

Essais du four : frittage de pièces cubiques en Zircone

1. Contexte et objectifs

Dans le cadre des premiers essais réalisés avec le four tubulaire (Nanoe), une série d'échantillons a été produite par impression 3D, puis soumise aux processus de déliantage et de frittage. L'objectif principal de ces essais était d'évaluer la qualité du frittage de pièces en céramique, en se concentrant notamment sur la densité et la rétraction des pièces finales.

2. Procédure d'impression des échantillons

Pour fabriquer les échantillons, nous avons utilisé un filament commercial de zircone YSZ (zirconium stabilisé à l'yttrium) de la marque Zétamix (Nanoe). Ce filament, d'un diamètre de 1,75 mm, est composé à parts égales de poudre YSZ et de liant. (1) Le modèle utilisé pour la fabrication des échantillons a également été fourni par Zétamix, et se présente sous forme de cubes avec des marquages X, Y, Z sur les faces.

Quatre échantillons ont été imprimés, dont deux n'ont pas été entièrement terminés. En effet, comme aucune application spécifique est attendu dans ce contexte, la géométrie des échantillons n'a pas d'importance. Les échantillons ont été fabriqués à l'aide d'une imprimante 3D à dépôt de filament fondu (Raise 3D Pro) équipée d'une buse de 0,4 mm de diamètre. Une image optique des pièces imprimées, ainsi que les paramètres d'impression utilisés, sont présentés respectivement dans la **figure 1 et 2**.

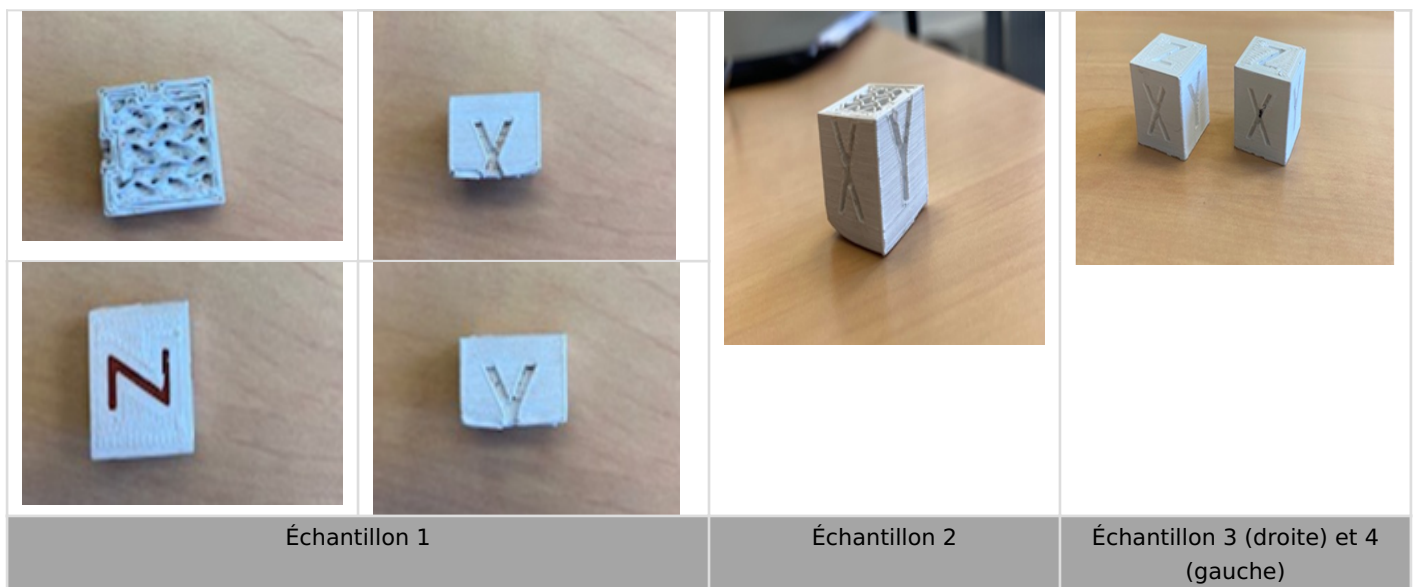


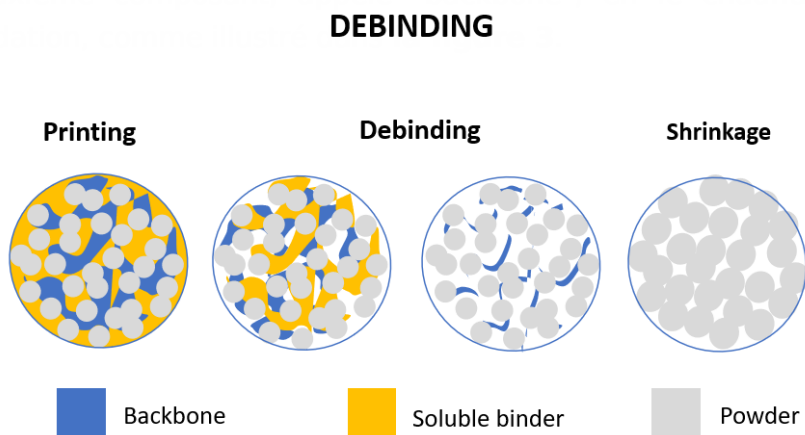
Figure 1 : Image optique des quatre échantillons après impression

	<ul style="list-style-type: none"> - Nozzle diameter : 0.4 mm - Layer height : 0.2 mm - Infill pattern : à chercher - Infill density : à chercher - Infill overlap : à chercher - Nozzle temperature : 180°C - Speed : 10 mm.s⁻¹ - Heat bed temperature : 40°C
--	---

Figure 2 : Image numérique du modèle de l'échantillon (a) avec les paramètres d'impression (b).

Après impression, les échantillons ont été laissés à l'air libre pour un séchage initial avant d'être préparés pour les étapes suivantes. A ce stade, les échantillons sont appelés « corps verts », un mélange de poudre céramique YSZ et de liants organiques (polymères). Pour obtenir les pièces finales, deux étapes supplémentaires sont nécessaires : **le déliantage et le frittage**. Ces post-traitements sont cruciaux pour obtenir des pièces finales denses et composées uniquement de céramique.

La première étape, **le déliantage**, est particulièrement critique car c'est là que les premières porosités apparaissent dans la pièce. Cette étape permet d'éliminer le liant et se divise en deux phases : **le déliantage chimique et thermique**. Le déliantage chimique dissout le premier composant (soluble binder) tandis que le déliantage thermique élimine le liant restant au-dessus de sa température de déliantage.



NANOE **Figure 3 : Schéma de la**

composition des échantillons pendant le processus de déliantage (chimique et thermique)

3. Déliantage

3.1 Déliantage chimique

Le déliantage chimique des échantillons, a été réalisé en utilisant les équipements suivants : un bain à ultrasons avec option de chauffage (Nanoe), de l'acétone (WVR Chemicals, pureté 99,8 %), une balance de précision (Mettler) et les corps verts imprimés en 3D.

Chaque échantillon a été pesée à l'aide d'une balance avant d'être immergé dans un bain d'acétone chauffé à 40°C. Le chauffage accélère le processus déliantage, une étape cruciale pour éviter les fissures (phénomène de délaminage). Le fabricant recommande donc une immersion prolongée des pièces dans le bain d'acétone pour minimiser ce risque, avec une durée de trempage de 4h par millimètre d'épaisseur de paroi pleine, et une perte de 5% de sa masse à la fin de ce processus.

Échantillons	Échantillon 1	Échantillon 2	Échantillon 3	Échantillon 4 (marqué au crayon à papier)
V_{initiale} (post- impression)	4,937 cm ³	6,491 cm ³	8,027 cm ³	8,214 cm ³
V_{final} (après déliantage chimique)		6,267 cm ³	7,864 cm ³	7.959 cm ³
Delta V (V_{initiale} - V_{final})		0,224 cm ³	0,163 cm ³	0.255 cm ³
Perte de volume en %		3.5 %	2.03 %	3.1 %
m_{initiale} (avant déliantage)	9.9936 g	13.1396 g	18.5592 g	19.9485 g
m_{finale} (après déliantage chimique)	9.1783 g	12.3107 g	17.3486 g	18.3885 g
Delta m (m_{initiale} - m_{finale})	0.8153	0.8289	1.2106	1.56
Perte de masse en %	8.2 %	6.3 %	6.5 %	7.8 %

3.2 Déliantage thermique (pré-frittage)

Cette opération a été réalisé dans le four tubulaire Zetasinter (Nanoe). Les pièces ont été déposé sur le creuset. Ce processus a été réalisé dans le four avec la programme

- **Montée en température :**
- **Maintien à 500°C :** pendant 2 heure pour s'assurer la dégradation complète du liant.

- **Refroidissement** : Lentement jusqu'à température ambiante du four (50°C) pour éviter les chocs thermiques

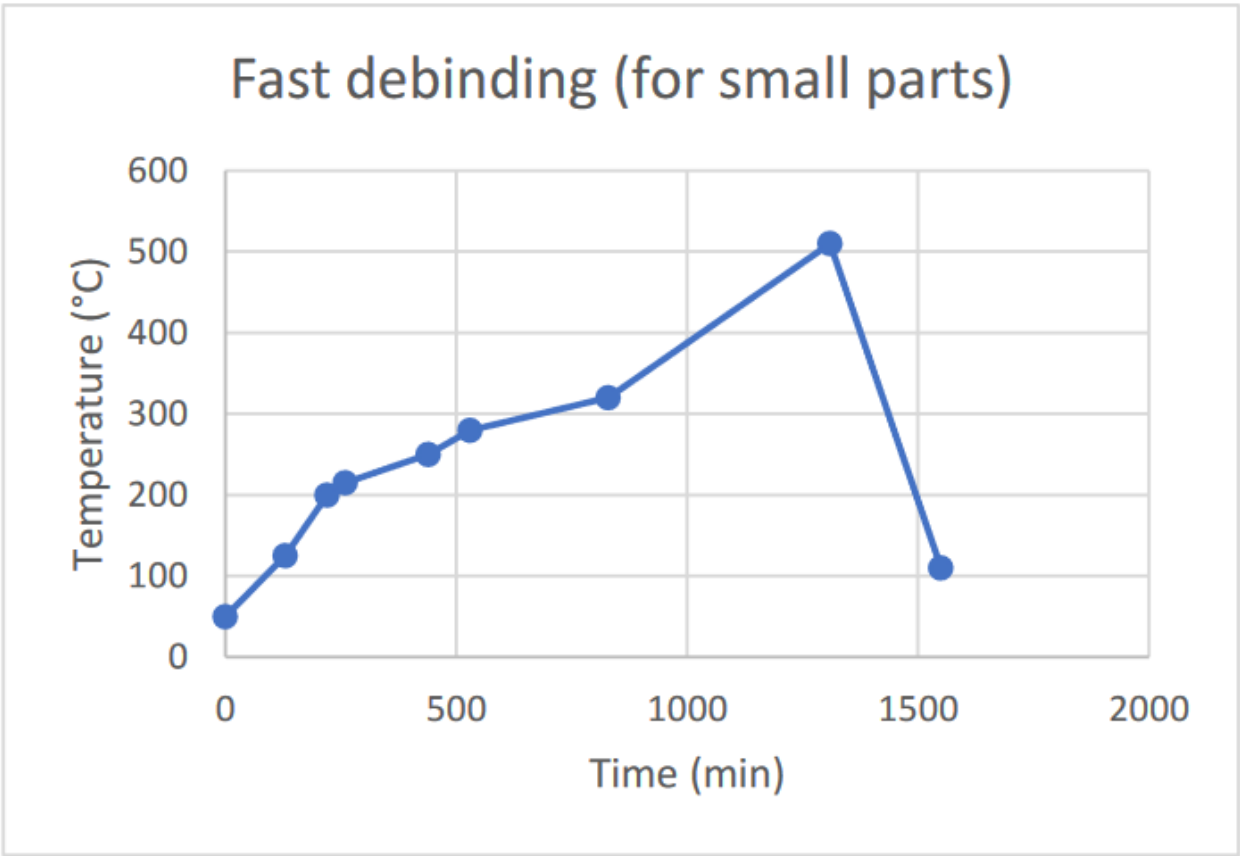


Figure 4 : Cycle thermique standard (pour les petites pièces) de pré-frittage des échantillons en filament de Zircone blanc selon les recommandations du fournisseur (2)

Ce cycle a été appliqué uniquement à l'échantillon 1, car à la fin du processus, la pièce était trop fragile. Elle n'a pas supporté une légère pression et s'est désintégrée en poudre. Nous avons donc supposé que le cycle proposé n'était pas adapté.

Par conséquent, pour les échantillons 2, 3 et 4, il a été décidé de modifier le cycle en réalisant simultanément le déliantage thermique et le frittage, comme le propose également le fabricant.

4. Frittage

Le frittage a été effectué en même temps que l'étape de déliantage thermique, selon la programme suivant :

Échantillons	Échantillon 1	Échantillon 2	Échantillon 3	Échantillon 4 (marqué au crayon)

V (après déliantage thermique et frittage)	N/A			
m_{finale} (après déliantage thermique et frittage)	N/A			

5. Résultats

5.1 Observation macroscopique

Comme prévu, les échantillons ont révélé une réduction significative de taille. La surface est devenue lisse et brillante, ce qui témoigne d'un bon niveau de frittage. Cependant, des fissures ont été observées sur les échantillons 3 et 4. En effet, ces fissures, une fois formées, sont irréversibles et restent visibles même après le frittage des pièces. La formation des fissures

6. Conclusion

Ce procédé, combinant le déliantage et le frittage, se révèle être une méthode prometteuse pour la fabrication de pièces céramiques de haute précision et de haute performance. Cependant, la durée du frittage reste très longue.

Pour optimiser davantage la qualité des pièces, il serait pertinent d'expérimenter avec différents cycles de déliantage et de frittage.

(1) <https://zetamix.fr/wp-content/uploads/2023/11/Datasheet-Zetamix-White-Zirconia.pdf>

(2) <https://www.machines-3d.com/images/Image/File/Fiches%20techniques/ACCESSOIRES/NANOE/Furnace-cycles.pdf>

Pièce cubique en Zircone	Volume du cube (après déliantage thermique et frittage)		Masse finale en g (après déliantage thermique et frittage)
Pièce cubique 1			
Pièce cubique 2	327 cm ³	322.1 cm ³	
Pièce cubique 3			
Pièce 4 (marqué au crayon)			