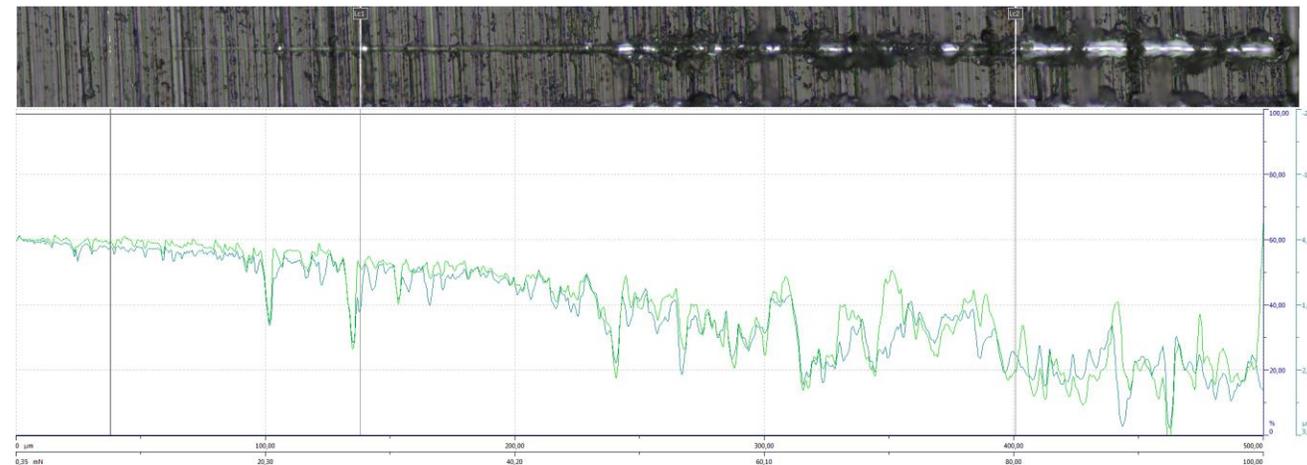
Test de la rayure instrumenté pour l'analyse de la résistance des couches minces et de leur niveau d'adhésion au substrat.

=> Identification des charges critiques



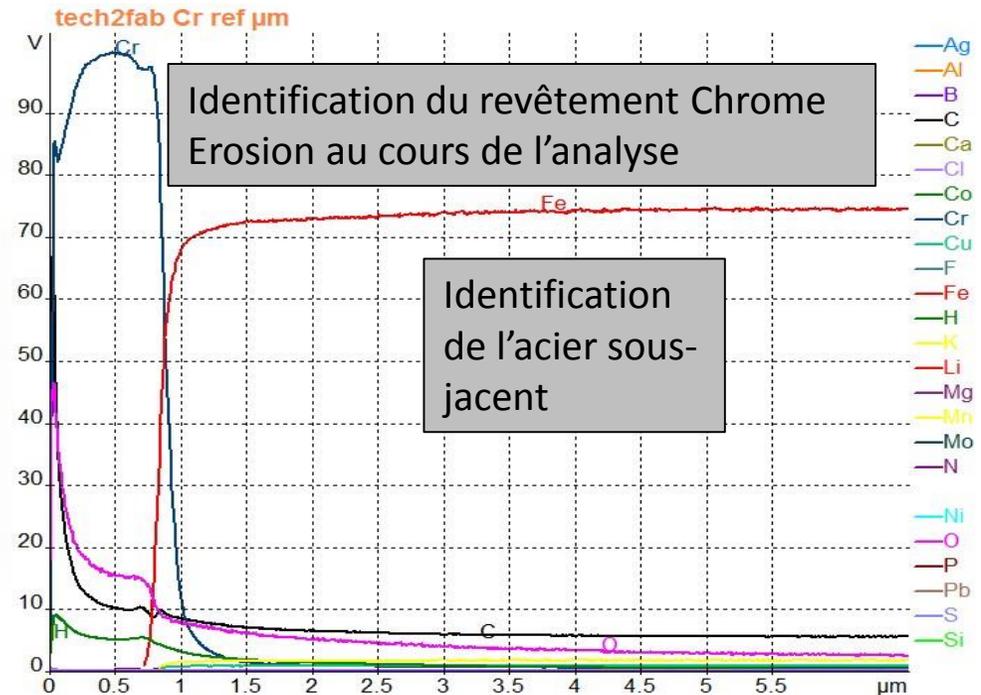
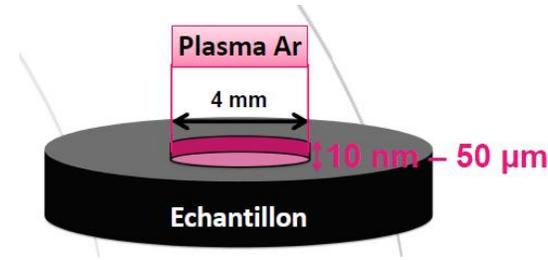
Déplacement de l'indenteur avec charge croissante (de 0,06 mN à 120mN)

0.1 mN → 100 mN



GDOES : Glow Discharge Optical Emission Spectrometry

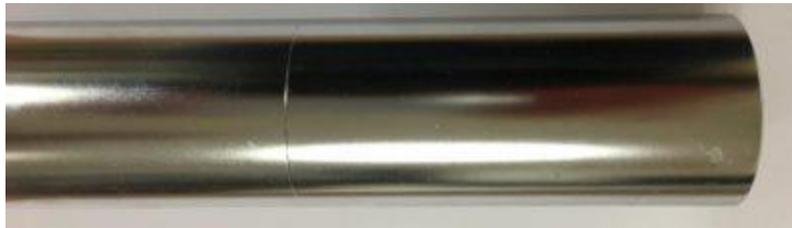
=> Analyse de profils élémentaires en profondeur



Contexte démonstrateur n°2

Pour ↗ la résistance à l'usure des pièces en acier :

• Chromage dur:



- bon coefficient de frottement
- résistance à la corrosion

Chrome hexavalent ou chrome 6 : cancérigène
et nocif pour l'environnement

Interdit depuis septembre 2017
Toléré jusqu'en 2024



• Plasma basse pression:

- ↗ les propriétés de frottement
- ↗ résistance à l'oxydation



Revêtement de titane sur tubes
d'acier par PVD

⇒ Comparer les performances

⇒ Revêtements de carbures de tungstène enrichis d'une phase carbonée réalisés en plasma basse pression

⇒ Avec celles de dépôts de chrome PVD et électrolytique



Dépôts par PVD et électrolytique
chez Materia Nova



Caractérisations des dépôts par
le CRITT-MDTS

Dépôts Materia Nova

Dépôt physique en phase vapeur (PVD) :

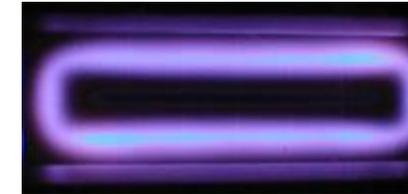
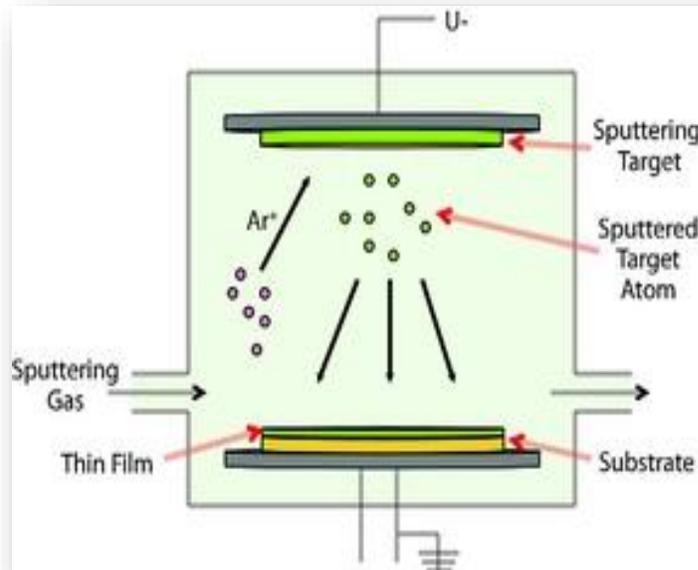
Revêtement en WC :

- Connu pour bonne résistance à l'usure
- Maitrisé par Materia Nova

Substrat en acier C45E :

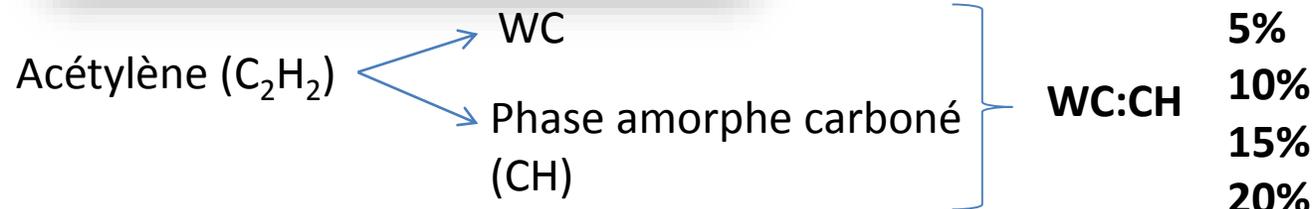
- Forte utilisation dans l'industrie pour la réalisation de pièces mécaniques

=> Pulvérisation de W dans Ar/C₂H₂ ou WC dans Ar



Cible métallique

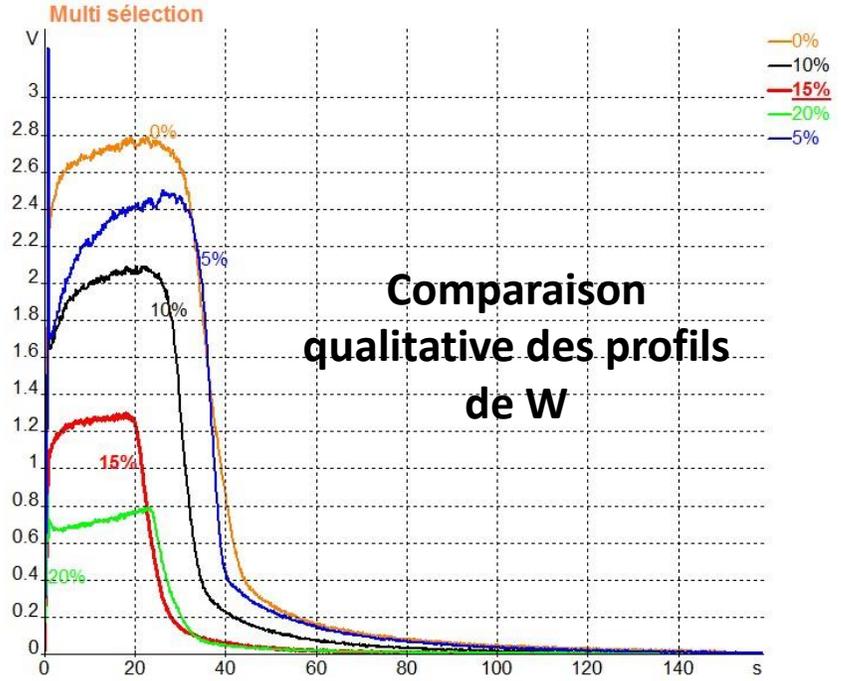
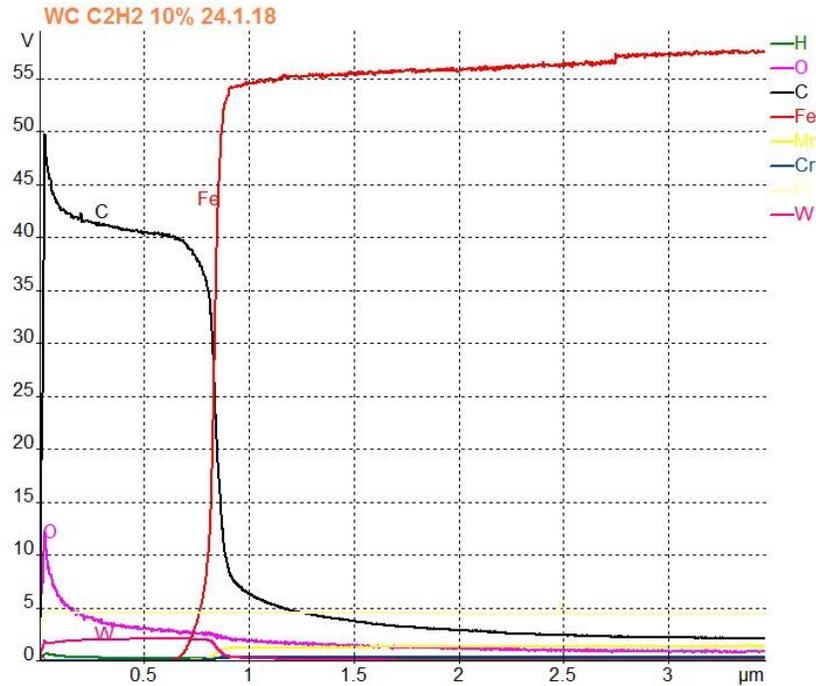
Gaz neutre	dépôt
Ar	Même nature que la cible
Gaz réactif	Composé
CH _x	Carbure



Caractérisation CRITT-MDTS

Caractérisations chimiques : GDOES

Profil en profondeur du WC:CH 10%

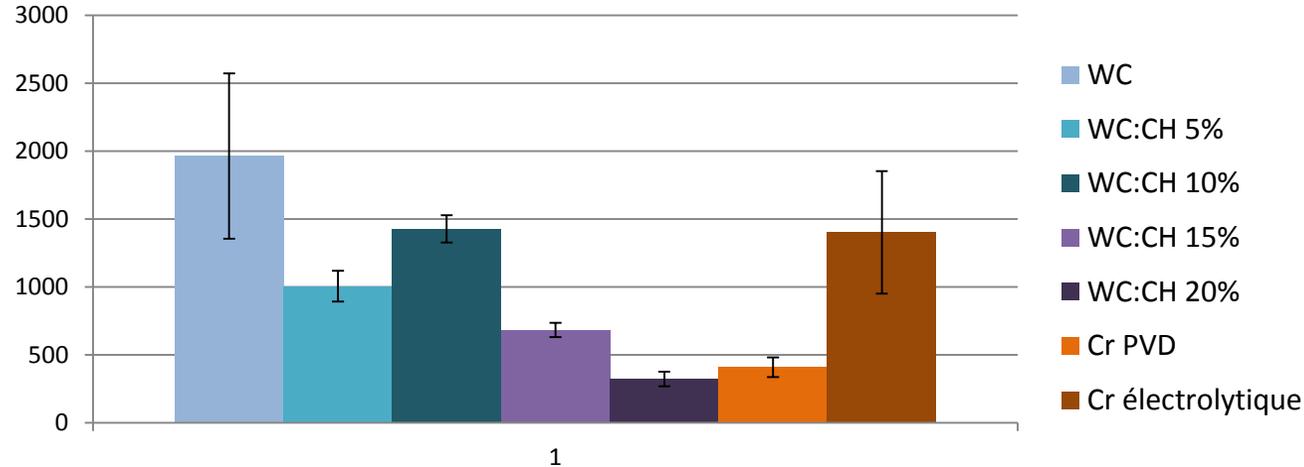


=> Estimation de l'épaisseur des dépôts :

WC	0.9 µm
WC:CH 5%	1.1 µm
WC:CH 10%	0.8 µm
WC:CH 15%	0.7 µm
WC:CH 20%	0.8 µm
Cr PVD	0.8 µm
Cr électrolytique	50 µm

Dureté et élasticité de la couche par nano-indentation

Dureté Vickers

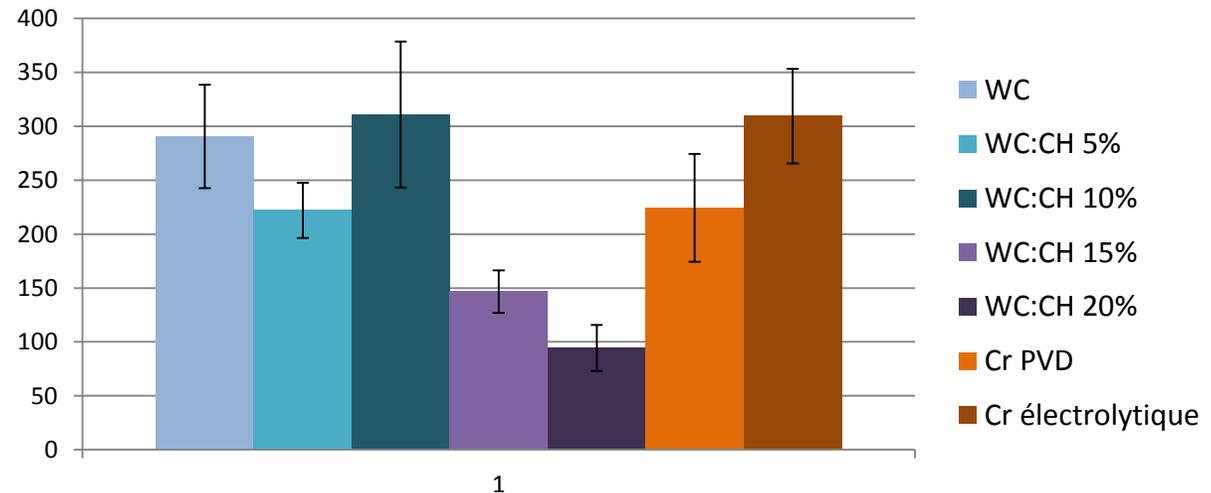


Conditions :

- de 0 à 100mN,
- 9 essais par dépôt

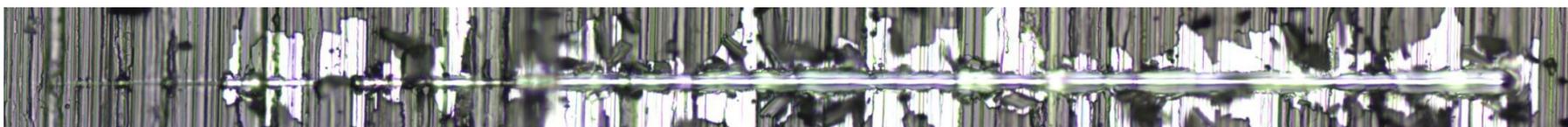
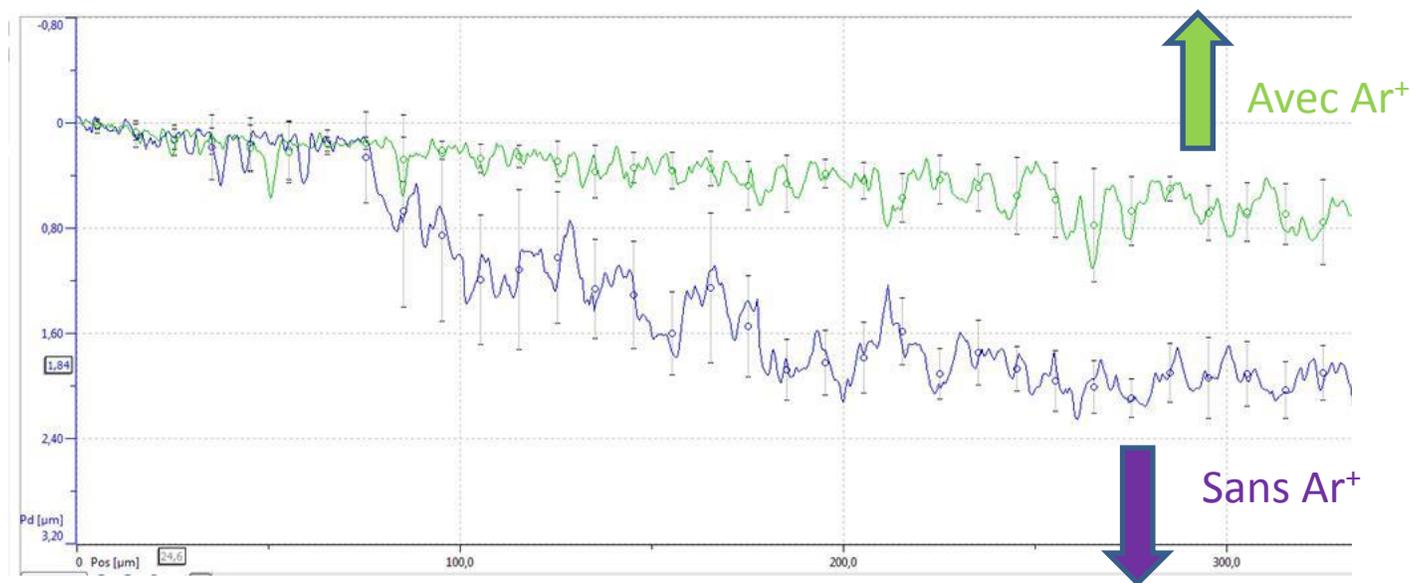
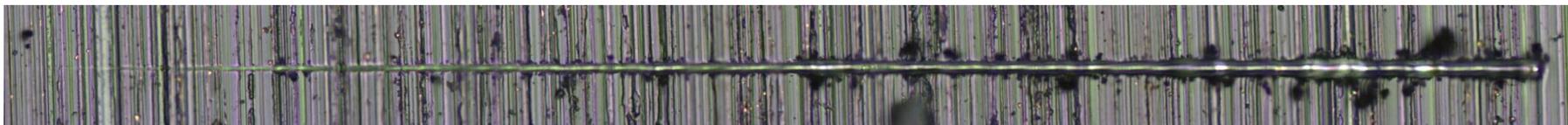
=> La dureté et le module d'élasticité diminuent avec l'augmentation de C_2H_2 et de la phase amorphe CH

Elasticité (GPa)



Adhérence des dépôts par scratch test

Dépôt Ti:CH 5% avec et sans préparation de surface in-situ par Ar⁺ :

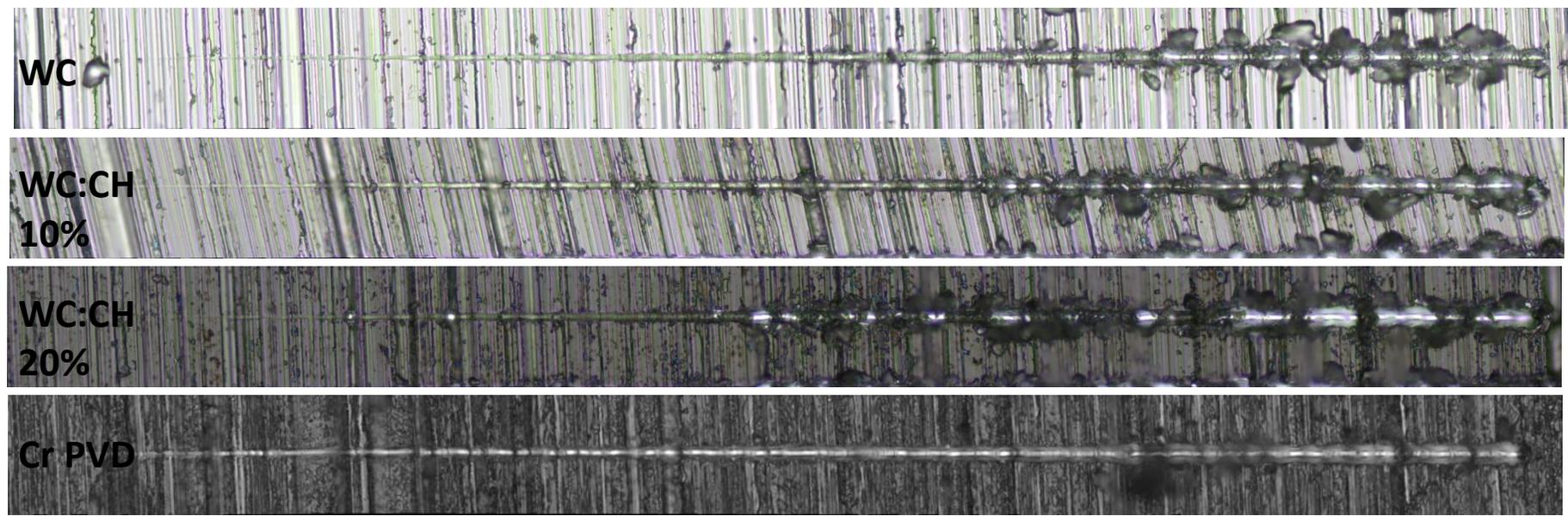
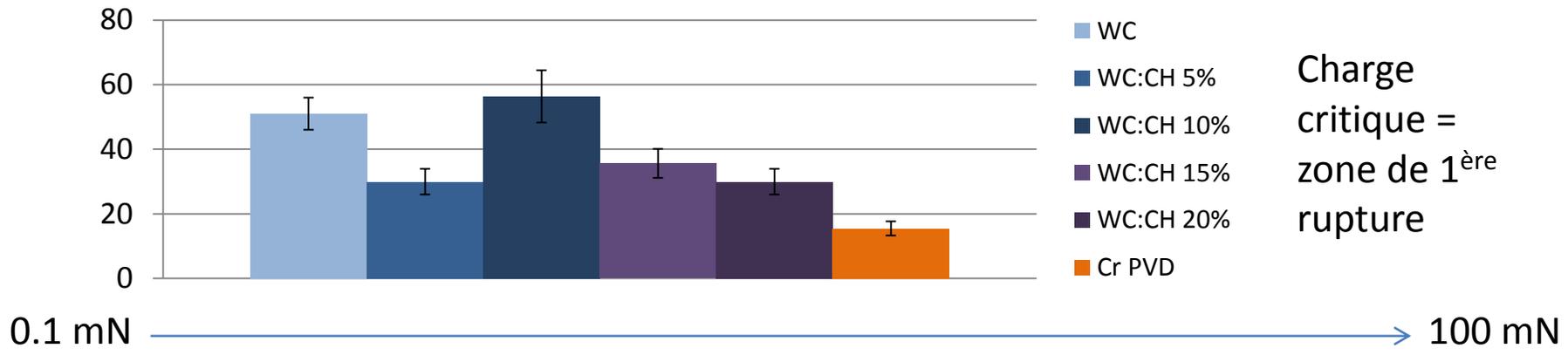


=> Importance de la préparation de surface

Caractérisation CRITT-MDTS

Adhérence des dépôts par scratch test

Charge critique (mN)



=> Diminution de l'adhérence avec la présence de C_2H_2

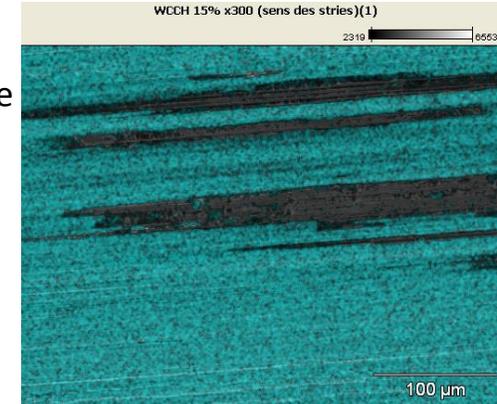
Tribomètre pion-disque

=> Mesure du coefficient de frottement avant destruction du dépôt

Conditions :

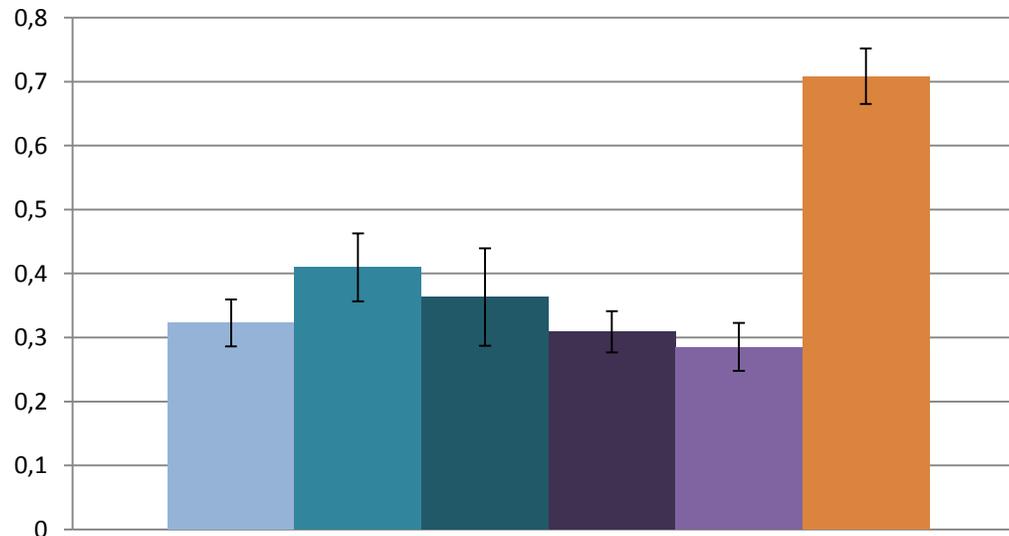
- Charge: 1N
- Bille alumine, Disque Acier
- Nombre de cycles: 4000

MEB-EDS des sillons d'usure en bleu présence de tungstène



1N : destruction partielle

Coefficient de frottement (CoF)

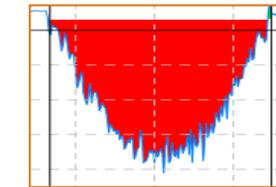
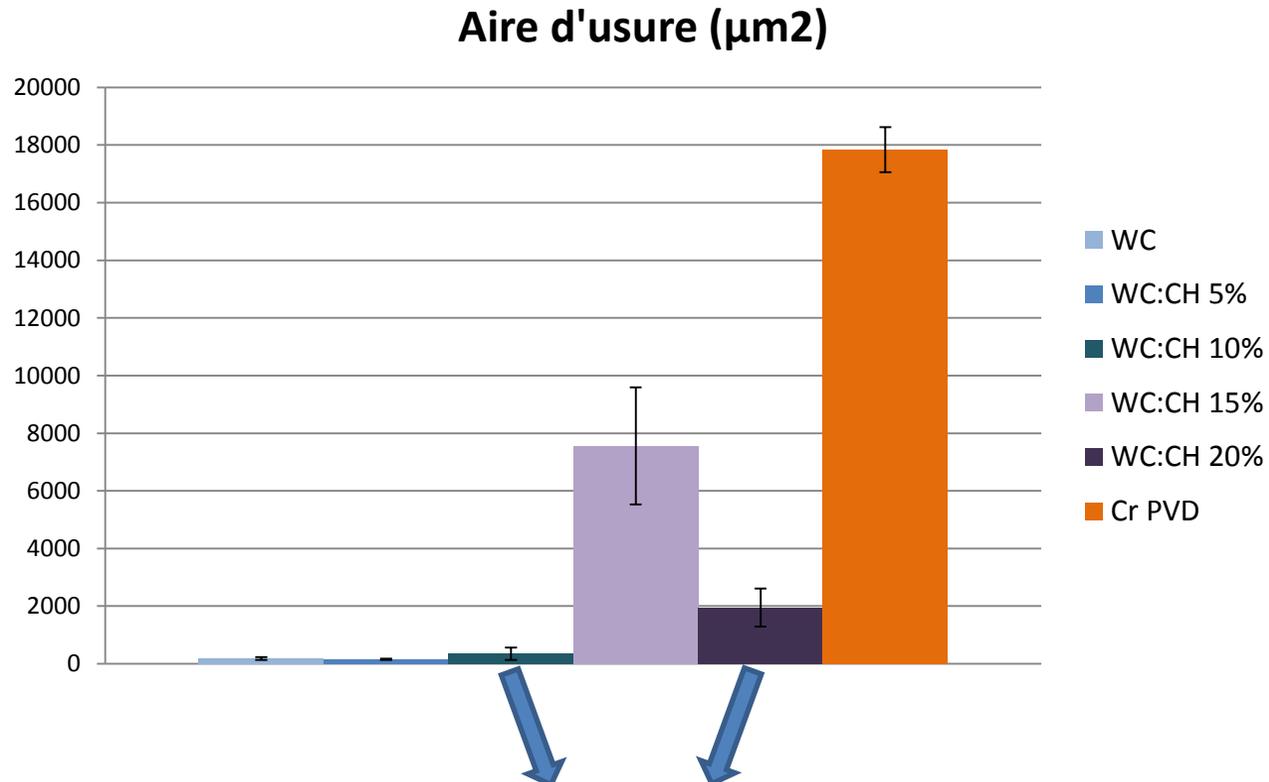


- WC 0%
- WC: CH 5%
- WC: CH 10%
- WC: CH 15%
- WC: CH 20%
- Cr PVD

=> Diminution du CoF avec l'augmentation de la phase amorphe CH

Tribomètre pion-disque

=> Mesure de l'aire d'usure des sillons après essai à 1N



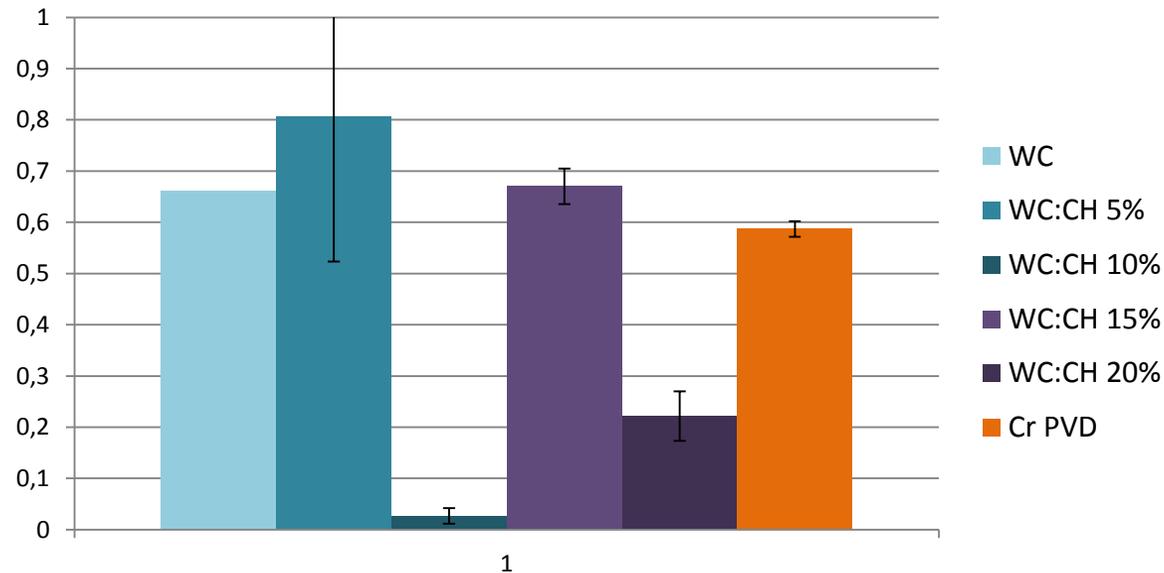
Sillon d'usure

=> Meilleur compromis coefficient de frottement - usure

Tribomètre forte charge

=> Mesure d'essai d'usure bronze vs acier revêtus WC:CH

Réduction taille des pions (mm)



Conditions :

- Charge: 150N
- Pion Bronze, Disque Acier
- Dans le sens des stries
- Nombre de cycles: 8000

=> Résistance à l'usure optimale pour le WC:CH 10%



Vue d'un essai à 20% C₂H₂

Conclusion

- Impact de la teneur en C_2H_2
- Meilleur compromis : WC:CH 10% (qui allierait une combinaison dureté / élasticité optimale afin de protéger sa surface de l'usure ainsi que celle de l'antagoniste)
- La dureté et le module d'élasticité du chrome électrolytique équivalent à celui du WC:CH 10% (à comparer avec les autres essais)
- Solution de substitution au $Cr 6^+$

Merci pour votre attention

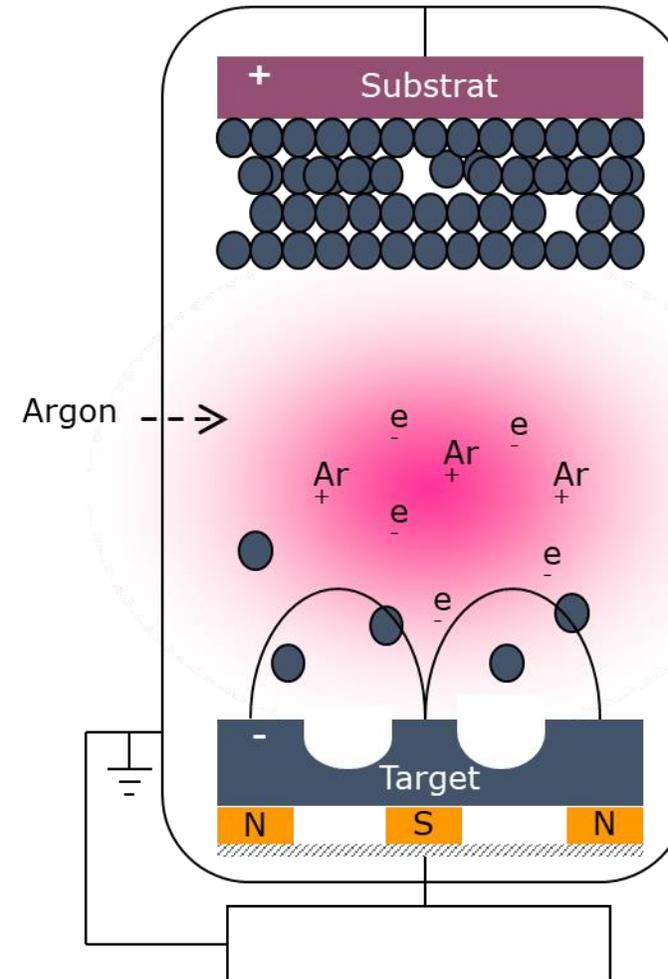
INTÉRÊT DES TRAITEMENTS DE SURFACES EN VOIE SÈCHE POUR LA FABRICATION ADDITIVE EN PRÉ-TRAITEMENT?

DÉPÔTS PLASMA SUR POUDRE LIMITATIONS ?

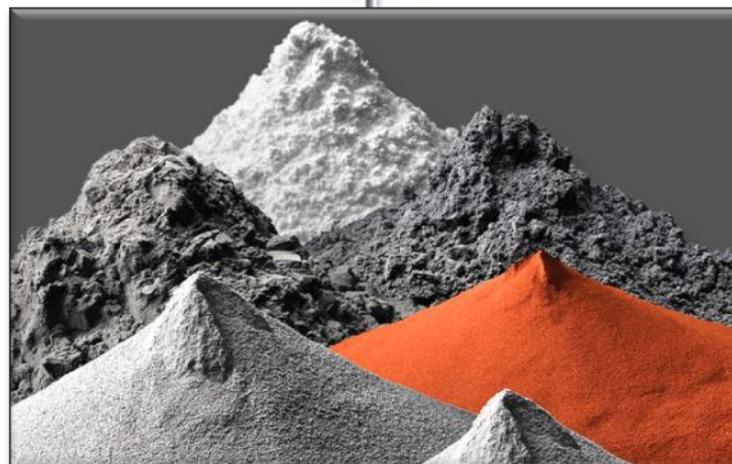
Coating formation on the substrate by condensation of materials

Transport of material towards the substrate surface

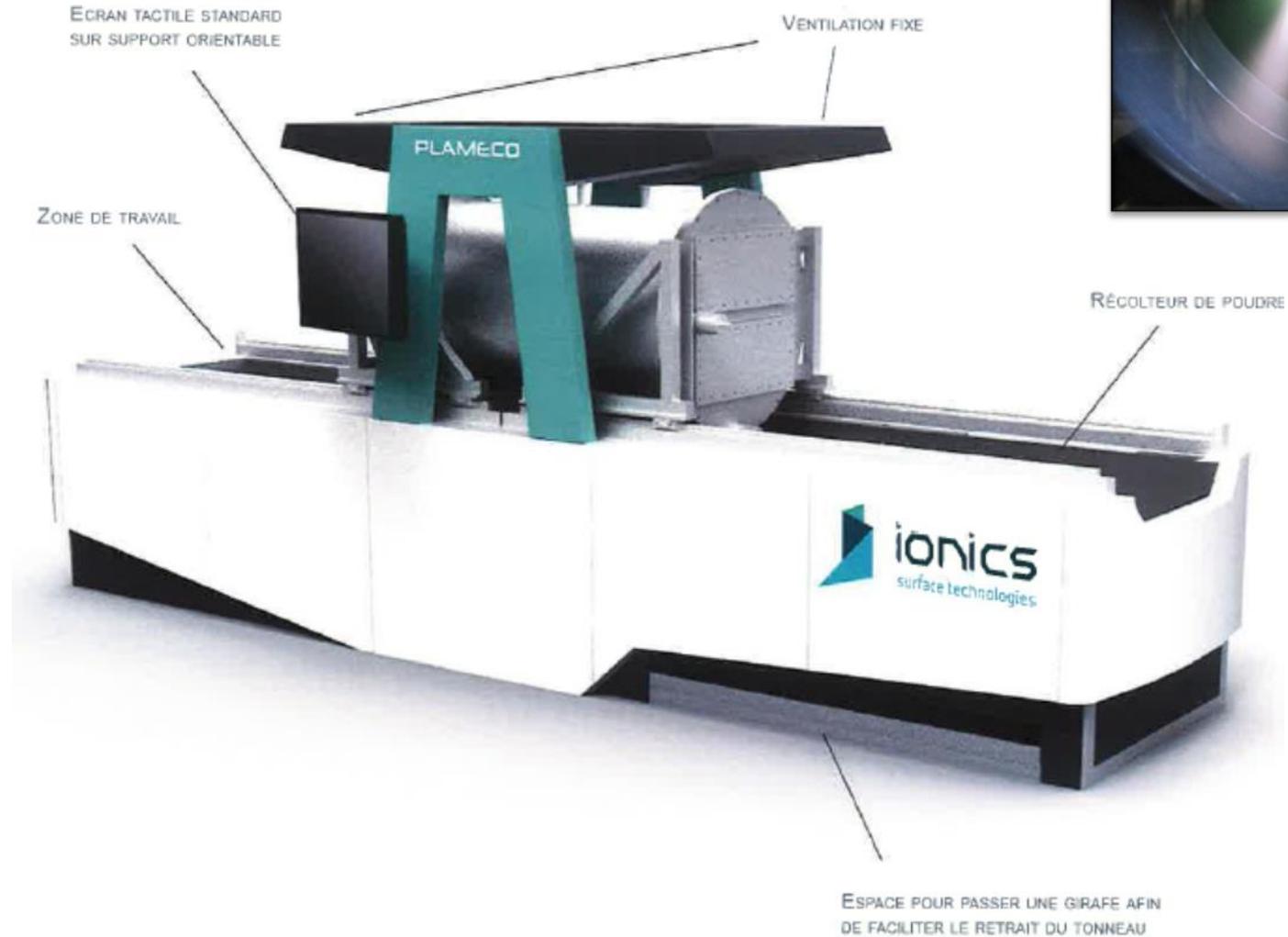
Incorporation of materials in the transport media



DÉPÔTS PLASMA SUR POUDRE ?



PLAMECO-SYSTEM



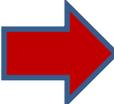
In needs of new powders

- ...Unusual alloys
- ...Core shells structures
- ... Enhanced processes



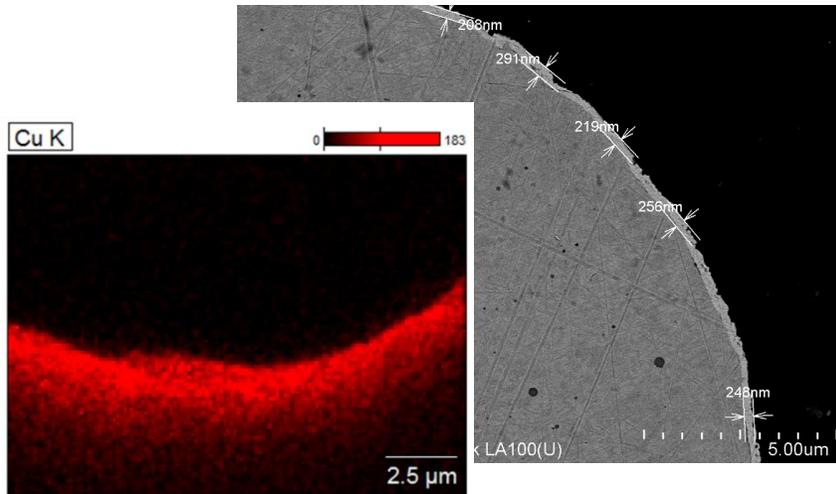
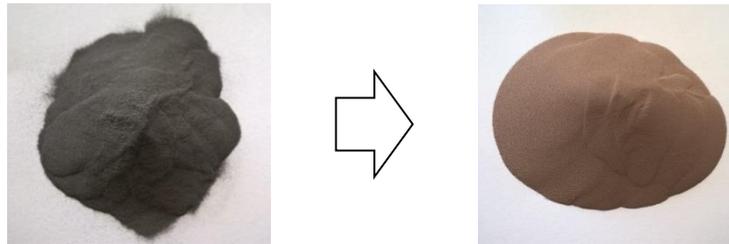
For R&D or niche markets

And no atomizer plants
at home

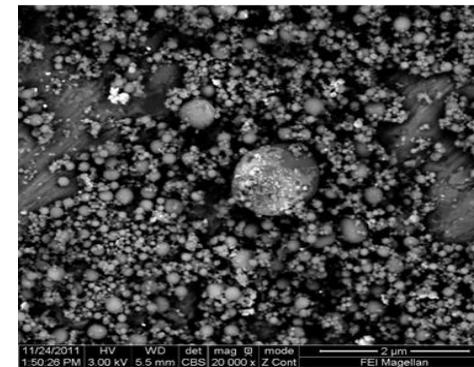
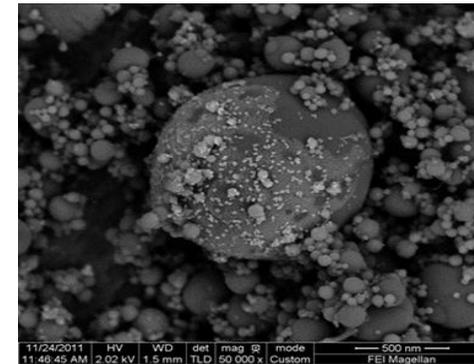
 ***PVD treatment***

COATING SUR POUDRES

Core shell structure
Cu on Zn-powder (60 μm diam)

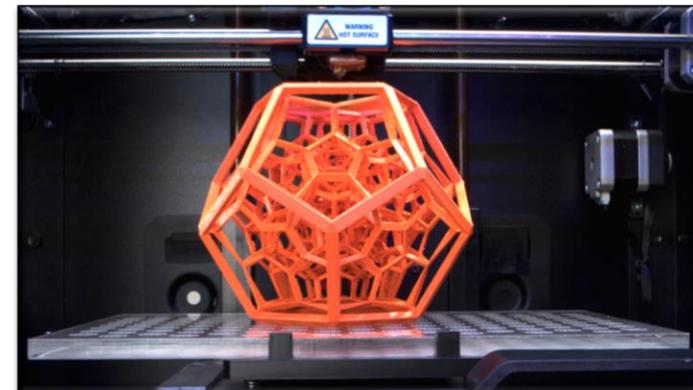


Décoration de poudre
Au sur billes de verre (100 μm diam)



Applications & résultats

- ▶ Additive Manufacturing
- ▶ Thermal spraying
- ▶ Technical sealing
- ▶ Composite materials
- ▶ Sintering processes
- ▶ Catalysis
- ▶ ...



Core-shell structures for AM

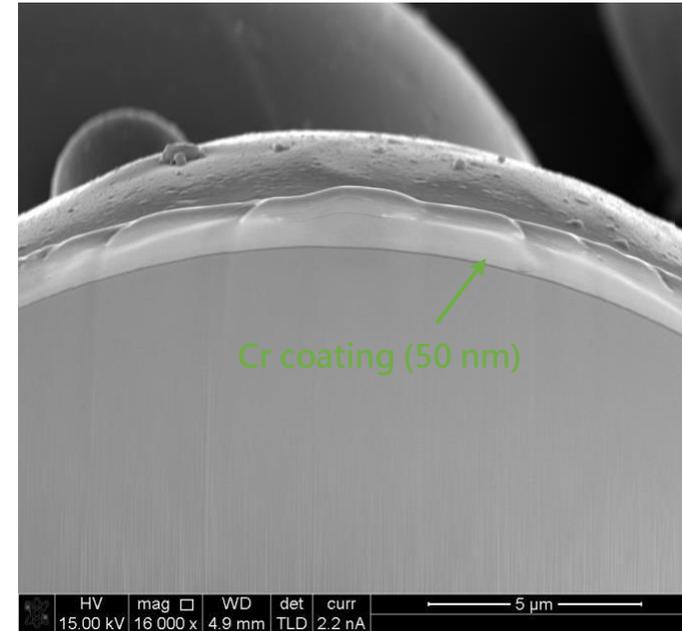
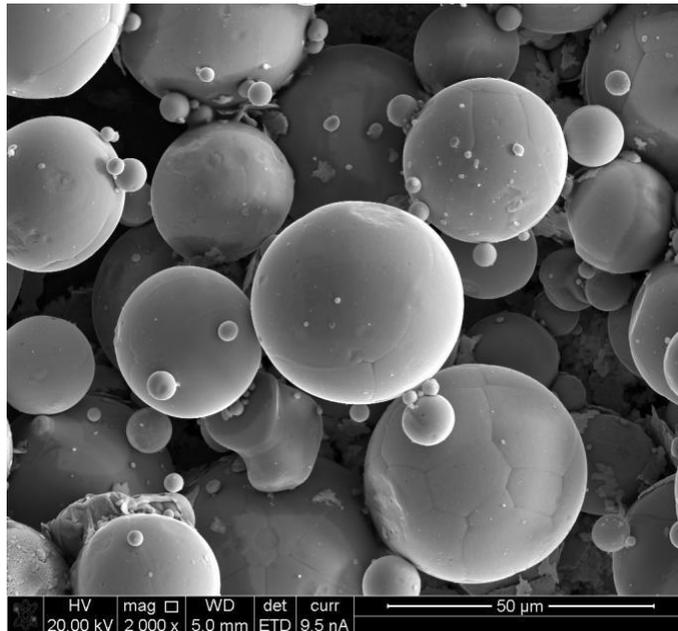
- ▼ Une nouvelle approche pour une production de poudre sur mesure pour l' AM
 - ▼ Motivation
 - ▼ **Energie LASER absorbée** (absorptivity) **ou réfléchi** dans la chamber process (reflectivity) par la lit de poudre
 - ▼ L'absorption de la poudre dépend de la longueur d onde du LASER et la nature du lit de poudre
 - ▼ Les hautes réflectivités de certains matériaux (aluminium, cuivre), la non absorption, requiert des hautes puissances LASER
-  **Coating sur poudre pour améliorer l absorption LASER**

Core-shell structures for AM

- ▼ Poudre
 - ▼ **Cu** (gas atomization) from 20-45 μm
- ▼ PVD-coating
 - ▼ **Cr** : 0.14 and 0.93 wt%
(morphologie, coulabilité et absorption)
 - ▼ **Ti** : 0.18 and 1,1 wt%
(morphologie, absorption et porosité)

Cr on Cu-powder

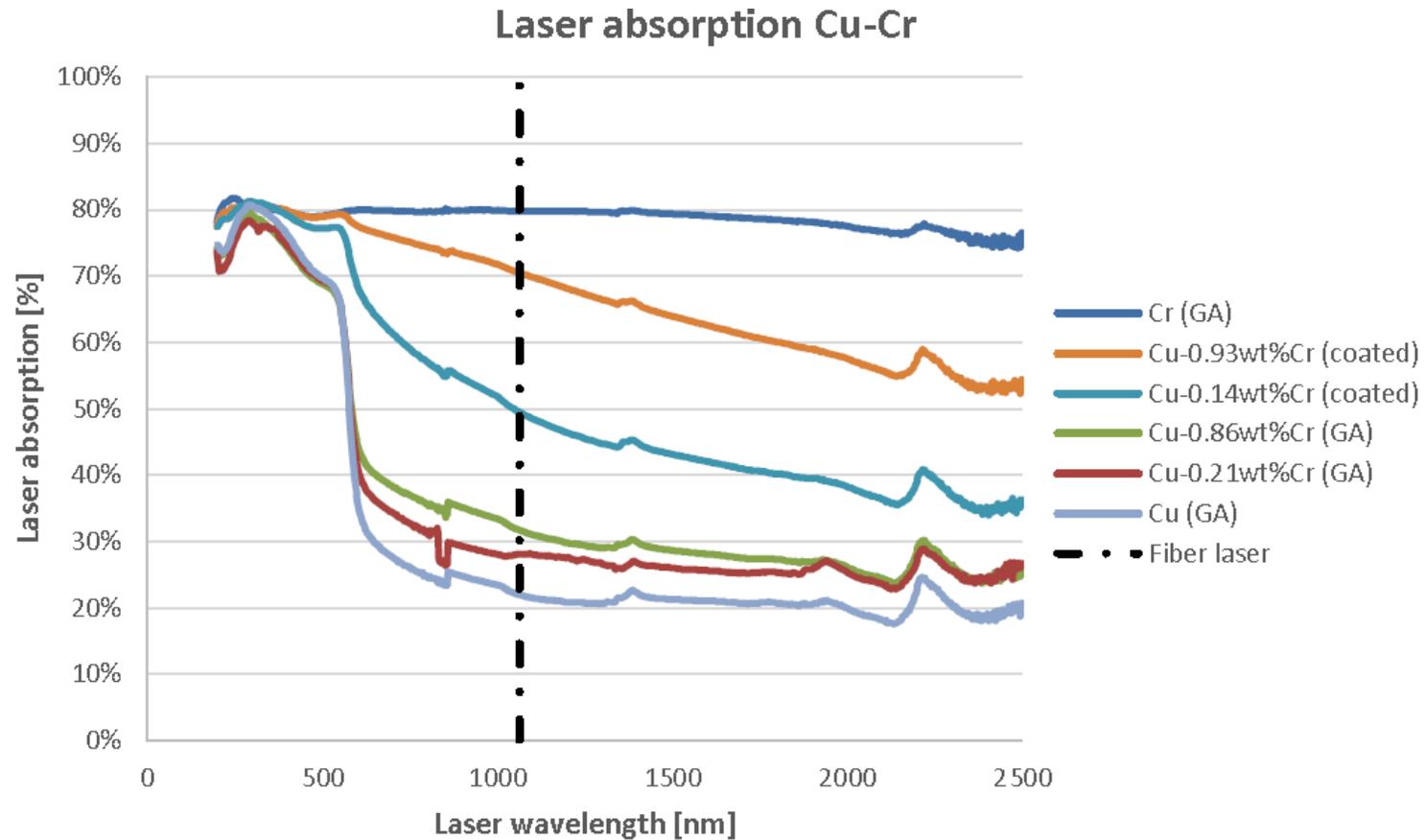
- ▾ Morphologie – après PVD-coating



Poudre Cu , revêtue par PVD avec Cr (**Cu-0.93wt%Cr**): image MEB de la poudre (gauche), vue en coupe d'un grain de poudre revêtu d'un coating chrome (droite).

Cr on Cu-powder

▾ Absorption LASER des poudres de Cuivre



Cr on Cu-powder

- ▾ Absorption LASER des poudres de Cuivre

Table 3: Laser absorption of the powder for a fiber laser ($\lambda = 1064 \text{ nm}$).

Laser absorption at $\lambda = 1064 \text{ nm}$ [%]	
Cr	79.8%
Cu-0.93wt%Cr (coated)	70.5%
Cu-0.14wt%Cr (coated)	49.5%
Cu-0.86wt%Cr (GA)	31.7%
Cu-0.21wt%Cr (GA)	28.0%
Cu (GA)	21.9%

Poudre de Cu recouverte de Cr montre une amélioration de l'absorption du LASER

Cr on Cu-powder

▾ Coulabilité des poudres

Table 2: Dynamic Angle of Repose: average angle, avalanche angle and their standard deviation.

	Average angle [°]	Standard Deviation [°]	Avalanche angle [°]	Avalanche angle Standard deviation [°]
High purity Cu	Cut-off	Cut-off	Cut-off	Cut-off
Cu-0.14wt%Cr (coated)	30.15	2.98	31.7	1.955
Cu-0.93wt%Cr (coated)	31.1	1.28	32.3	1.12
Cu-1Cr (GA)	39.1	9.33	48.4	9.38

➡ Les poudres de cuivre de hautes puretés montrent une mauvaise coulabilité

(Average angle cut-off of 40°)

Coulabilité faible due à la presence de satellite sur les poudres.

➡ Les poudres revêtues powder montrent une bonne coulabilité

(Average angle cut-off of 30°)

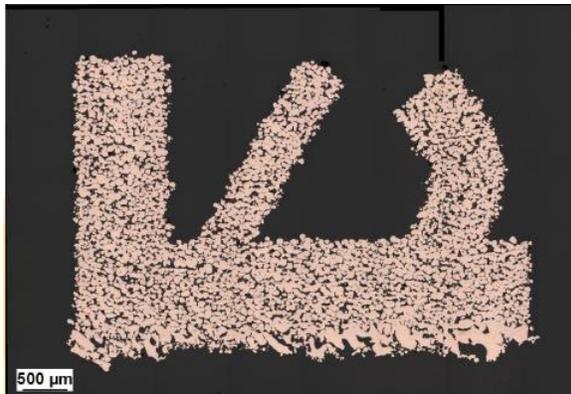
Le revêtement Cr tend a diminuer la tendance à l agglomeration et augmente le glissement des grains

Ti on Cu-powder

- Absorption LASER de la poudre

Laser absorption at $\lambda = 1064 \text{ nm}$ [%]	
Cu (GA)	21,9%
Cu-0,18wt%Ti(coated)	66%
Cu-1,1wt%Ti(coated)	85%

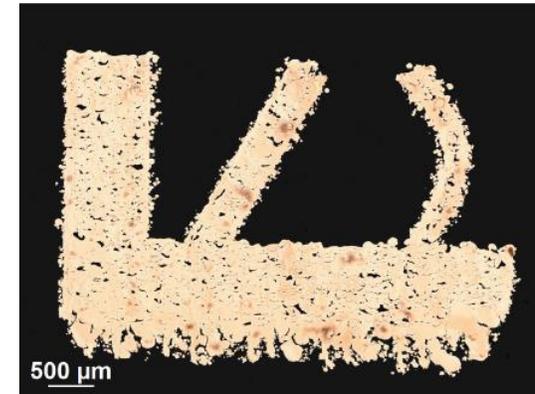
- SLM trials



Pure Cu-powder
23,4% Porosity



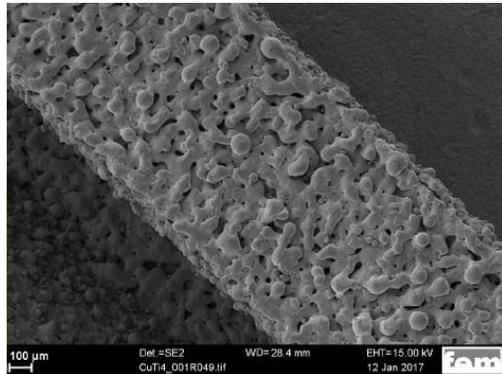
Ti-coated Cu-powder 0,18
wt%
17,6% Porosity



Ti-coated Cu-powder 1,1
wt%
3,5% Porosity

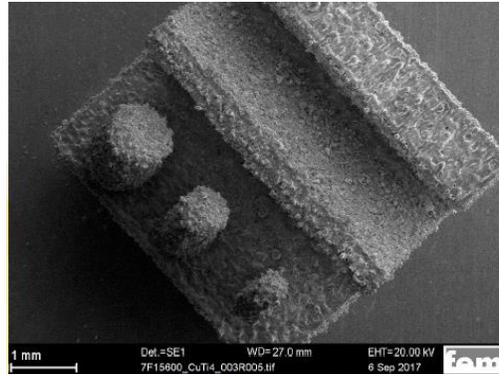
Ti on Cu-powder

SLM trials



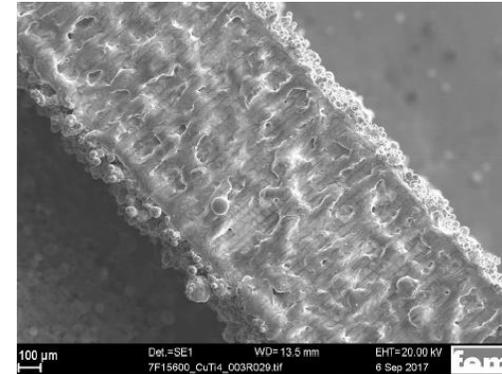
Coated Cu-powder 0,18
wt%

17,6% Porosity



Coated Cu-powder 1,1
wt%

3,5% Porosity

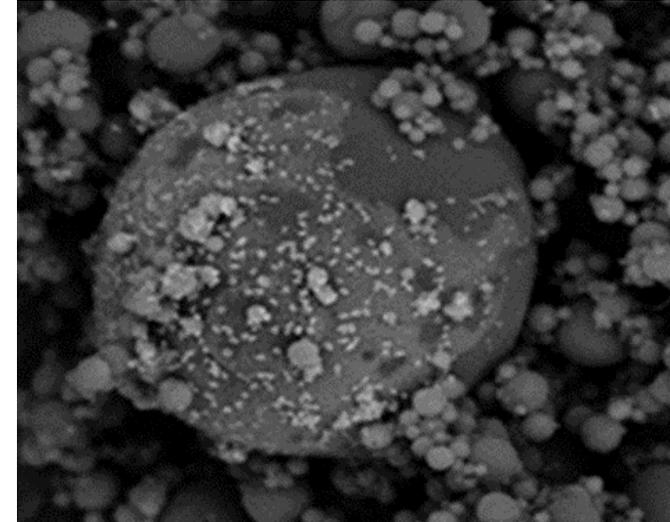


- Dû à la **meilleure absorption énergétique** des poudres la **porosité** des pièces procédées peut être abaissée à **3-8%**
- L'absorption d'énergie par les poudres dépend de la quantité de titane ajoutée.
- Une amélioration des alliages entre le cuivre et le Titane permet d'abaisser le niveau de porosité des objets finis

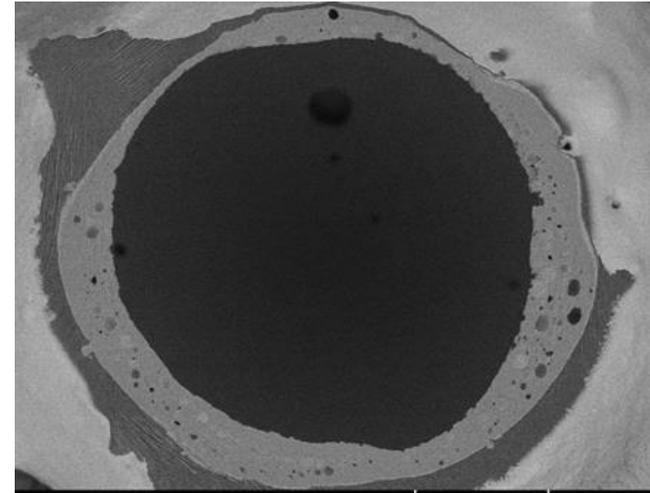
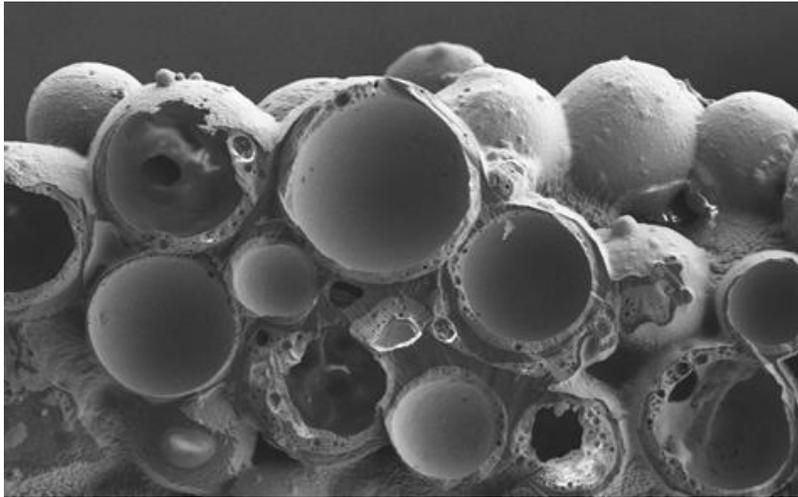
Autres fonctionnalités possibles par le traitement de la surface de poudre pour la fabrication additive

Alloying for AM

- ▶ Contrôle fin de la composition d'alliage
- ▶ Modification des poudres commerciales
- ▶ Pseudo poudre alliées ... pas de processus de mélange ou d'alliage
- ▶ Tout type d'éléments peuvent être ajoutés (Ti, B, W, P...)



Coating of hollow sphere for composite materials



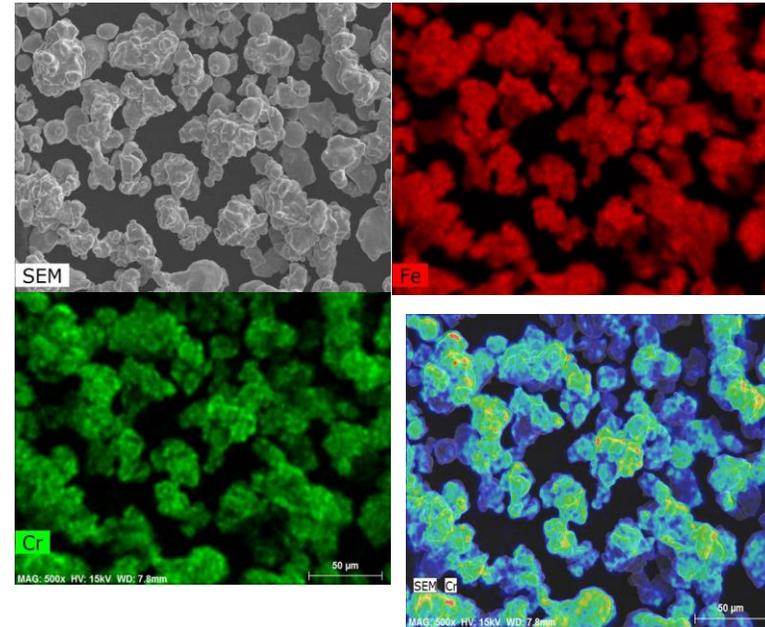
- ▶ Matériaux super-légers
- ▶ Nouveaux composites par fabrication additive?



TECH2FAB

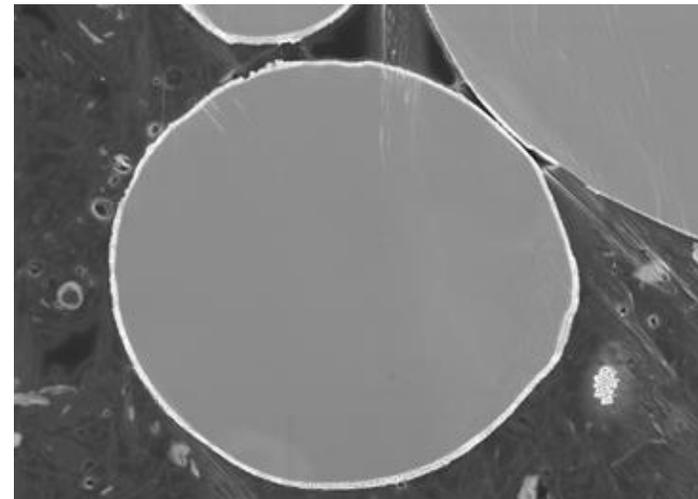
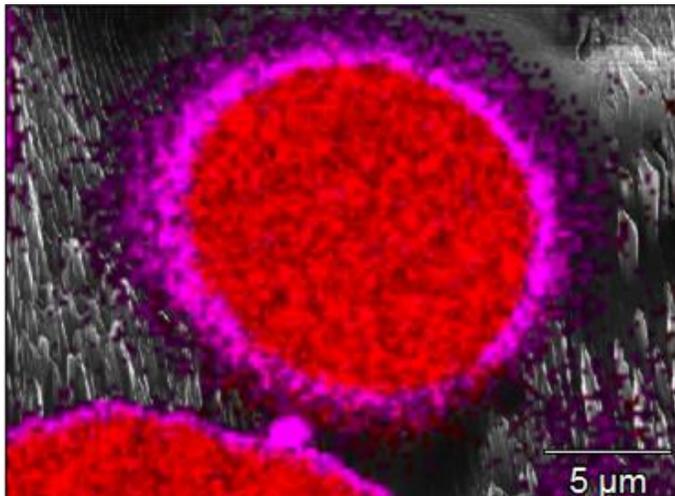
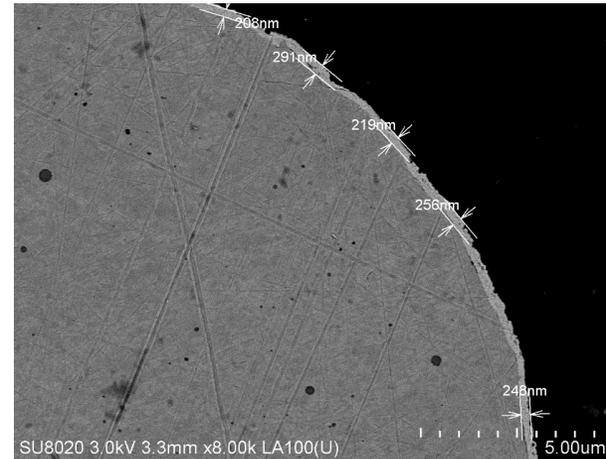
Coating on ceramic powders for sintering processes

- ▶ Métallisation de céramique pour synthèse de composites
- ▶ Résistance à l'oxydation accrue
- ▶ Amélioration de processabilité pour SLM
- ▶ Aspect esthétiques en frittage

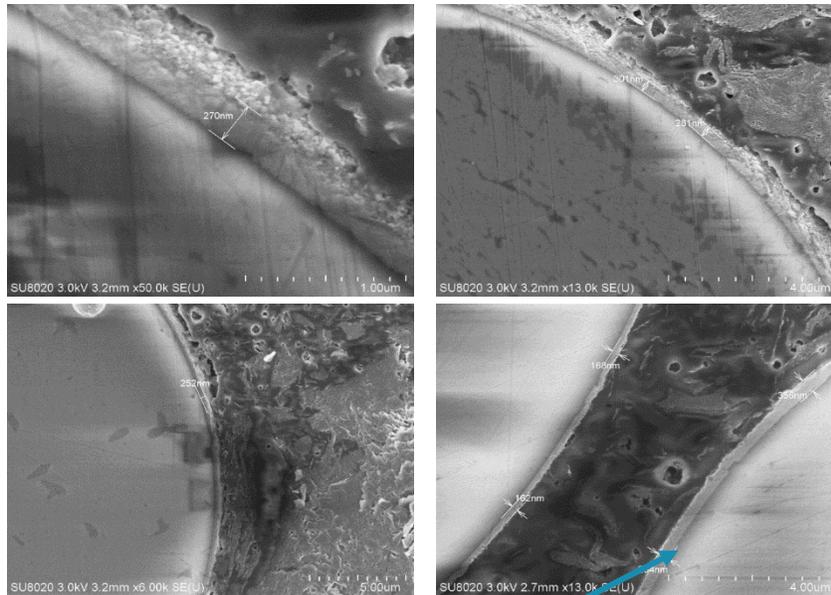


Core shell structures for technical bonding

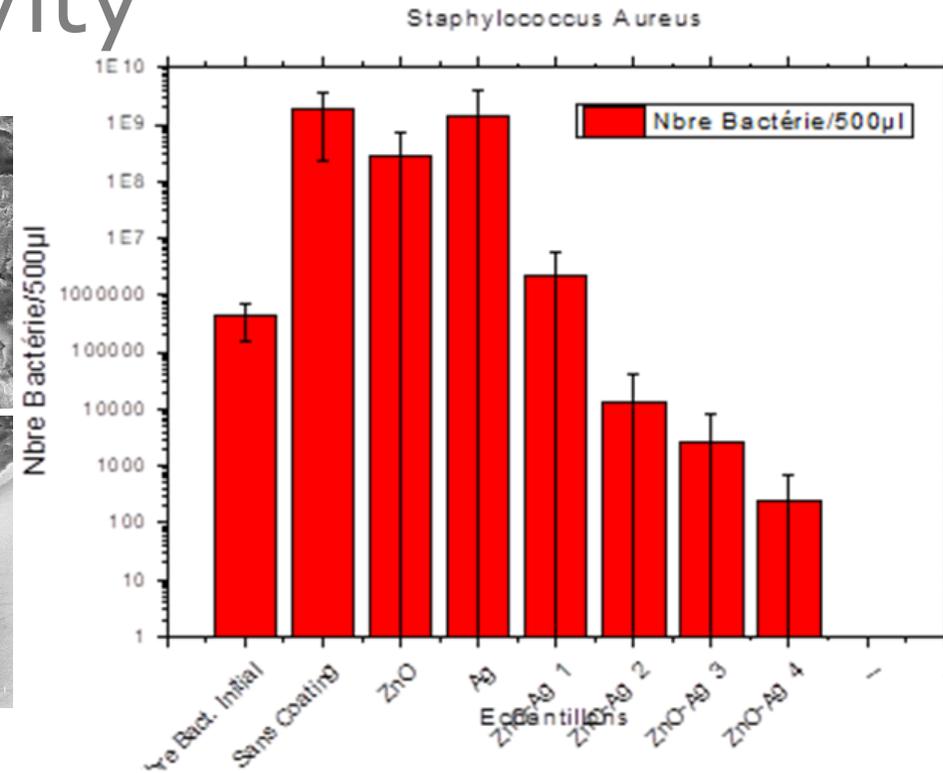
- ▶ Poudre avec structure core shells d'argent
- ▶ Très hautes conductivités électrique des poudres
- ▶ Meilleur control du procédé
- ▶ Plus de 30% d'Ag économisé



Core shell structures for antibacterial activity



ZnO-Ag films deposes sur billes de verre



Nombre de bactéries pour 500µl de solution en fonction de la nature du revêtement (Staphylococcus Aureus)

Conclusions

Poudres traitées par plasma:

- ▶ Core shell structures
- ▶ Alliage de spécialité
- ▶ Intensification / amélioration des procédés

UD1 propose :

- ▶ La technologie de revêtement adaptées au poudre
- ▶ La possibilité d'une caractérisation complète des revêtements

Merci pour votre attention

