

Frittage par micro-ondes

Anthony Thuault

Laboratoire des Matériaux Céramiques et Procédés Associés (LMCPA) – Maubeuge
Université de Valenciennes et du Hainaut Cambrésis (UVHC)

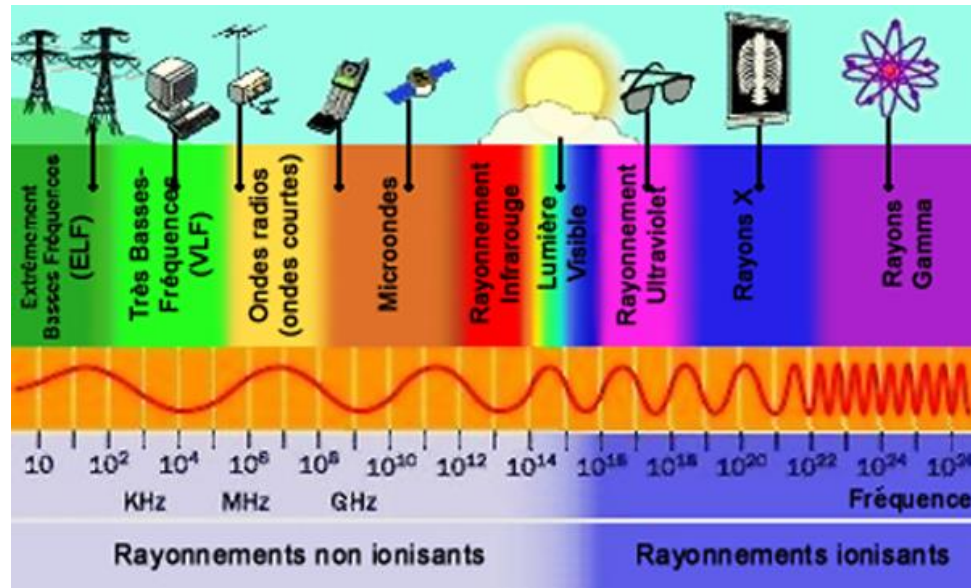


PRINCIPE DU CHAUFFAGE PAR MICRO-ONDES

Principe du chauffage par micro-ondes

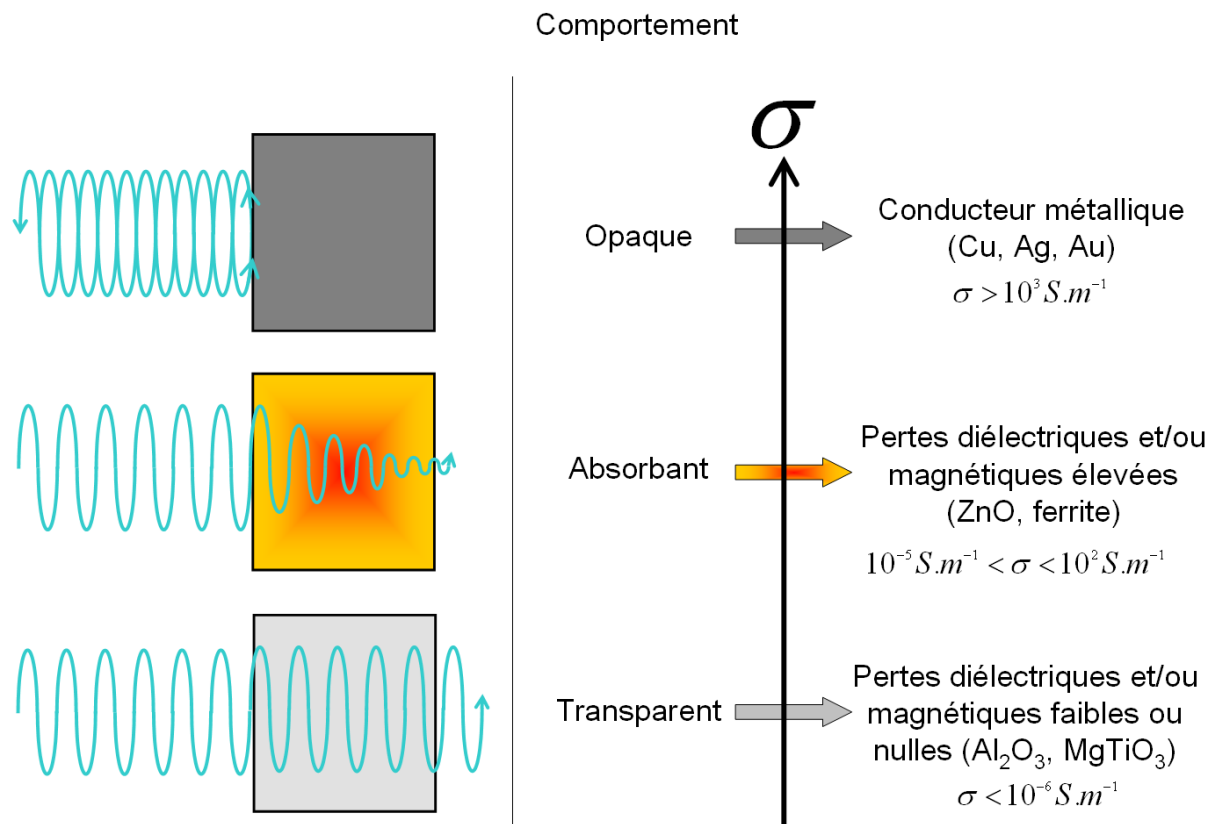
- Le rayonnement micro-ondes
 - Rayonnement électromagnétique caractérisé par une longueur d'onde et une fréquence

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



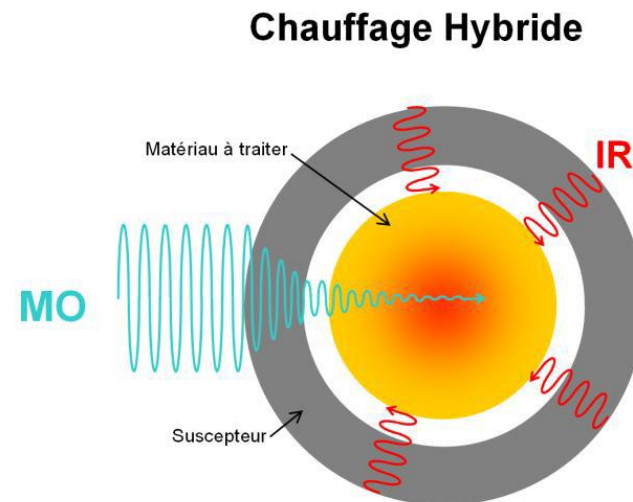
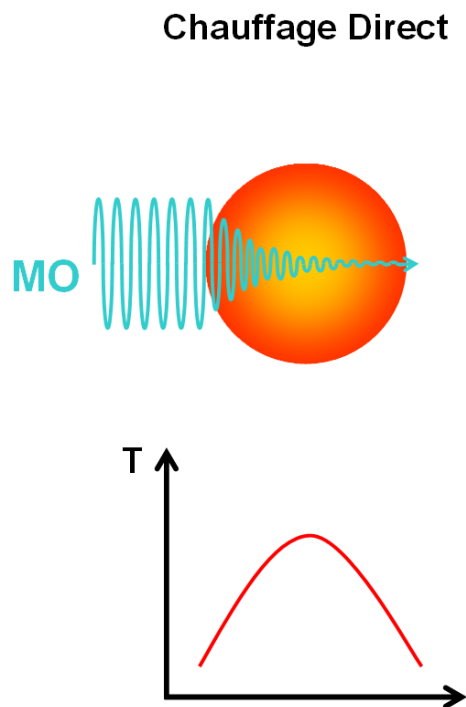
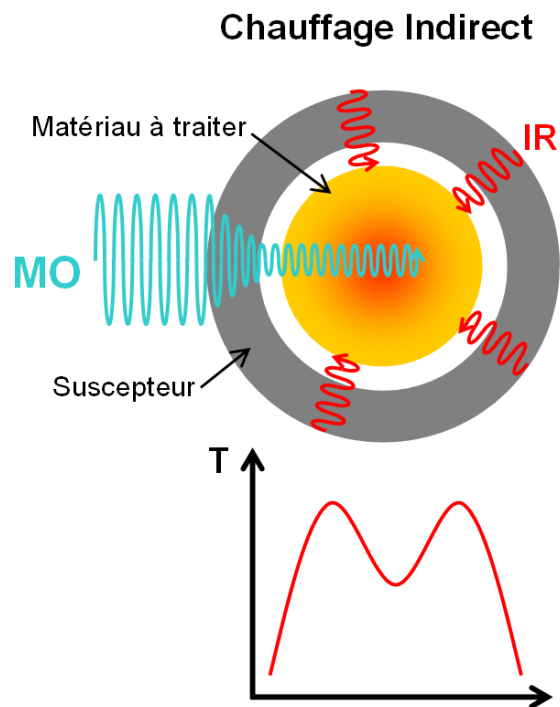
Principe du chauffage par micro-ondes

- Interaction micro-ondes / matière



Principe du chauffage par micro-ondes

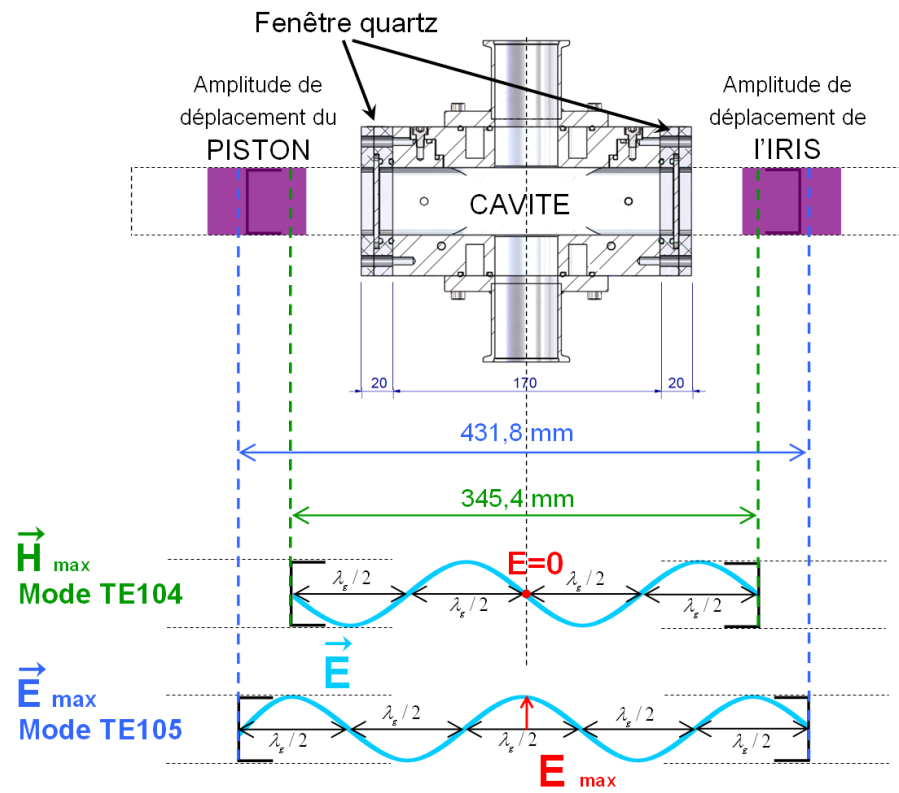
- Interaction micro-ondes / matière



DISPOSITIF MICRO-ONDES

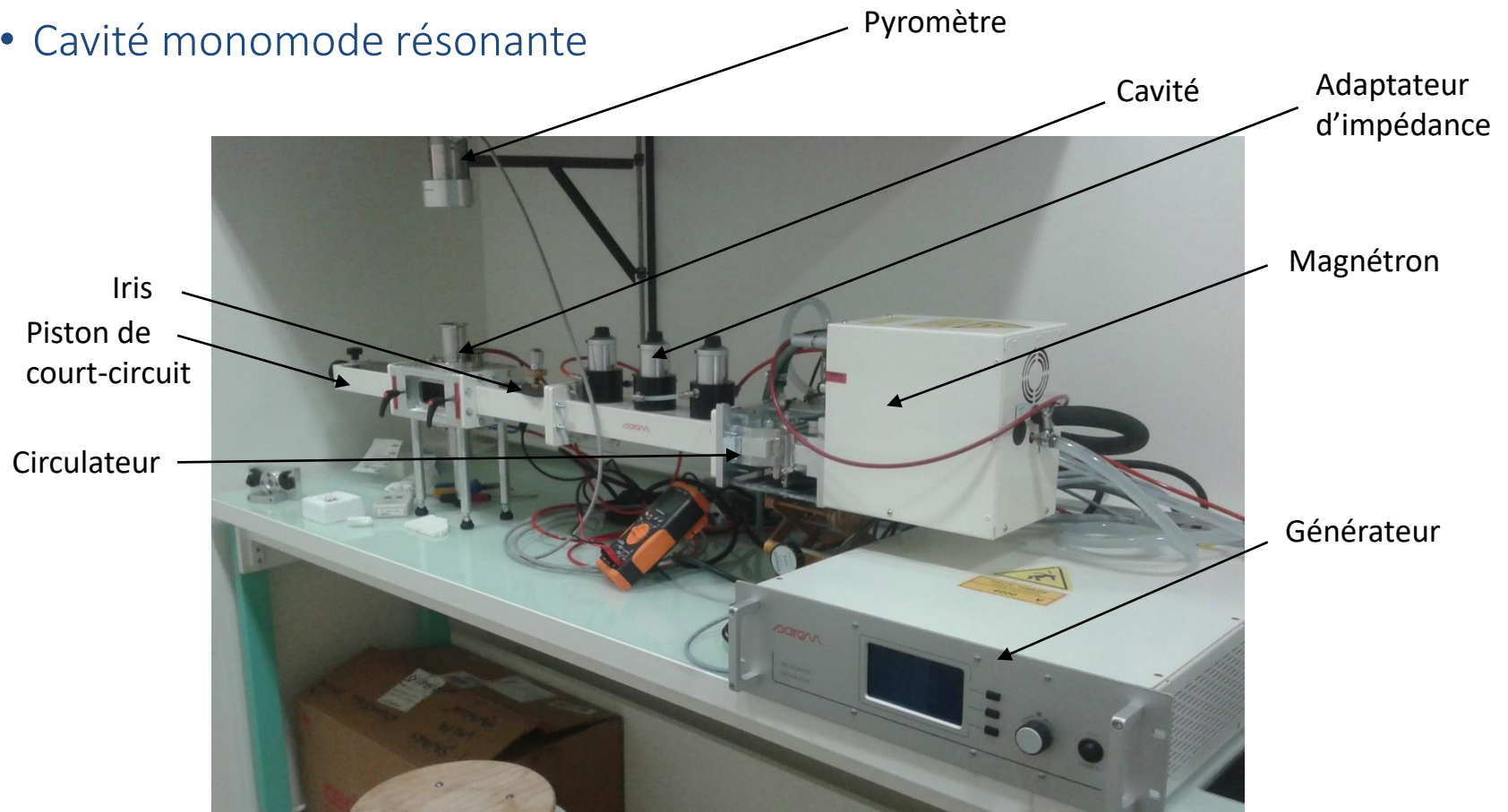
Dispositif micro-ondes

- Equipement Sairem
 - Mode TE₁₀₅



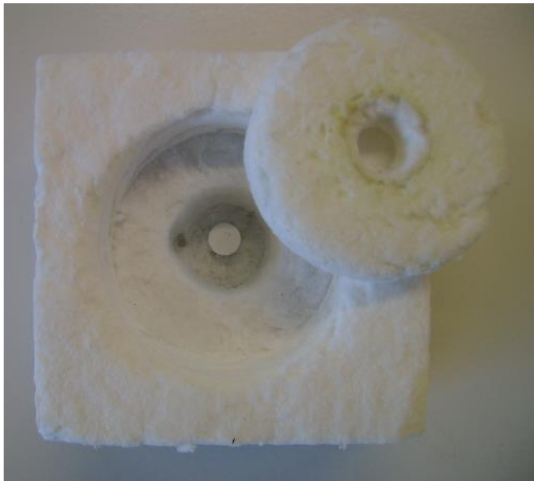
Dispositif micro-ondes

- Equipement Sairem
 - Générateur 2 kW, 2,45 GHz
 - Cavité monomode résonante



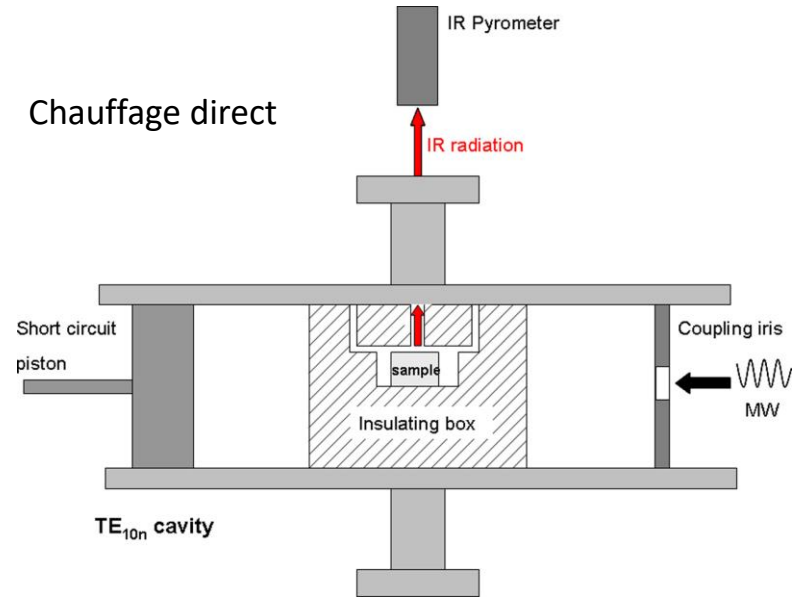
Dispositif micro-ondes

- Equipement Sairem
 - Chauffage direct / hybride

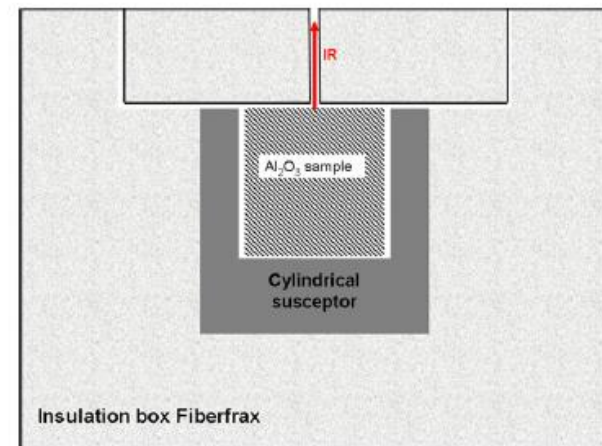


Dimensions maximales des pièces :
30 mm de diamètre, 12 mm de hauteur

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



EXEMPLE D'APPLICATION À L'ECHELLE LABORATOIRE : HYDROXYAPATITE

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 ?

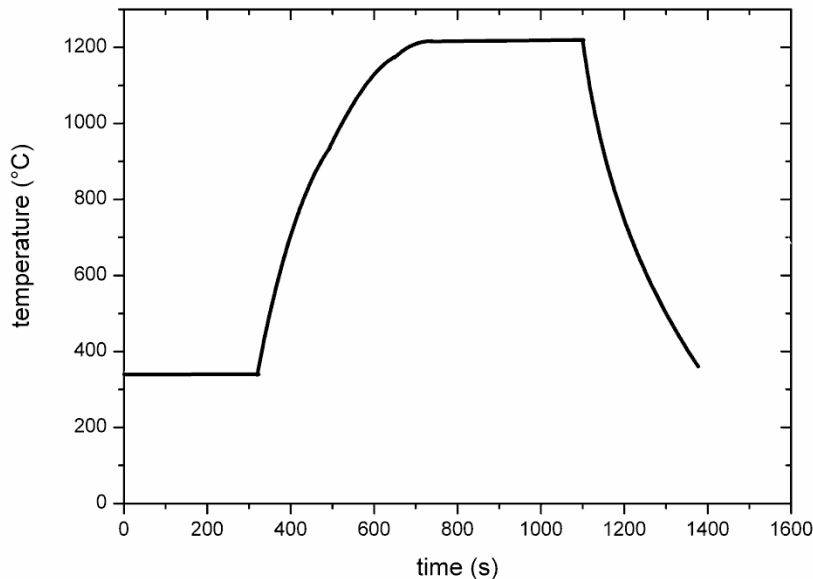
- Temps de traitements thermiques courts
- Faible consommation énergétique
- Microstructure fine
- Hautes propriétés mécaniques
- Traitement de pièces de formes complexes

Couplage possible avec les techniques de fabrication additive

- Obtention de substituts osseux personnalisés en quelques heures

Paramètres du cycle thermique

- Echantillons 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

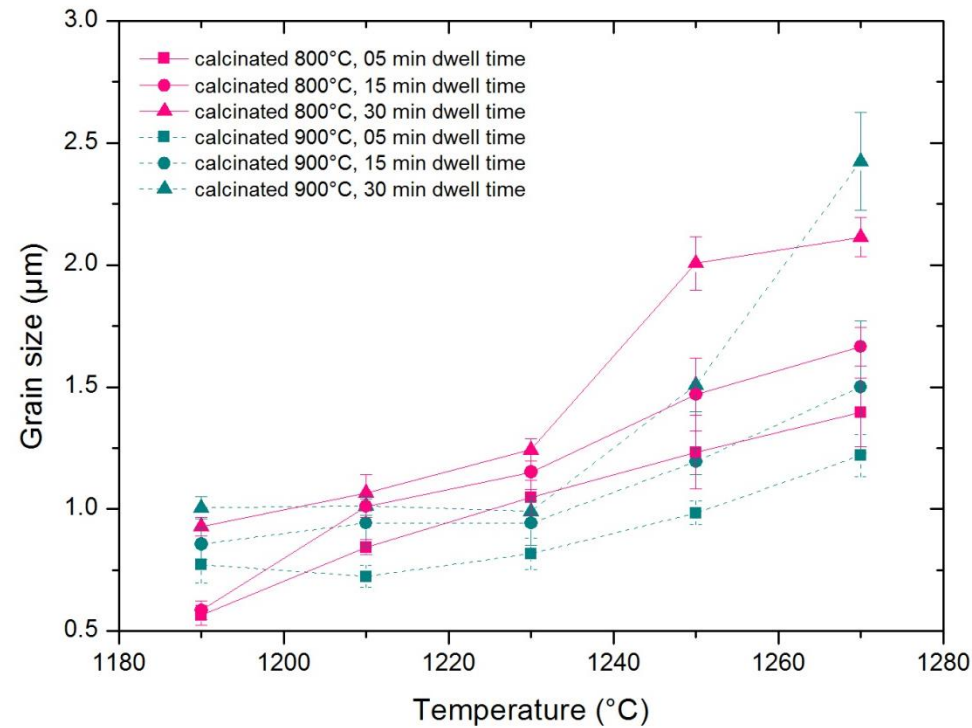
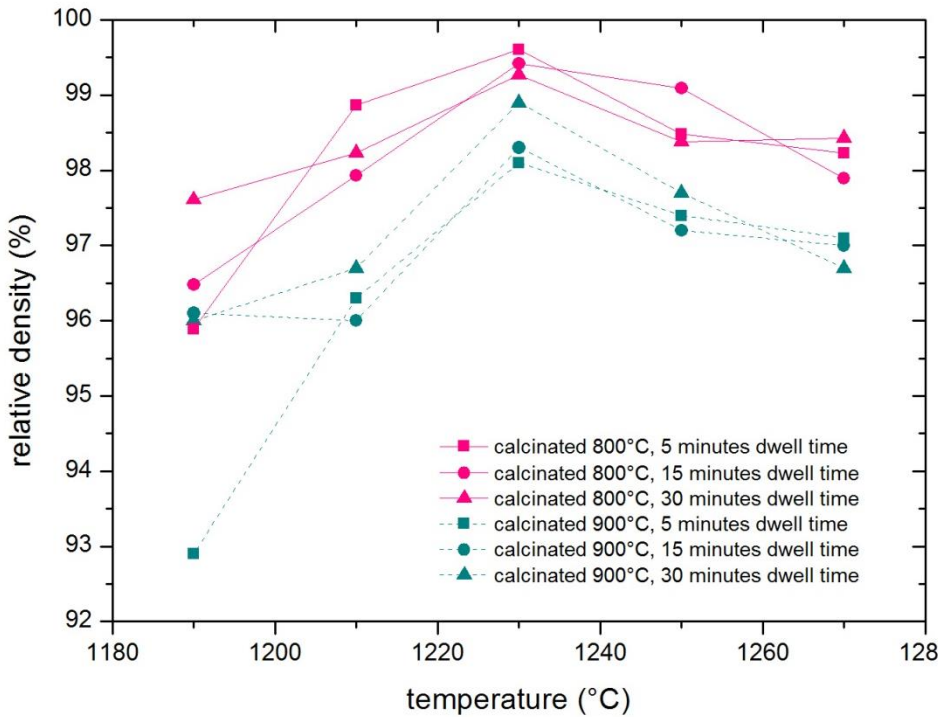


- 250 W durant 5 minutes pour initier le chauffage (350°C)
- 300/320 W pour atteindre la température de frittage en 5 minutes
- Descente à 350°C en 5 minutes

- Cycles thermiques très courts : 20 à 30 minutes

Etude microstructurale

- Deux poudres : $\sim 80 \mu\text{m}$ (calcination à 800°C) et $\sim 200 \mu\text{m}$ (calcination à 900°C)



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

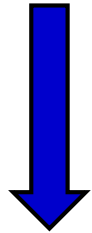
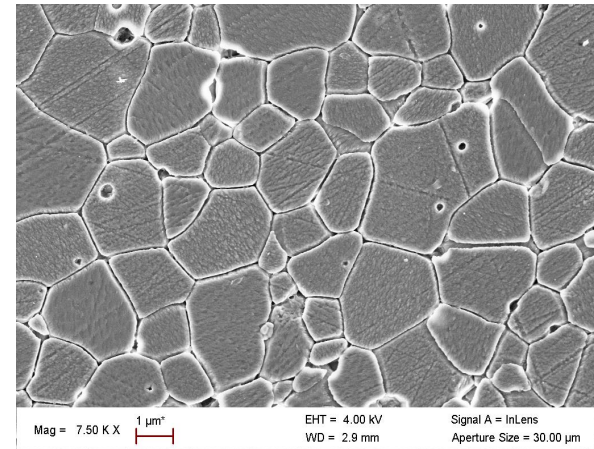
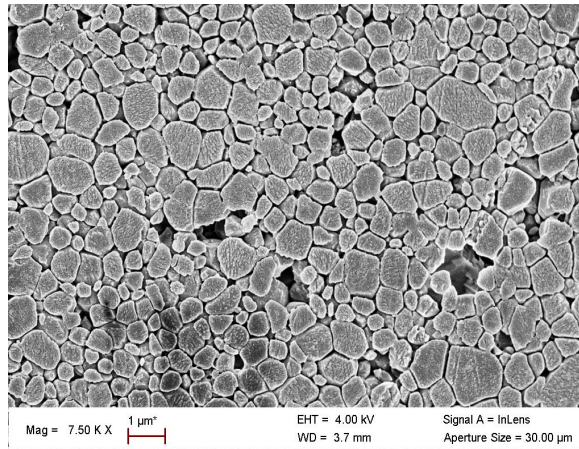
Etude microstructurale

1190°C

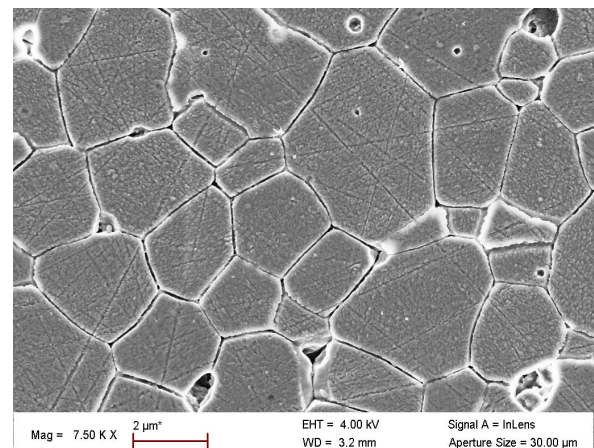
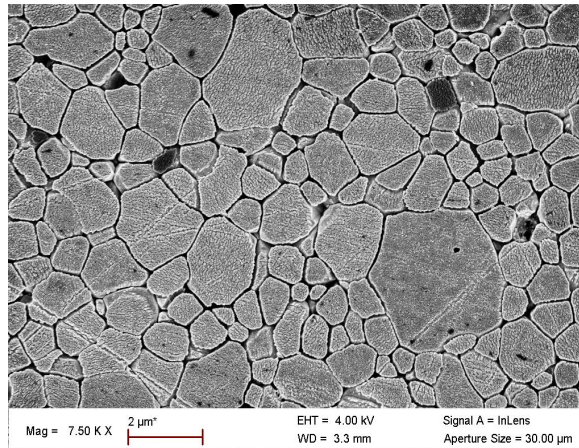


1270°C

5 min

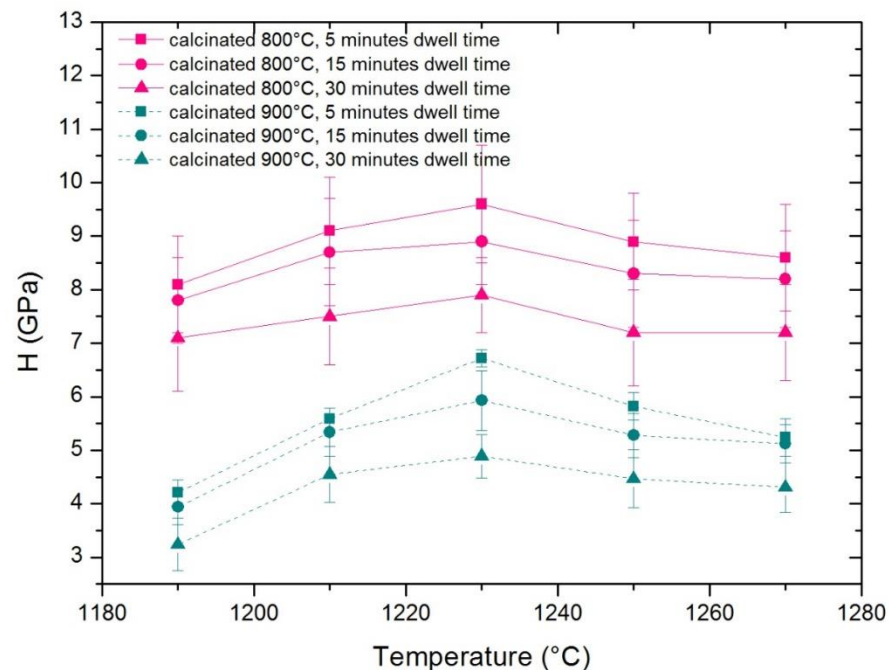
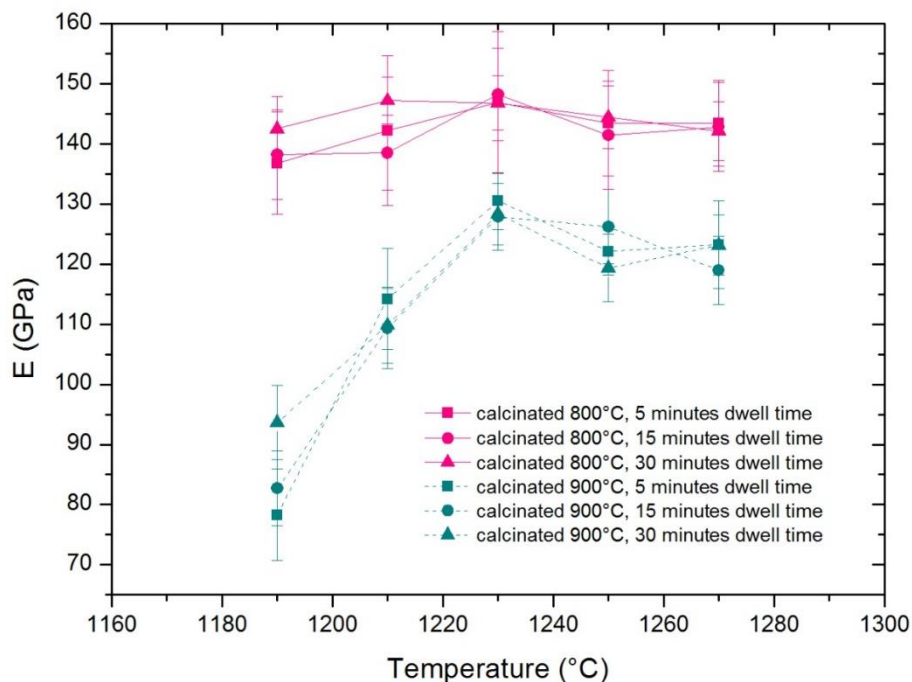


30 min



Propriétés mécaniques

■ Indentation instrumentée



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

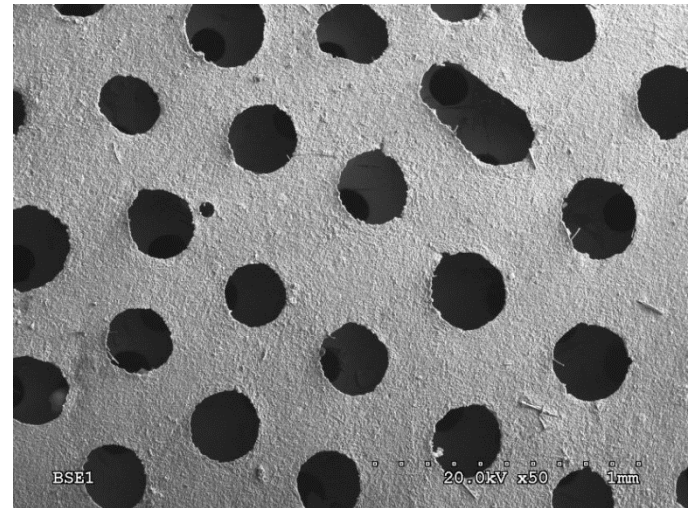
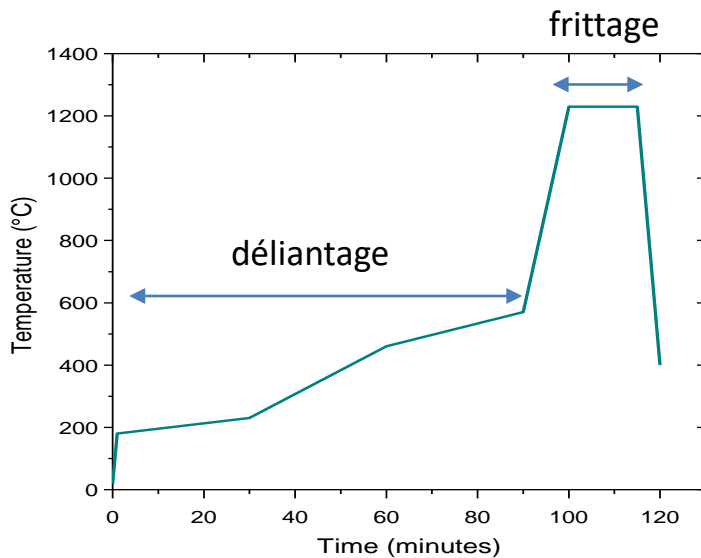
Comparaison des propriétés micro-ondes / conventionnel

	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

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

Frittage par micro-ondes de pièces de formes complexes

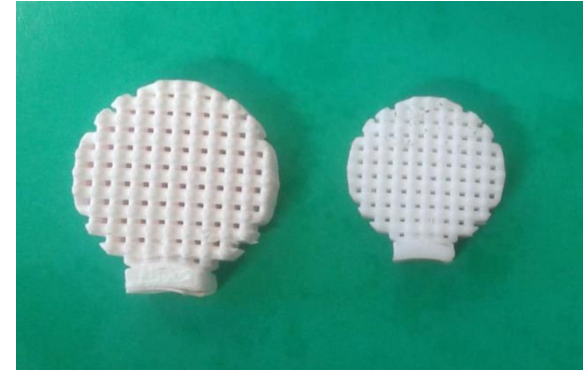
- Macroporeux (squelette PMMA)
 - Chauffage hybride (déliantage)
 - 80 à 380 W
 - 1230°C durant 15 minutes
 - Pas de déliantage préalable



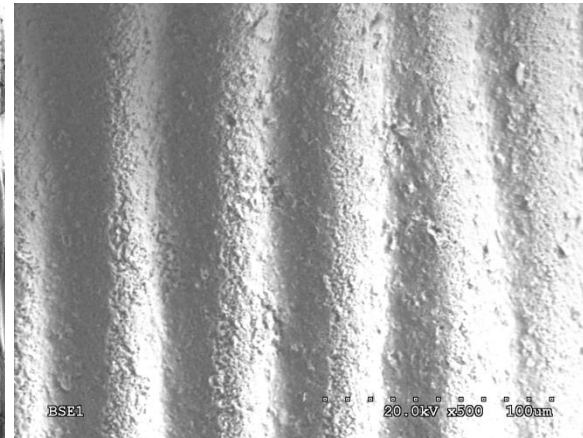
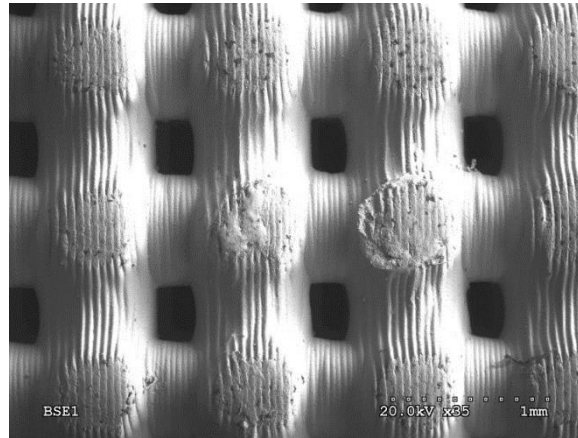
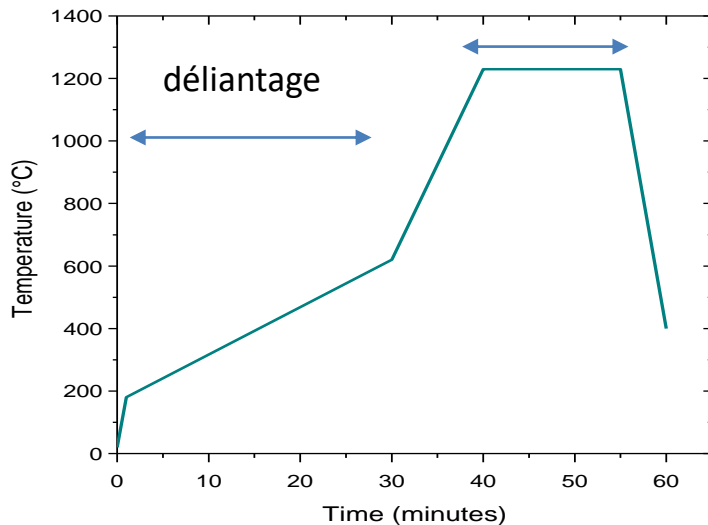
- Densité des parois 98,7 %

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



frittage



- Densité des parois 98,2 %

CONCLUSIONS

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)
 - Taille des pièces

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



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

