



# Frittage SPS :

## L'existence d'un gradient de température au sein du compact est-elle une fatalité liée à la technique SPS ?

Thierry VANHERCK<sup>1</sup>, Guillaume JEAN<sup>2</sup>, Maurice GONON<sup>2</sup>, Jacques LOBRY<sup>1</sup>, Francis CAMBIER<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Université de Mons-Faculté Polytechnique-Service de Génie Electrique, 31 bd Dolez, 7000 MONS, Belgique

<sup>2</sup> Université de Mons-Faculté Polytechnique-Service de Science des Matériaux, 56 rue de l'Epargne, 7000 MONS, Belgique

<sup>3</sup> Belgian Ceramic Research Center, member of EMRA, 4 avenue Gouverneur Cornez, 7000 MONS, Belgique



Union européenne



Wallonie

Le Fonds Européen de Développement Régional  
et la Wallonie investissent dans votre avenir

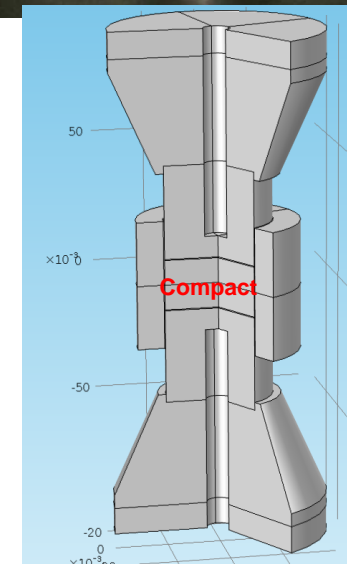
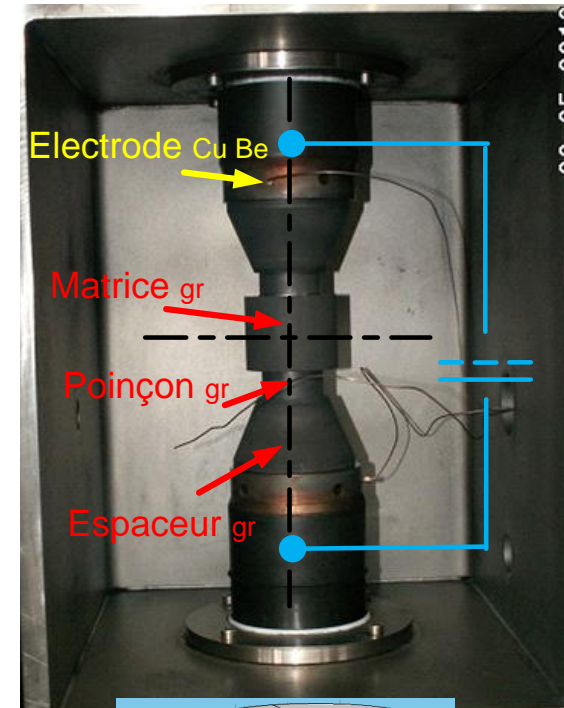


# Plan

- ❑ Introduction
- ❑ Chauffage = Effet Joule intrinsèque dans les outils :  
Localisation des sources de chaleur
- ❑ Schéma thermique simplifié
- ❑ Recherche d'un optimum
- ❑ Paramètres à prendre en compte  
dans la recherche d'un optimum
- ❑ Premiers résultats expérimentaux
- ❑ Conclusions et perspectives.

# Introduction

- ❑ SPS = Technologie de développement récent.
- ❑ Frittage contraint :  
Pressage et chauffage simultanés
- ❑ Principe simple : chauffer intrinsèquement les outils de mise en forme par effet Joule par passage d'un courant en leur sein.
- ❑ Nombreux avantages :  
Cycle rapide, hautes densités atteintes, grossissement granulaire limité, frittage de matériaux difficiles à produire par d'autres techniques, etc



# Introduction

- ❑ Inconvénient majeur :  
hétérogénéité du champ de température  
→ hétérogénéité de la microstructure après frittage
- ❑ Raison : mauvaise connaissance/compréhension du champ de température et des paramètres qui l'influencent, connaissance souvent empirique
- ❑ But :  
Obtenir la température la plus homogène possible  
→ Minimiser le  $\Delta T = T_{\max} - T_{\min}$  dans le compact
- ❑ Moyen d'étude : Méthode des éléments finis (MEF)
- ❑ Compact = non conducteur de l'électricité ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )

# Chauffage = Effet Joule intrinsèque $p_j = \rho j^2$

Illustration avec 2 cas extrêmes : Compact 10 mm d'épaisseur, non conducteur de l'électricité, température de plateau : 1200°C, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dense

Compact de petit diamètre (24 mm) avec matrice épaisse (20 mm)

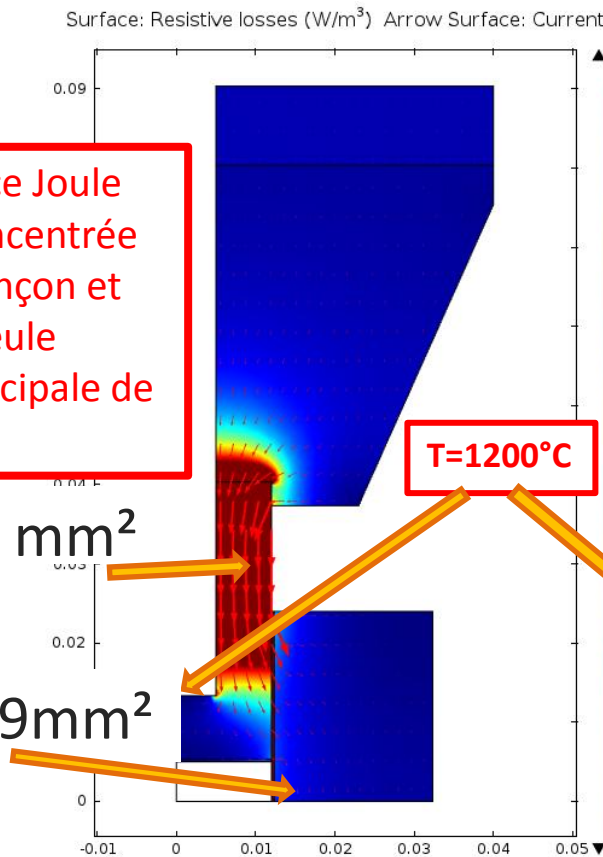


Compact de grand diamètre (60 mm) avec matrice fine (10 mm)

La puissance Joule est très concentrée dans le poinçon et on a une seule source principale de chaleur

$$S_p = 374 \text{ mm}^2$$

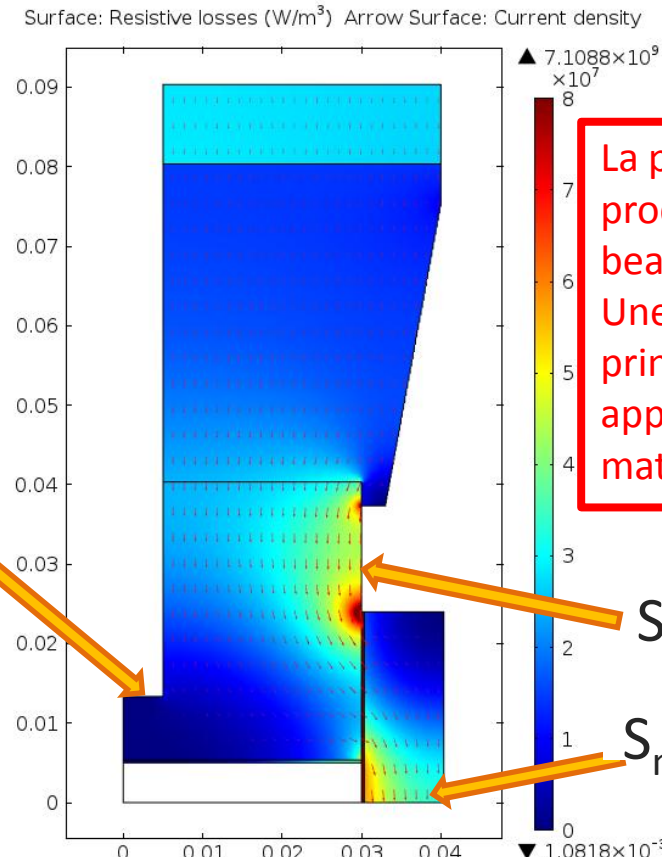
$$S_m = 3269 \text{ mm}^2$$



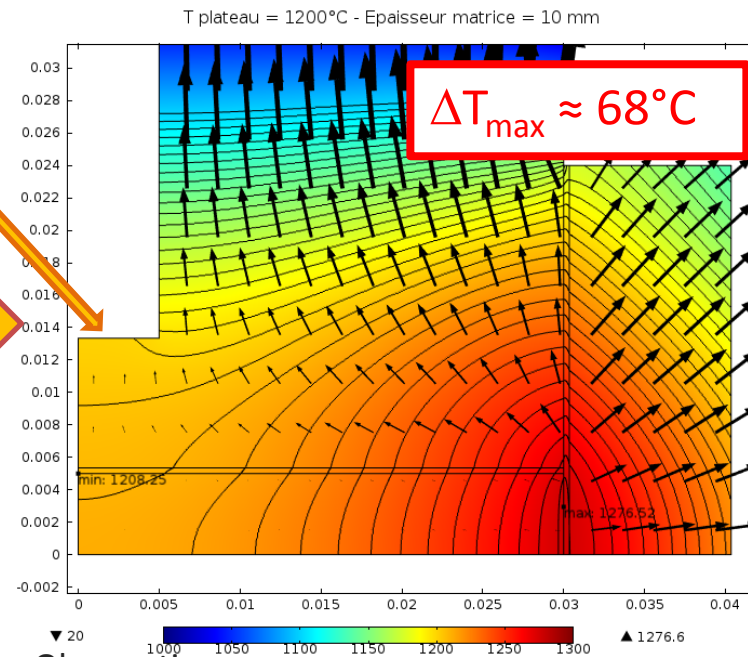
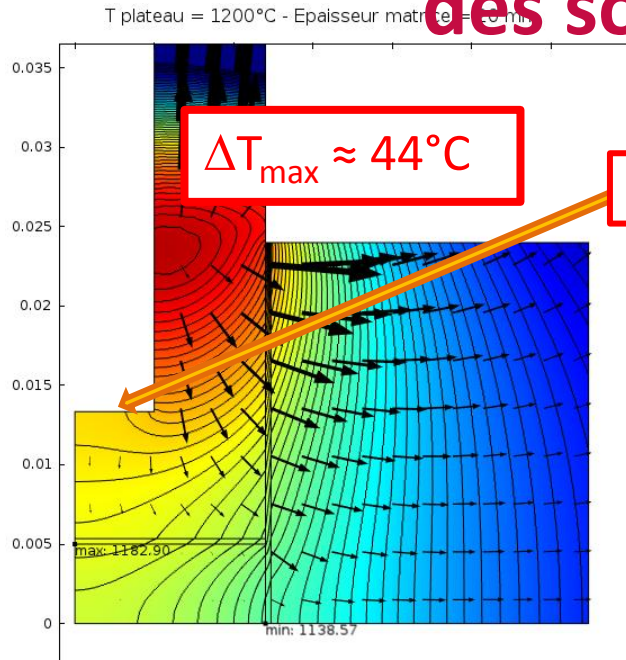
La puissance Joule est produite de manière beaucoup plus diffuse. Une 2<sup>nd</sup>e source principale de chaleur apparaît dans la matrice.

$$S_p = 2749 \text{ mm}^2$$

$$S_m = 2288 \text{ mm}^2$$



# Chauffage : conséquences de la position des sources de chaleur



Observations :

La matrice dissipe plus de chaleur par rayonnement que la chaleur qu'elle produit.

→ La différence doit être fournie par le poinçon

→ flux de chaleur poinçon → matrice

→ Le compact est partout moins chaud que la température régulée

$$\vec{\nabla} T = -\frac{\vec{\phi}}{k}$$

Observations :

La matrice produit plus de chaleur qu'elle n'en dissipe par rayonnement → Le surplus doit être évacué vers les électrodes via le poinçon

→ Flux de chaleur matrice → poinçon

→ Le compact est partout plus chaud que la température régulée

Inversion du sens du flux de chaleur  
→ inversion du sens du gradient de T

# Schéma thermique simplifié (à constantes concentrées)

Remarques :

- 1) La réalité est beaucoup plus complexe.
- 2) Le MEF est beaucoup plus proche de la réalité que le modèle simplifié

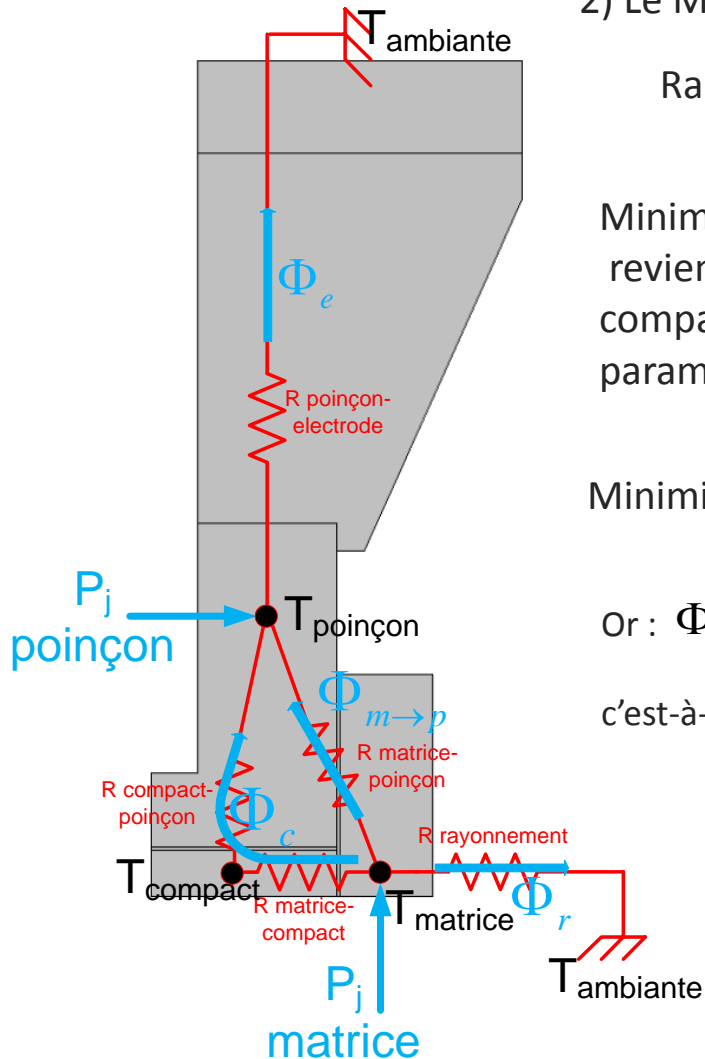
Rappelons : En régime permanent  $\vec{\nabla} T = -\frac{\vec{\phi}}{k}$

Minimiser le gradient de température  $\vec{\nabla} T$  dans le compact revient à minimiser la densité de flux de chaleur  $\vec{\phi}$  dans le compact, la conductivité thermique  $k$  du compact étant un paramètre sur lequel on ne peut pas agir.

Minimiser la densité de flux  $\vec{\phi}$  dans le compact  
= minimiser le flux totalisé  $\Phi_c$  à travers le compact

Or :  $\Phi_c \rightarrow 0$  quand  $T_{matrice} \rightarrow T_{poinçon}$

c'est-à-dire quand :  $P_{j\ poinçon} = \Phi_e$  et  $P_{j\ matrice} = \Phi_r$



En d'autres termes, la chaleur produite dans le poinçon doit exactement être dissipée par conduction vers les électrodes, et la chaleur produite dans la matrice doit être exactement dissipée par rayonnement à sa surface.

# Recherche d'un optimum : méthode

- ❑ On fixe certains paramètres qui proviennent du cahier des charges :
  - Matériau du compact
  - Diamètre compact
  - Epaisseur compact
  - Température de frittage
  
- ❑ Sur quel paramètre jouer ?

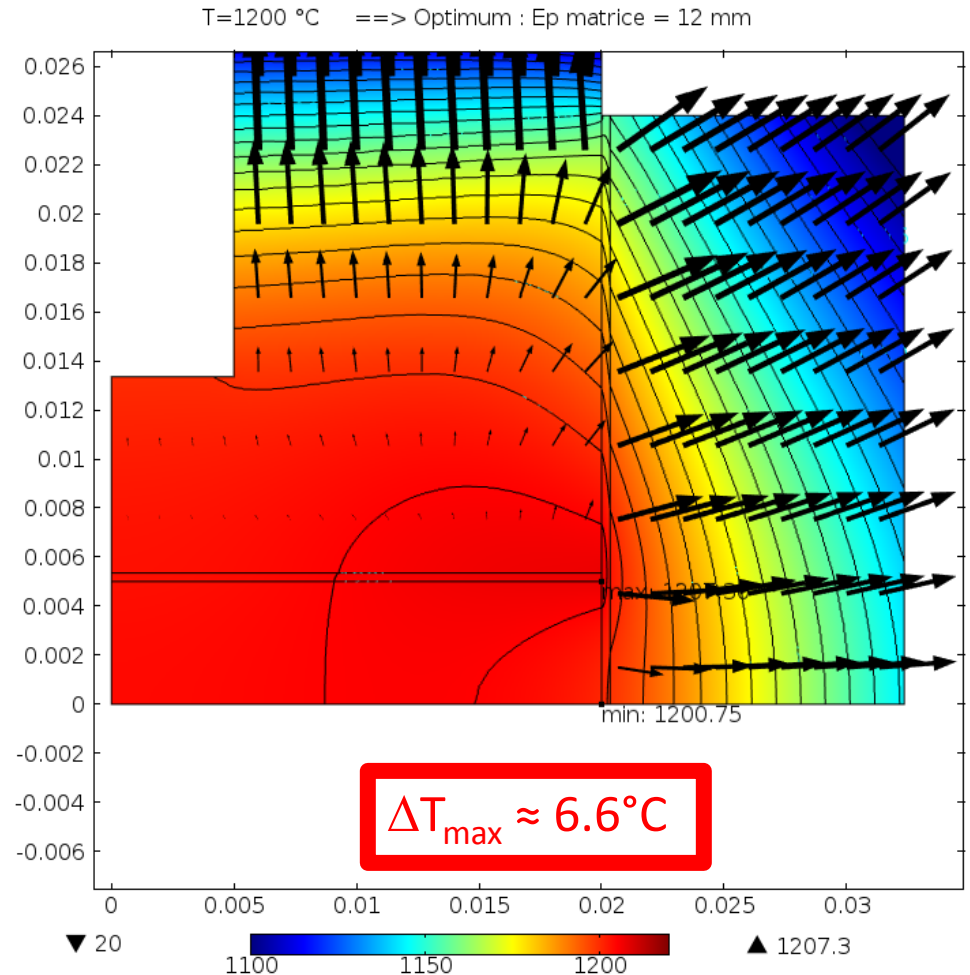
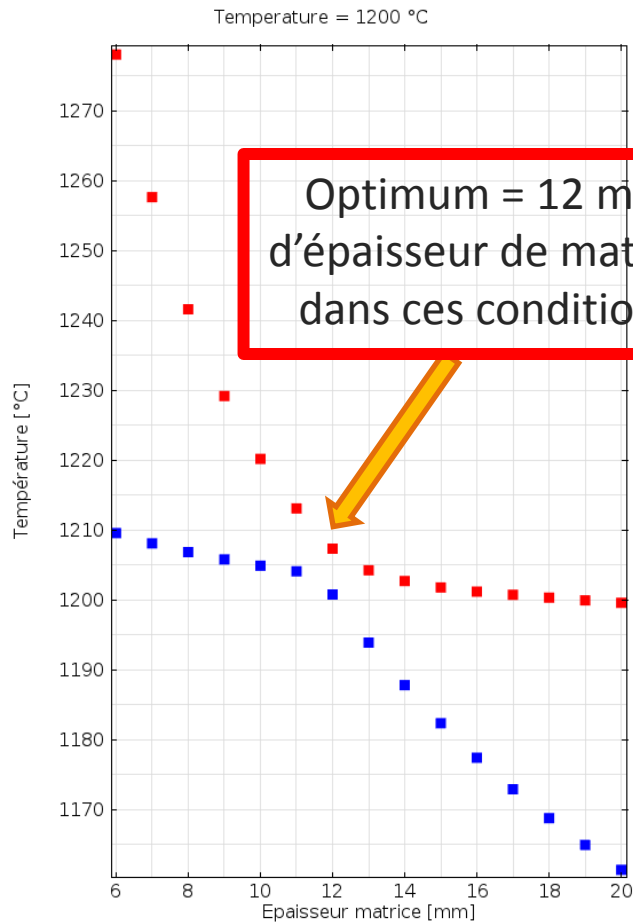
Tout simplement sur les dimensions de la matrice !!! Et plus particulièrement son épaisseur.
  
- ❑ Réaliser des simulations pour toute une gamme d'épaisseurs de matrice physiquement possibles,

avec une discrétisation relativement fine (tous les mm).
  
- ❑ Après traitement des résultats, déterminer l'épaisseur de matrice qui approche le mieux l'homogénéité du champ de température.



# Recherche d'un optimum : exemple

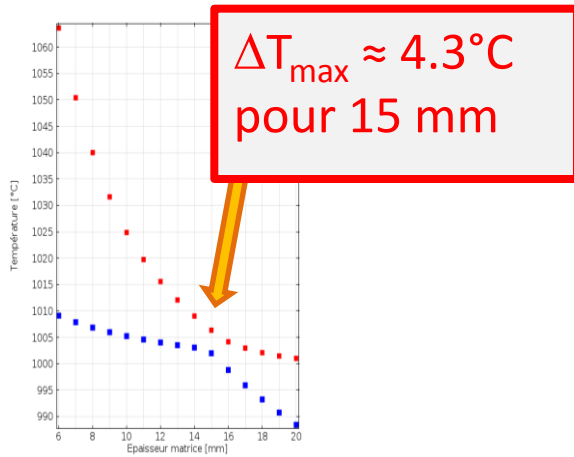
□ Al2O3 dense , 1200°C, diamètre 40 mm, épaisseur 10 mm



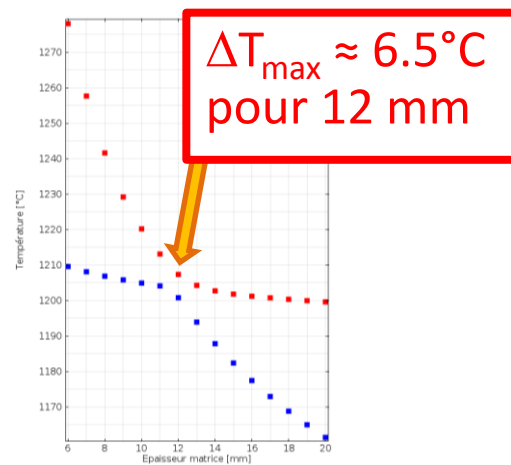
# L'optimum n'est pas absolu : Influence de la température

- On garde le même matériau et les mêmes dimensions de compact

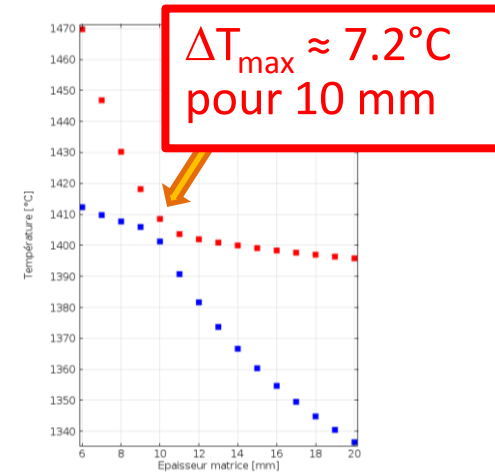
T=1000 °C



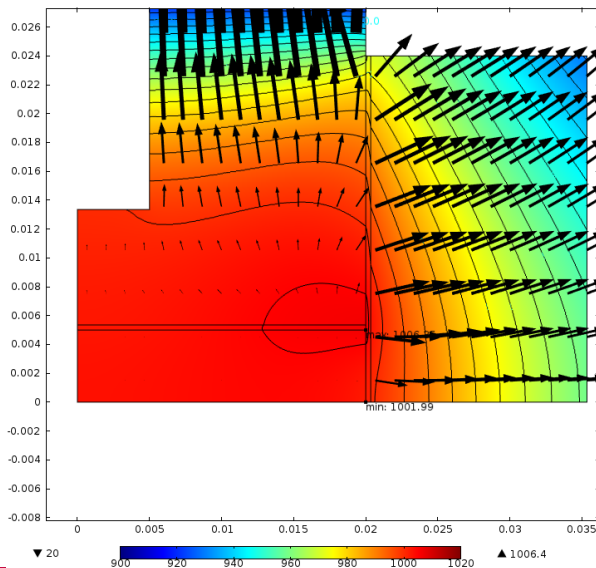
T=1200 °C



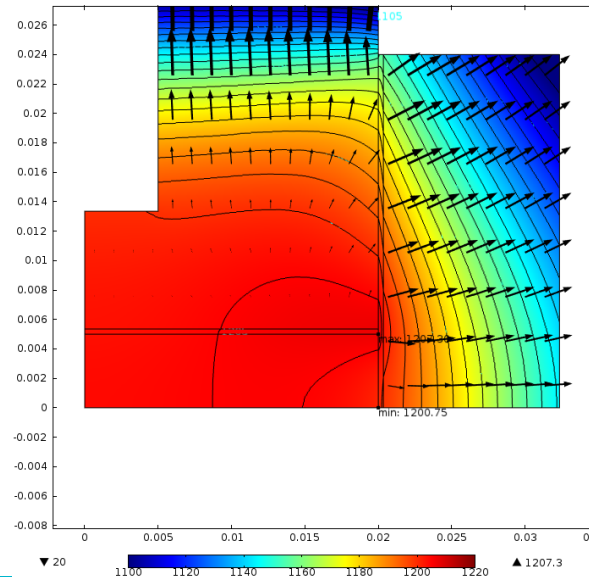
T=1400 °C



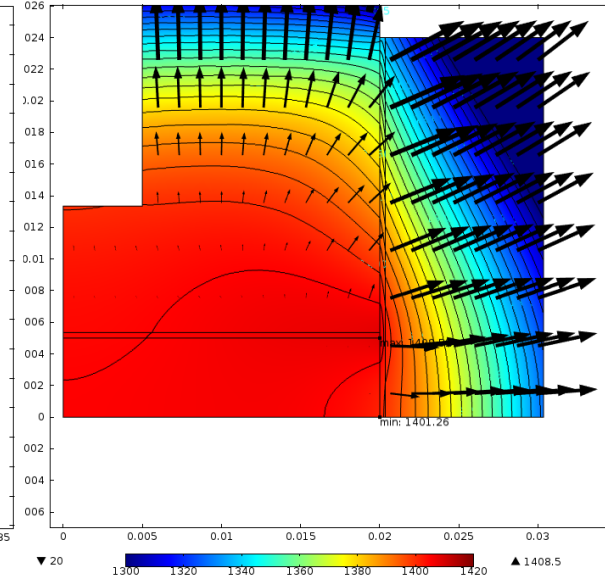
T= 1000°C ==> Optimum : Ep matrice = 15 mm



T=1200 °C ==> Optimum : Ep matrice = 12 mm



T=1400 ==> Optimum : Ep matrice = 10 mm



# Pourquoi l'épaisseur optimale de la matrice change-t-elle avec la température ?

❑ Changement de conductivité électrique et thermique du graphite ?

NON : Pas de manière assez significative

❑ Rayonnement : OUI  
La surface externe de la matrice rayonne vers l'ambiance

$$\Phi_r = S \varepsilon \sigma (T_m^4 - T_a^4)$$

Donc la conductance de rayonnement est proportionnelle à

Or le flux à travers une conductance thermique de rayonnement :

$$\Phi_r = K_r (T_m - T_a)$$

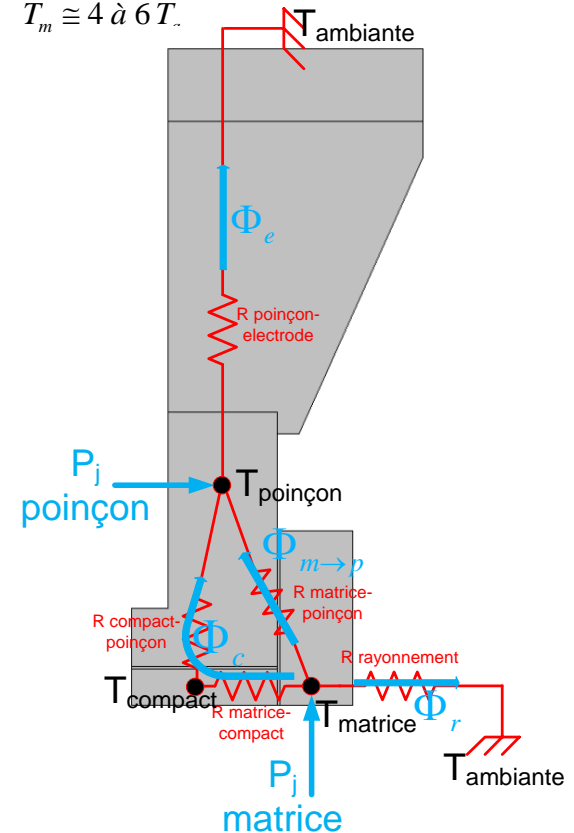
$$K_r \cong \propto T_m^3$$

$$\begin{aligned} T_m^4 - T_a^4 &= (T_m^2 - T_a^2)(T_m^2 + T_a^2) \\ &= (T_m - T_a)(T_m + T_a)(T_m^2 + T_a^2) \\ &= (T_m - T_a)(T_m^3 + T_m^2 T_a + T_m T_a^2 + T_a^3) \\ &= \mathcal{O}(T_m^3) (T_m - T_a) \end{aligned}$$

$T_m \cong 4 \text{ à } 6 T_a$

| T [°C]                          | 1000 | 1200 | 1400 | 1600 |
|---------------------------------|------|------|------|------|
| T [K]                           | 1273 | 1473 | 1673 | 1873 |
| $K_r/K_{r(1000^\circ\text{C})}$ | 1.00 | 1.49 | 2.12 | 2.91 |

Cette modification de la conductance de rayonnement  $K_r$  change complètement les conditions d'équilibre thermique entre matrice et compact.



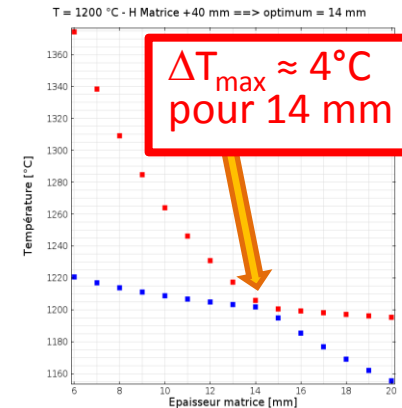
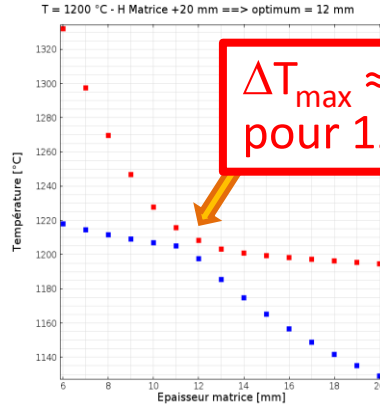
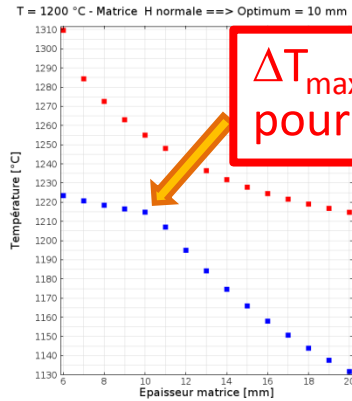
# Compact épais : Influence de la hauteur de la matrice

□ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, diamètre 40 mm, **épaisseur 30 mm**, 1200°C

H matrice 48 mm

H matrice 48+20 mm

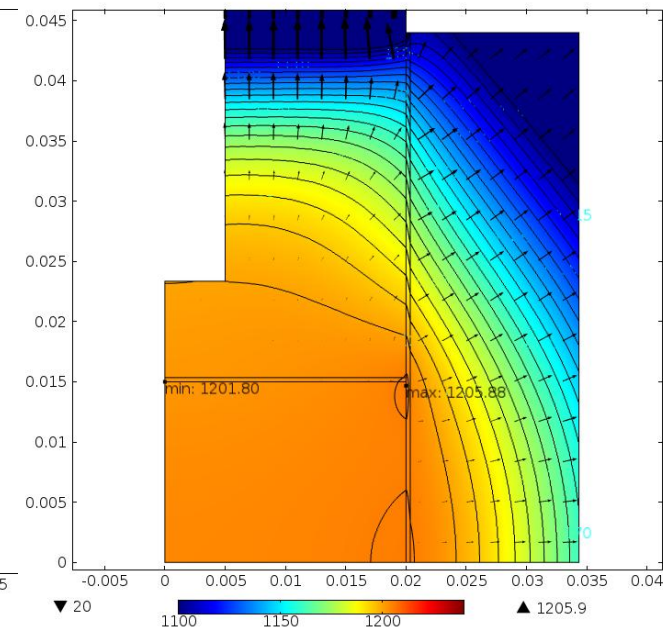
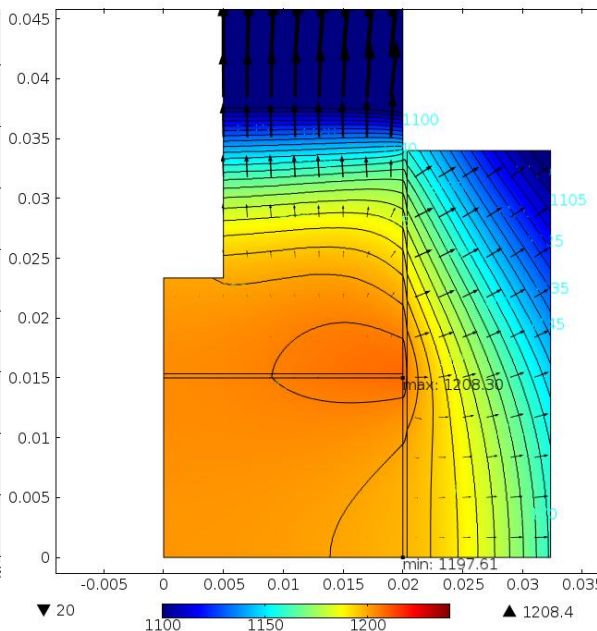
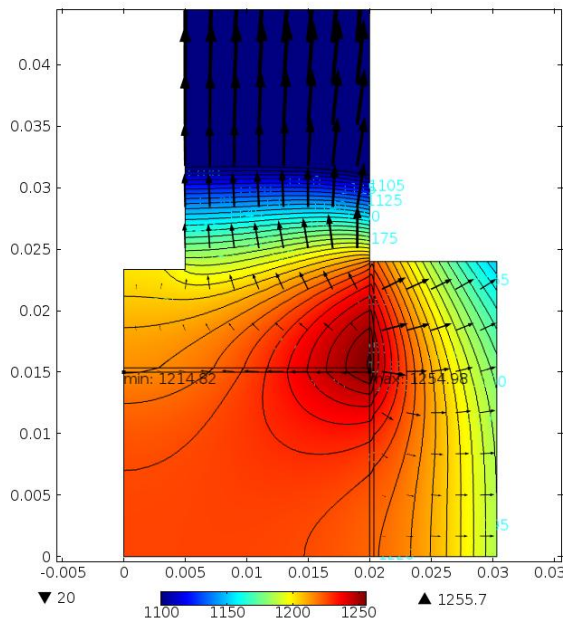
H matrice 48+40 mm



T=1200 °C - H matrice normale ==> Optimum = 10 mm

T=1200 °C - H matrice +20 mm ==> Optimum = 12 mm

T=1200 °C - H matrice +40 mm ==> Optimum = 14 mm

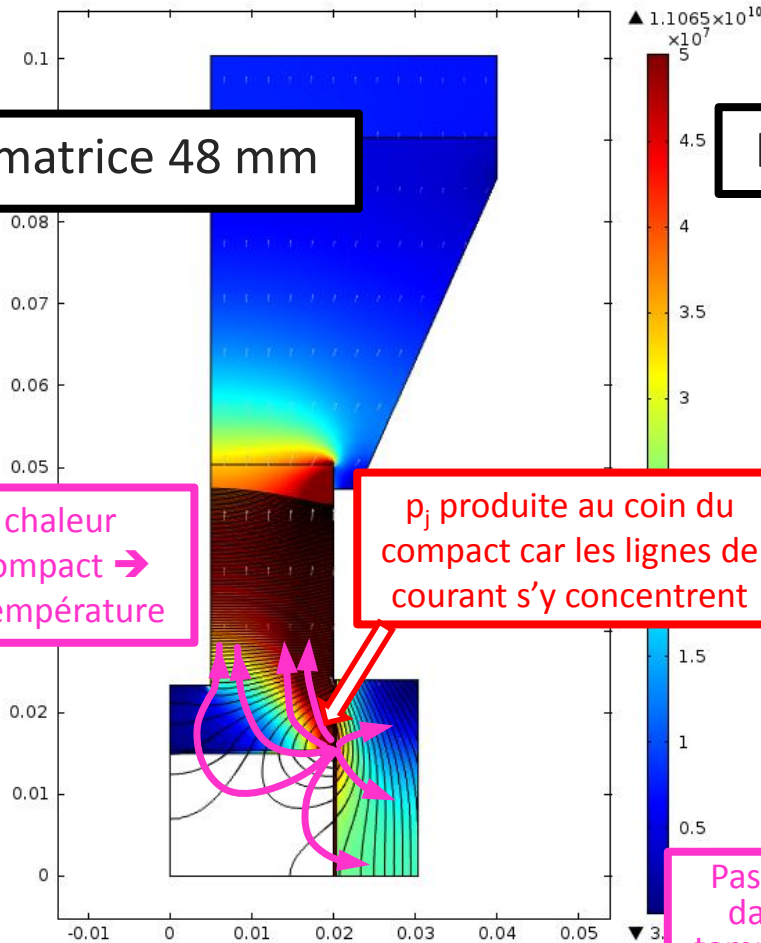


# Compact épais : existence d'un point chaud

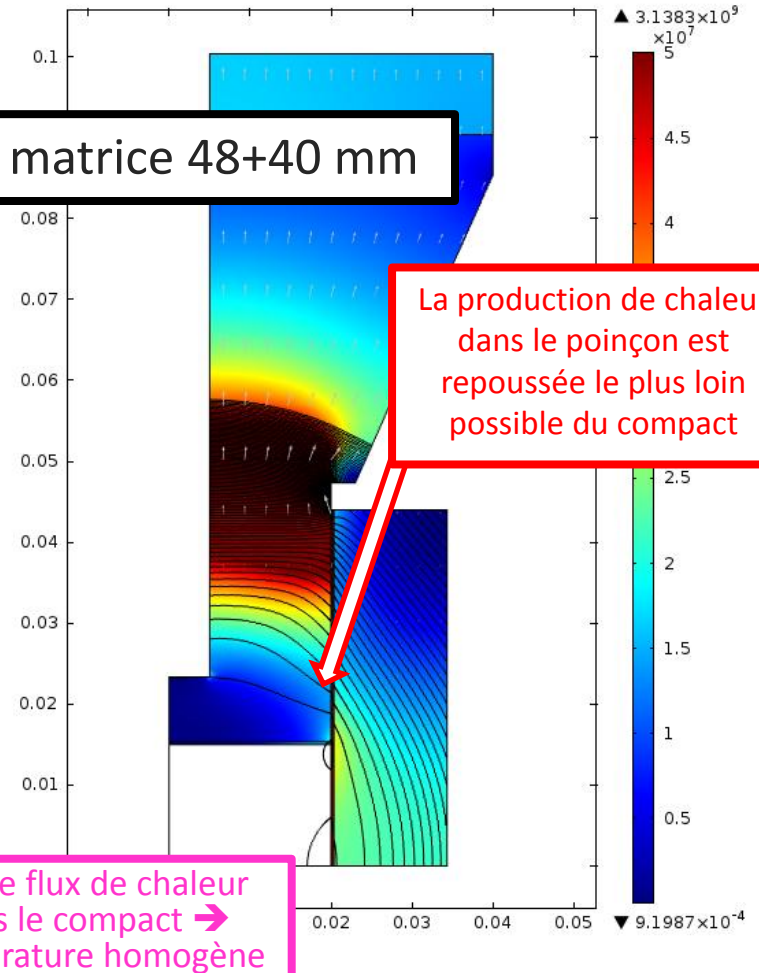
□ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, diamètre 40 mm, épaisseur 30 mm, 1200°C

## Répartition de la puissance Joule et flux de chaleur

T = 1200°C - H matrice = 48 mm - Ep matrice = 10 mm



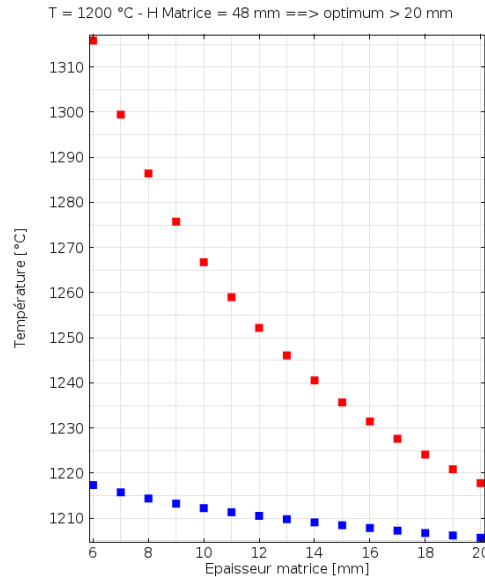
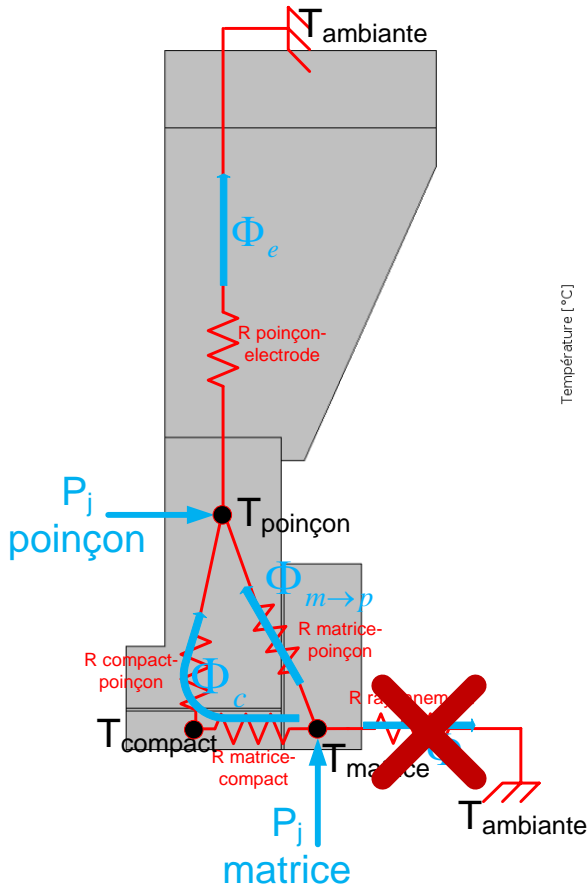
T = 1200 °C - H matrice = +40 - Ep matrice = 14 mm



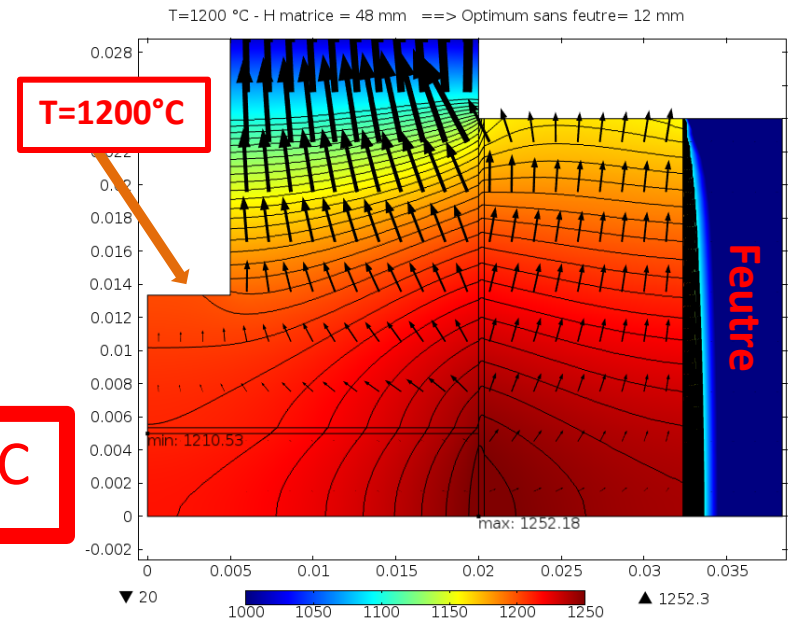
# Feutre isolant : une bonne intention mais souvent une mauvaise idée

$$\vec{\nabla}T = -\frac{\phi}{k}$$

- ❑ Intention : Diminuer les flux de chaleur pour diminuer le gradient de température.
- ❑ Mauvaise idée : Quand la chaleur est déjà produite en excès dans la matrice.
- ❑ Moins mauvaise idée : Quand il n'y a pas assez de chaleur produite dans la matrice (matrice relativement épaisse par rapport à la section du compact)



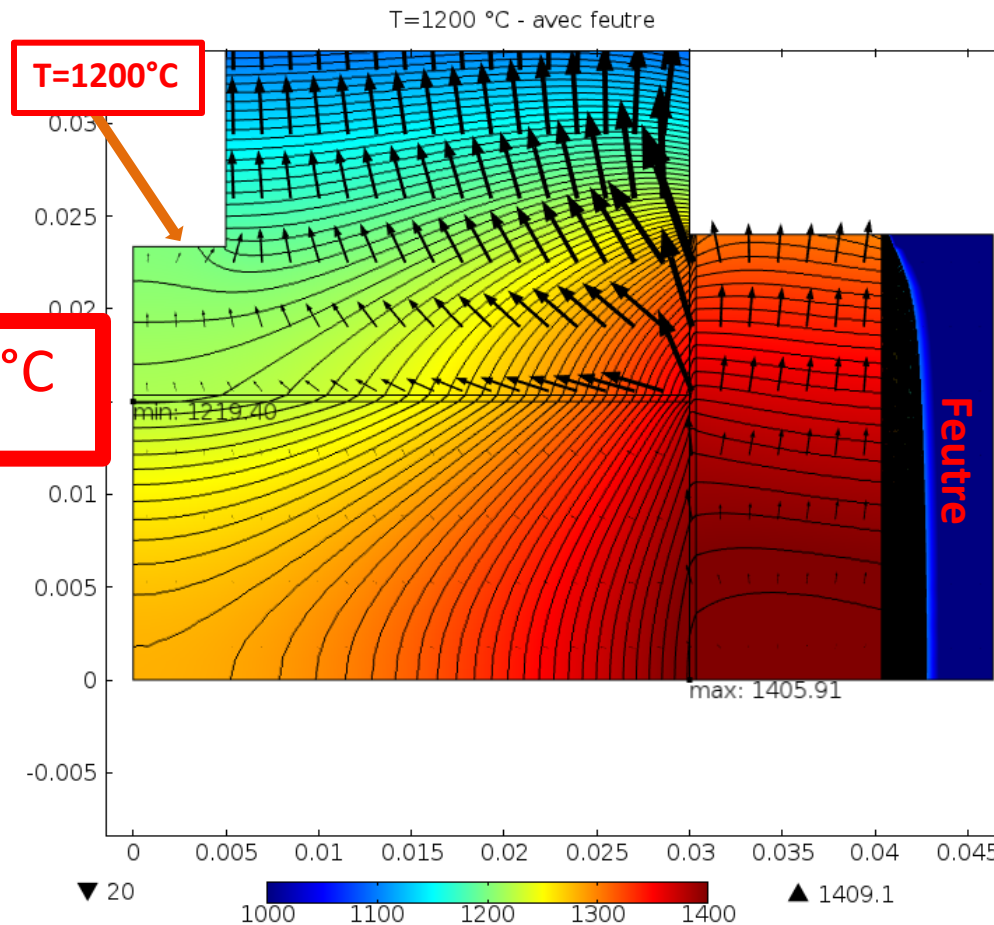
- ❑ 1200 °C, compact diamètre 40 mm et épaisseur 10 mm → Optimum sans feutre = 12 mm avec  $\Delta T_{\max} \approx 6.6^\circ\text{C}$



→  $\Delta T_{\max} \approx 42^\circ\text{C}$

# Feutre isolant : On peut faire encore pire

- ❑ 1200°C, compact épais (30mm), de grand diamètre (60mm), matrice fine (10mm) et de hauteur d'origine (48mm) + feutre
- ❑ Toutes les conditions sont réunies pour exacerber les transferts thermiques matrice → poinçon



→  $\Delta T_{\max} \approx 185^{\circ}\text{C}$

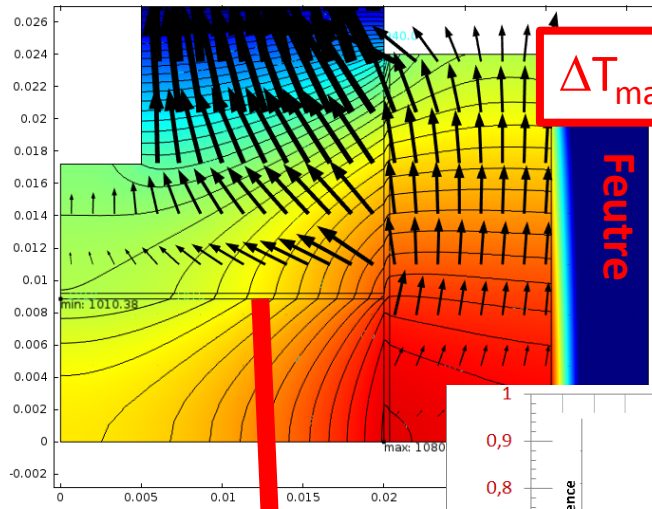
# Résultats expérimentaux (G. Jean)

## Avec/Sans Feutre isolant

- Frittage de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  macroporeuse à  $1000^\circ\text{C}$  pendant 9 min, diamètre 40 mm, épaisseur matrice 10 mm, avec/sans feutre

Épaisseur finale : 17.7 mm

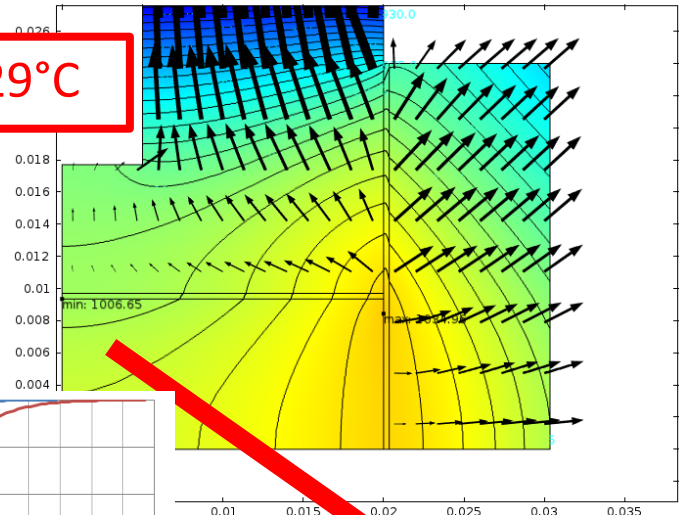
T plateau =  $1000^\circ\text{C}$  - Épaisseur matrice = 10 mm - Avec feutre



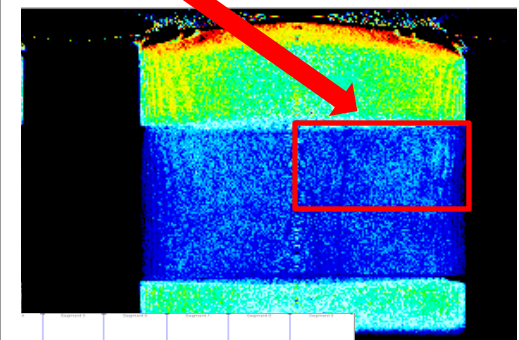
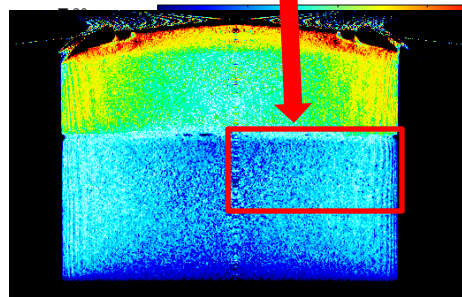
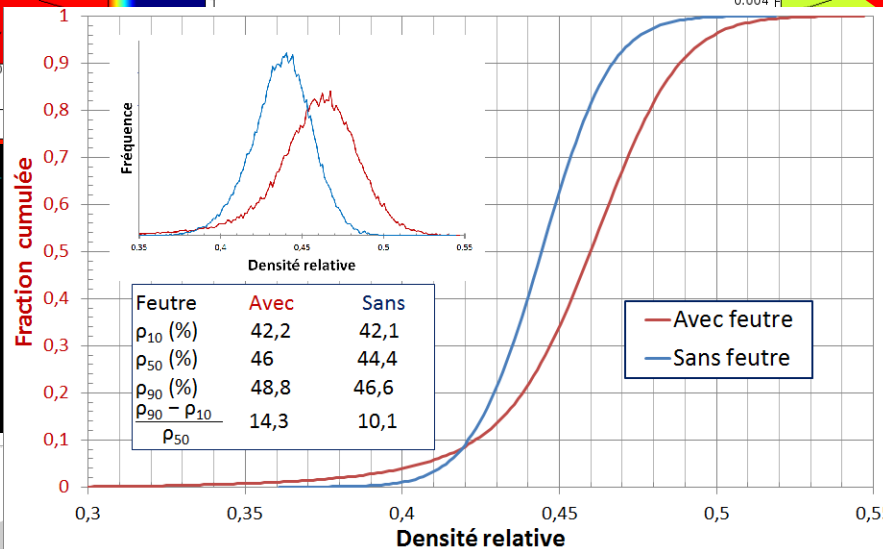
$\Delta T_{\text{max}} \approx 70^\circ\text{C}$

Épaisseur finale : 18.7 mm

T plateau =  $1000^\circ\text{C}$  - Épaisseur matrice = 10 mm - sans feutre



$\Delta T_{\text{max}} \approx 29^\circ\text{C}$





# Conclusions :

## **NON, l'existence d'un gradient de température n'est pas une fatalité liée au procédé SPS**

- L'optimisation du champ de température = recherche d'un équilibre.
- Equilibre = éviter le transfert de chaleur à travers le compact.
- Utiliser la MEF pour optimisation.
- Après optimisation, on peut obtenir des différences de température maximales inférieures à 10 °C à l'intérieur du compact.
- Fabriquer sur mesure des outils en graphite quand on change les conditions de frittage (matériau, dimensions, température, ...).

# Perspectives

- ❑ Généraliser l'utilisation de la MEF pour l'optimisation des conditions de frittage.
- ❑ Achat de graphite à usiner pour fabriquer des outils sur mesure afin mettre en pratique les résultats de l'optimisation.
- ❑ Comparaison avec des résultats expérimentaux :  
microstructure  $\rightarrow \leftarrow$  champ de T  
(en collaboration avec G. Jean de l'UMONS, et avec le BCRC)
- ❑ Matériaux conducteurs ?  
A partir du moment où on produit de la chaleur (Joule) dans le compact, il faut évacuer cette chaleur  $\rightarrow$  gradient T existe

# Merci



Union européenne



Wallonie

Le Fonds Européen de Développement Régional  
et la Wallonie investissent dans votre avenir

