



Mise au point de poudres céramiques adaptées au Cold Spray

Dylan CHATELAIN

Alain DENOIRJEAN
Vincent GUIPONT
Fabrice ROSSIGNOL
Nicolas TESSIER-DOYEN

UMR CNRS 7315
12 rue Atlantis
87068 LIMOGES CEDEX
FRANCE
www.ircer.fr
dylan.chatelain@unilim.fr

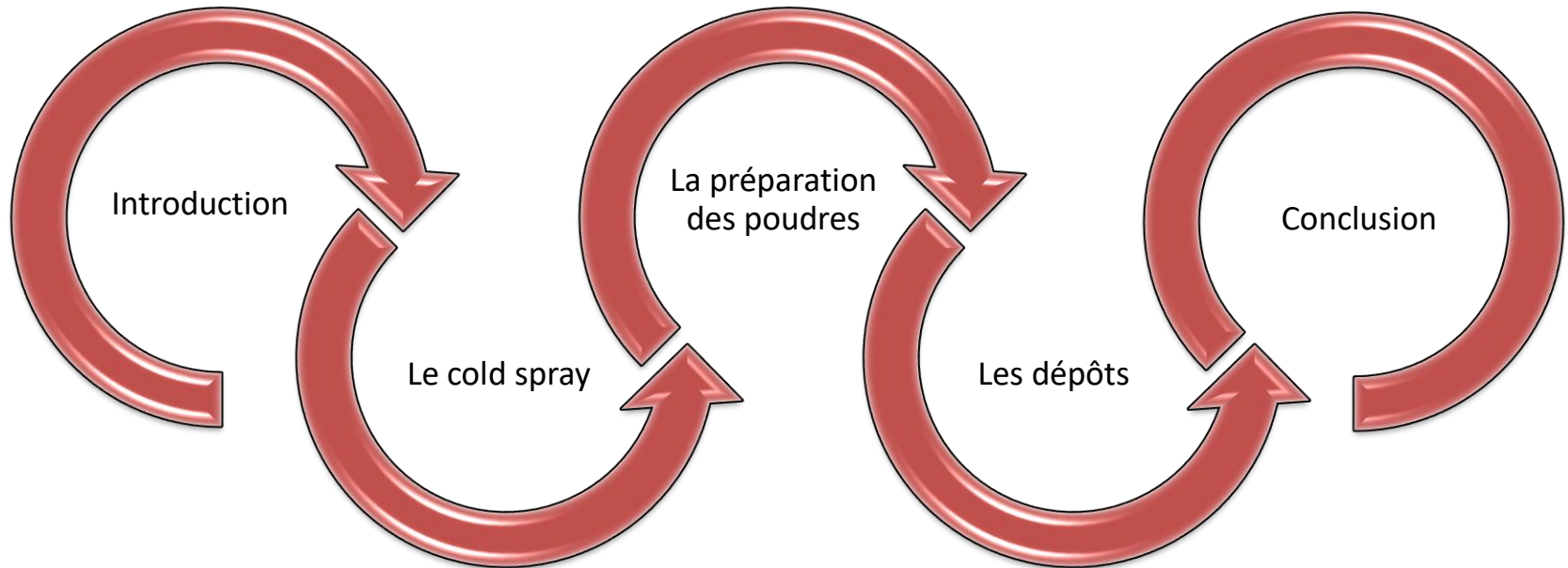
Introduction

Le cold spray

La préparation
des poudres

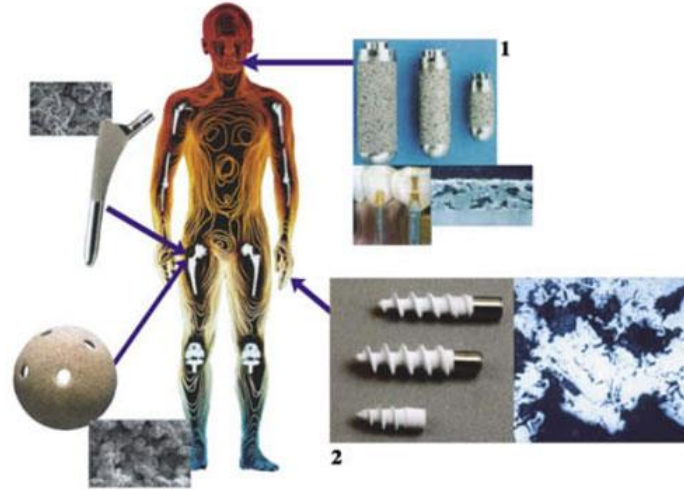
Les dépôts

Conclusion



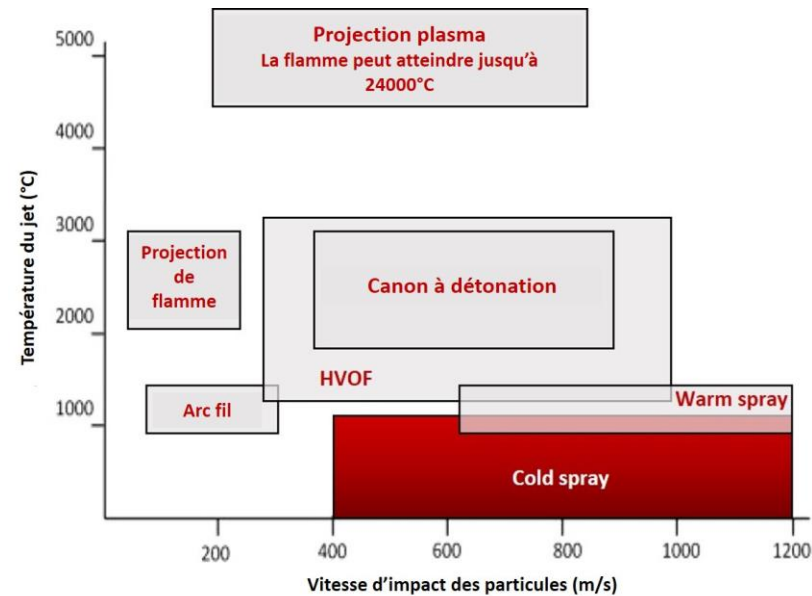
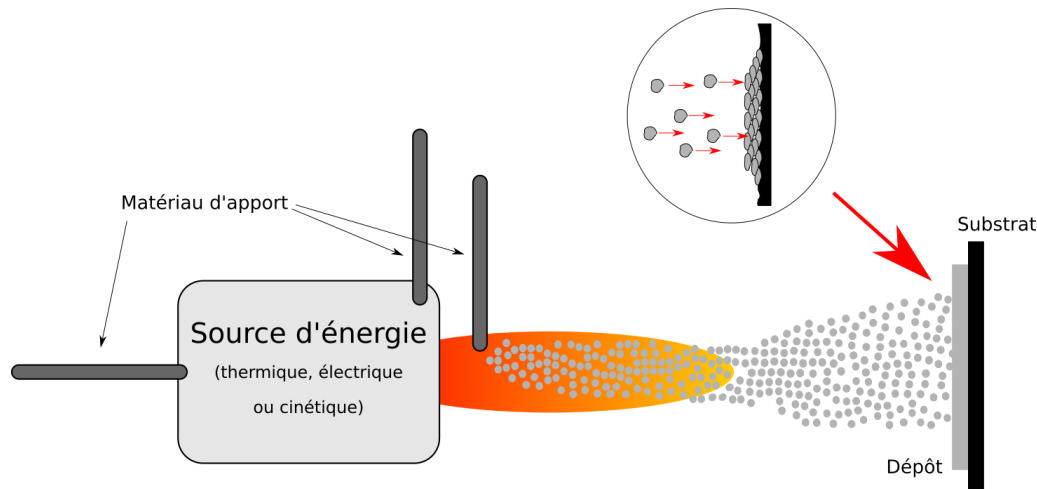
- Cold spray = procédé récent dans le domaine de la projection thermique
 - Très adapté pour élaborer des dépôts denses de matériaux ductiles
 - Peu utilisé pour des matériaux fragiles comme les céramiques
- Nécessite une préparation plus spécifique des poudres pour contrôler les phénomènes de fragmentation liés à ce type de matériaux
- Etude de revêtements d'hydroxyapatite

- Hydroxyapatite utilisée depuis longtemps dans le domaine biomédical
 - Favorise l'ostéo-intégration des prothèses et la repousse osseuse

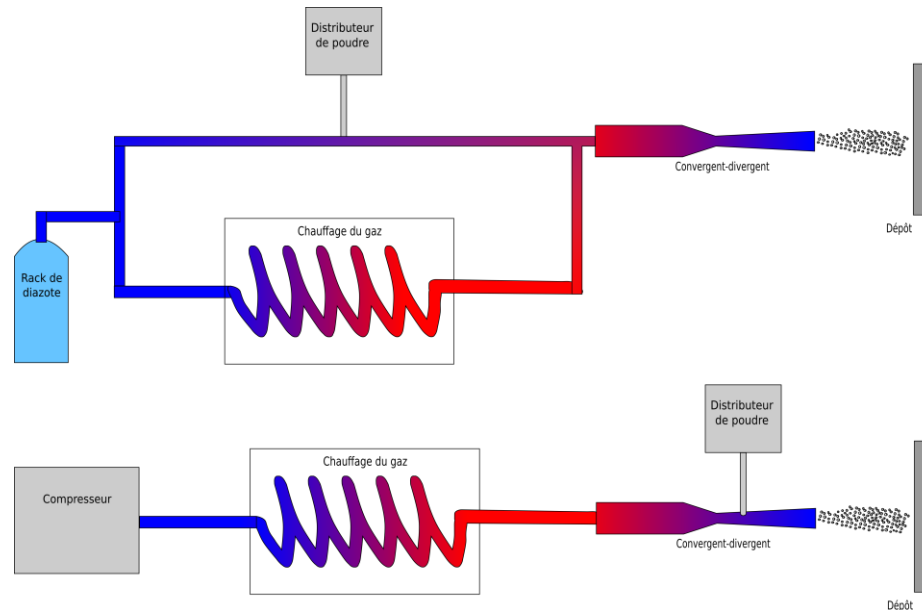


- Dépôts réalisés actuellement par projection plasma
 - Hautes températures mises en jeu → Création de phases secondaires non biocompatibles comme le phosphate tricalcique (TCP) ou la chaux
- Intérêt du cold spray par opposition au plasma ?

- Appartient à la famille des procédés de projection thermique
 - Matériau projeté à plus ou moins grande vitesse dans un état fondu ou semi-fondu sur un substrat préparé

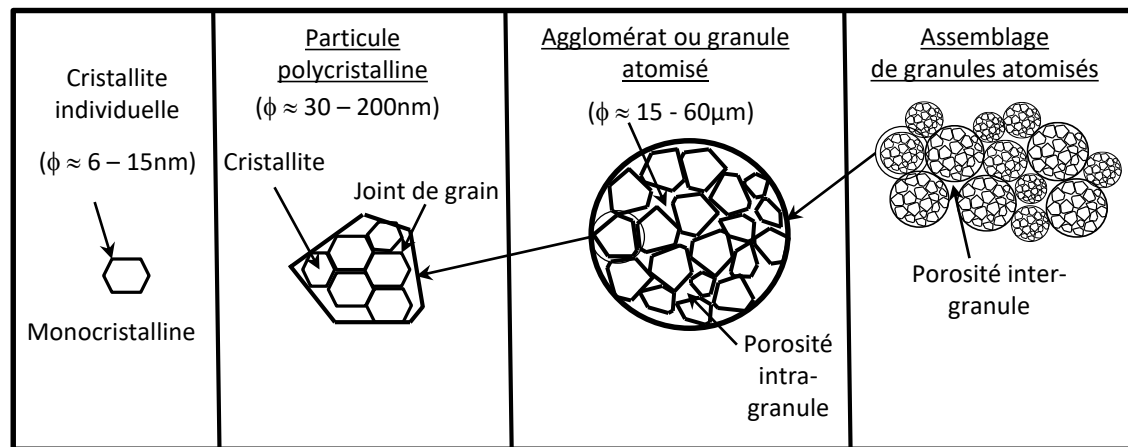
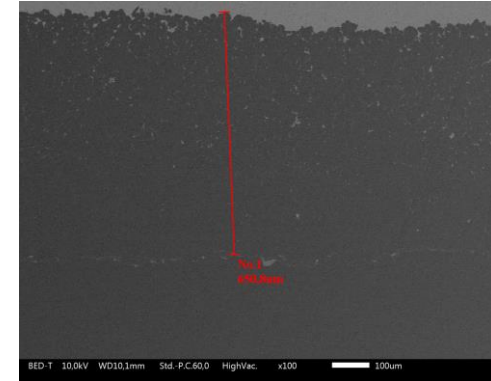


- Procédé peu conventionnel
 - Particules propulsées à une vitesse supersonique par un gaz sous pression (He ou N₂) à travers une tuyère dite de Laval (convergent-divergent) → Particules non fondues
 - Création du dépôt assurée par l'intensité de l'impact
 - Energie cinétique et non pas chimique ou thermique → Déformation plastique

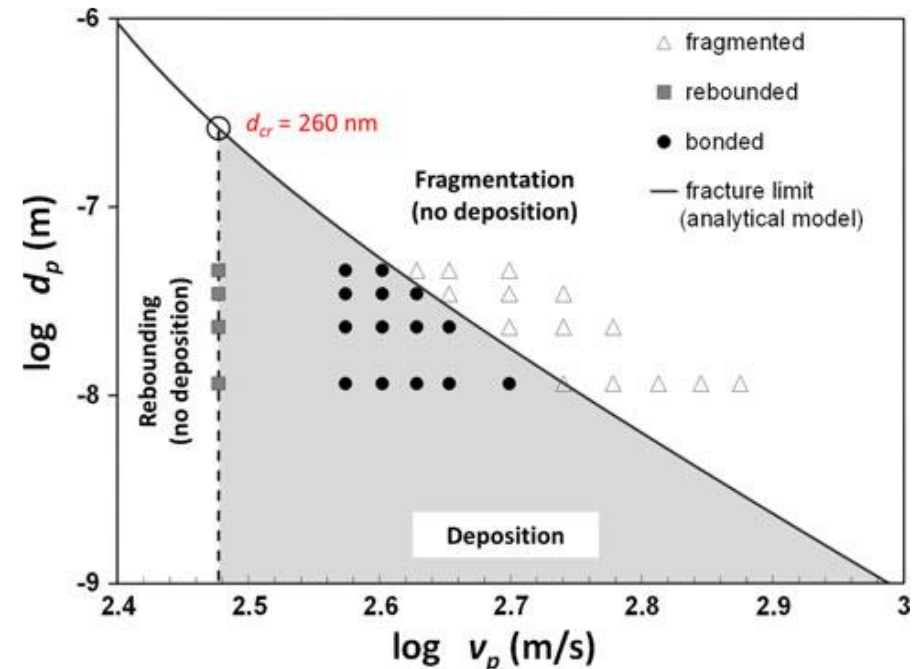


- Avantages du cold spray
 - Conservation des propriétés initiales de la poudre et du substrat
 - Pas d'oxydation
 - Pas d'interaction chimique
 - Pas de création de phase secondaire
- Inconvénients
 - Le coût du gaz
 - Difficile de projeter certains types de matériaux

- Facilité pour projeter des matériaux ductiles
 - Ti par exemple
- Qu'en est-il des céramiques ?
 - Fracturation à l'impact
- Que faire pour y remédier ?
 - Poudres mixtes céramique métal
 - **Agglomérats de nano poudres**



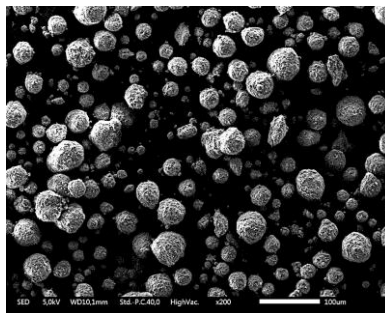
- Travaux de Kendall & al et de Daneshian & Asadi
 - Diamètre critique en dessous duquel les particules céramiques ne se fragmentent plus, mais se déforment
 - **Briser les agglomérats, mais conserver l'intégrité des particules**



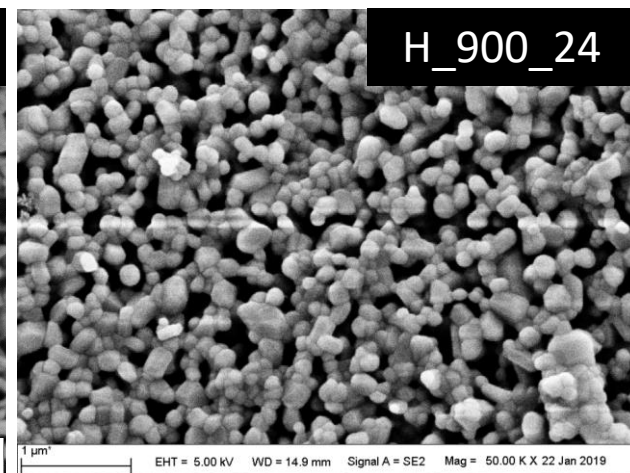
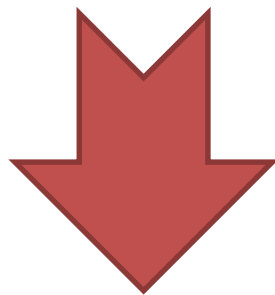
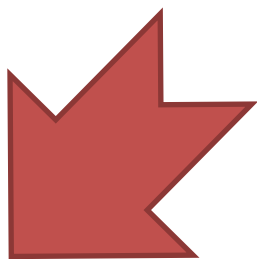
Taille critique de particules pour se déformer et non pas se fragmenter : 260 nm dans le cas de cette étude

Nomenclature

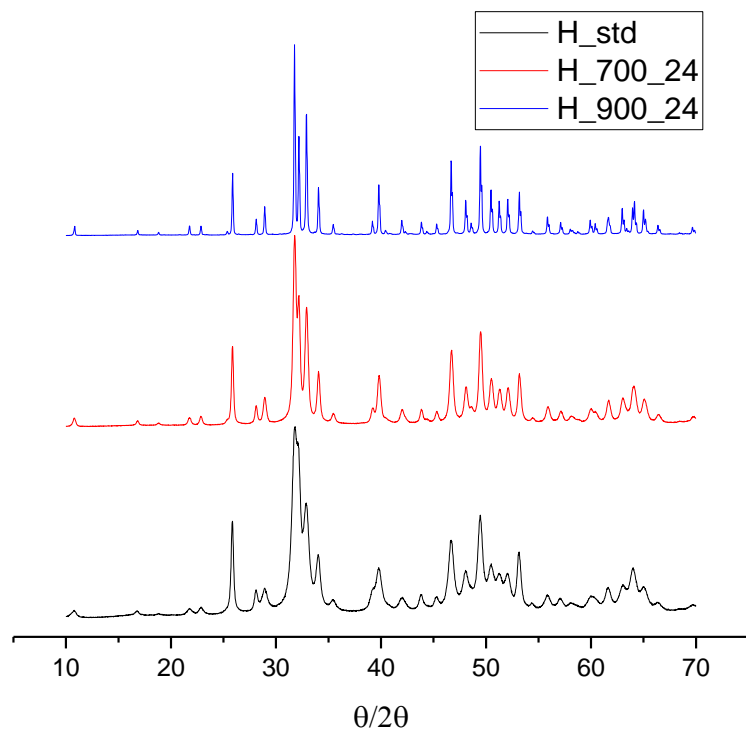
H_std	Pas de TT
H_700_24	700°C – 24h
H_900_24	900°C – 24h



Poudre fournie par Medicoat
France et obtenue par
atomisation séchage



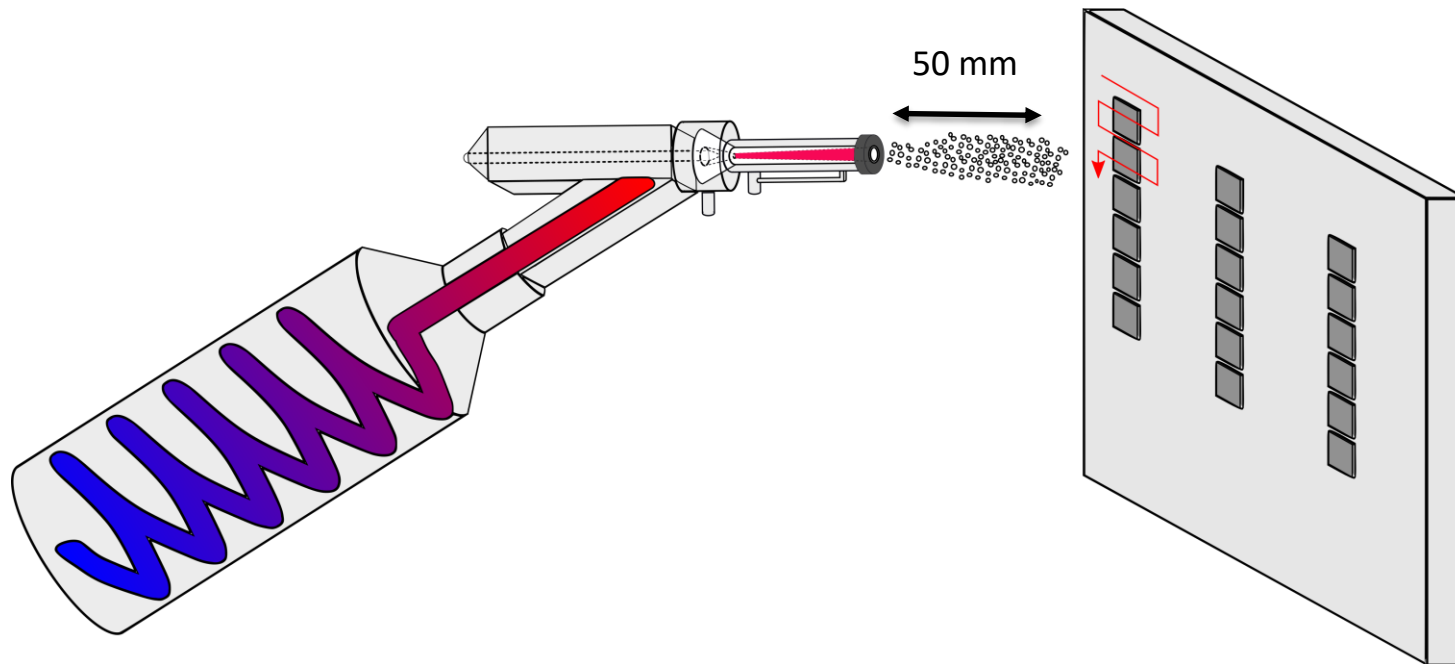
Température de calcination (°C)	Surface spécifique (m ² /g)	Taille de cristallite (nm)	Densité	Diamètre de Feret moyen (nm)	Porosité de l'agglomérat
-	85,11	2,63	2,8967	Pas mesurable	
700	32,06	4,04	3,0874	65	# 50 %
900	9,44	11,10	3,1716	141	# 50 %



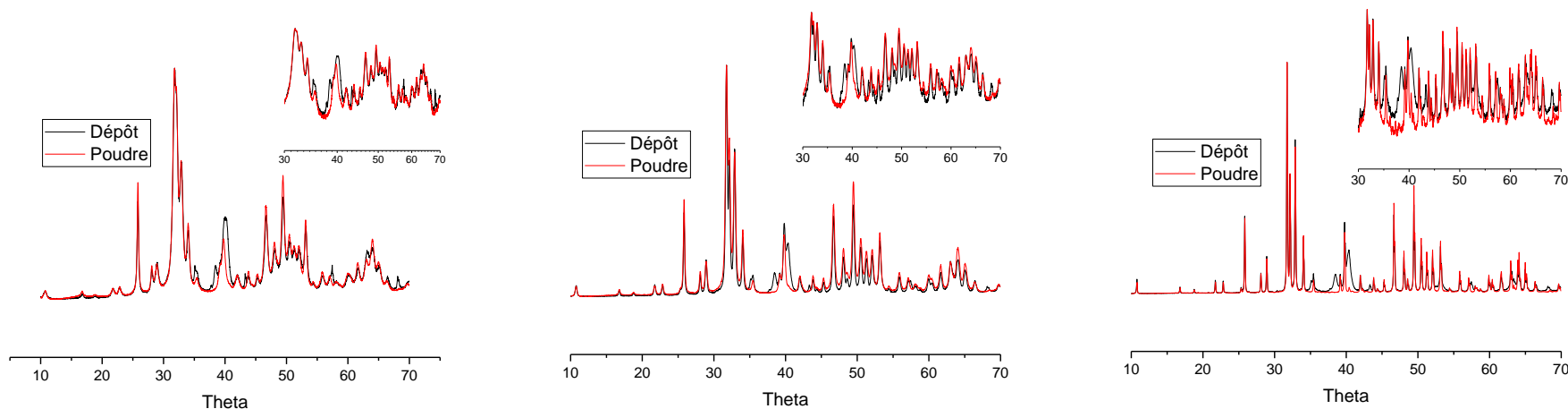
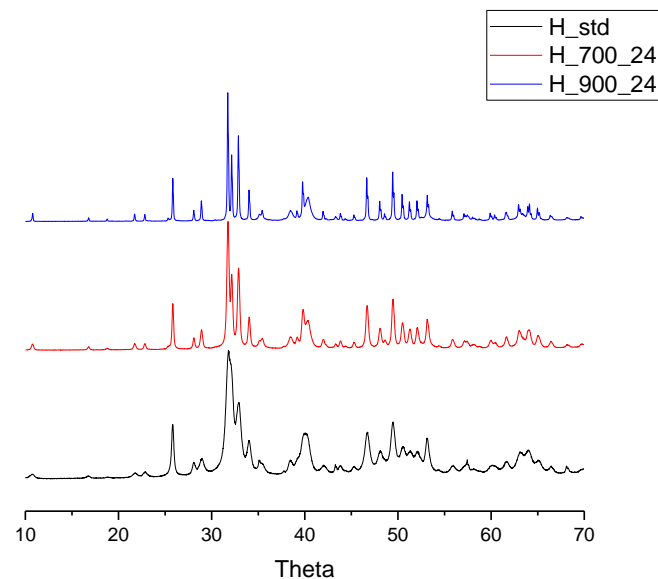
- Diamètre de Feret et porosité de l'agglomérat obtenus par analyse d'image via Image J
- Pas mesurable pour H_std, car nano particules sous forme d'aiguilles et trop superposées
- Conditions de Daneshian & Asadi respectées
 - Obtention des dépôts possible

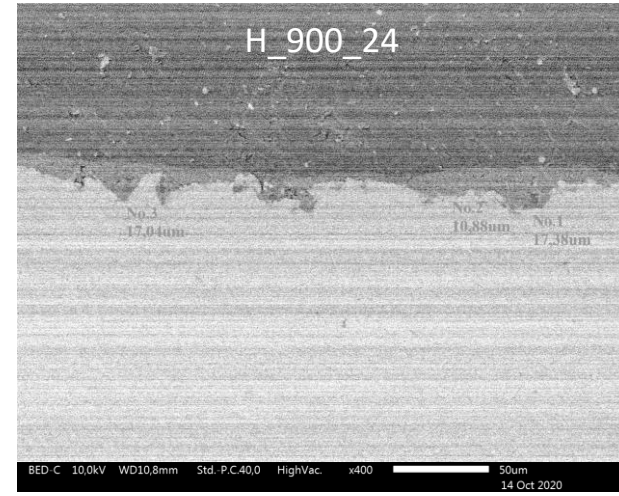
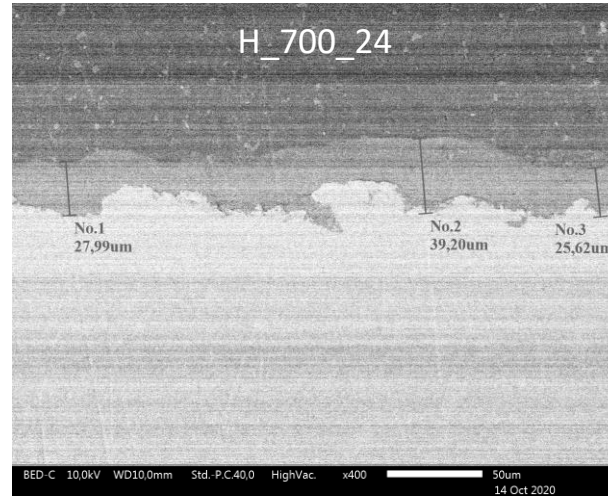
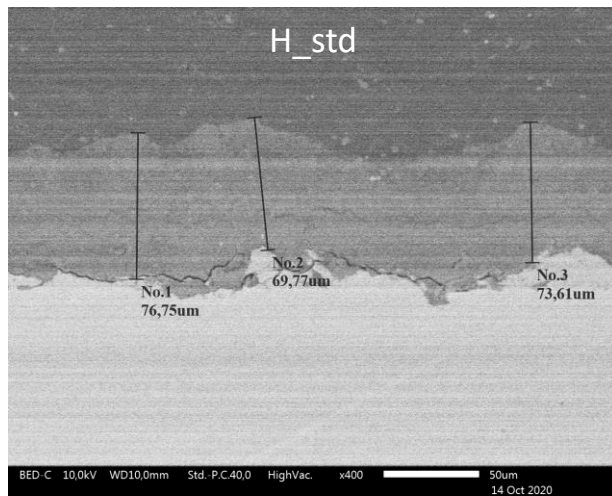
Température	Pression	Déplacement robot	Pas	Substrat	Préparation substrat	Vitesse des particules
250°C	5 bar	0,025 m/s	5 mm	TA6V	Sablage → Ra # 8 μm	# 300 m/s

Dépôts réalisés en cold spray haute pression avec un Impact 5/11



- Nature de la poudre conservée
- Diffractogrammes presque confondus
- Emergence d'un pic qui correspond au titane du substrat (40°)
 - Dépôts pas complètement continus ou avec une faible épaisseur





- Dans les faits, dépôts épais obtenus avec H_std (# 70 μm), intermédiaires avec H_700_24 (# 30 μm) et très fins avec H_900_24 (# 15 μm)
- **Pourquoi ces différences, alors que les trois poudres respectaient bien les conditions de simulation ?**

- Les conditions établies par Daneshian et Asadi concernent un matériau fragile, pas nécessairement l'HA
 - Conditions limites plus basses que 260 nm ?
 - H_std se projette bien car la poudre remplit les critères donnés par la simulation → seul l'agglomérat se fragmente et les nanoparticules se déforment → les contraintes s'accommodent plus facilement
 - H_700_24 se situe au niveau de la limite de ces conditions → une partie des nanoparticules se fragmente et l'autre se déforme → dépôt un peu moins épais
 - H_900_24 possède majoritairement des nanoparticules trop grosses qui vont se fragmenter tout comme l'agglomérat → difficulté à former un dépôt
- En CS, les dépôts se font par compaction
 - Mécaniquement, les nanoparticules d'H_std ont plus de facilités à s'intriquer → cohésion grâce à leur forme d'aiguilles
 - H_700_24 et H_900_24 étant plus sphériques (facteur de forme supérieur à 0,7), intrication plus compliquée → dépôt moins épais ou inexistant

- Il est possible de projeter des céramiques via le cold spray !
- La préparation des poudres reste cependant plus rigoureuse que pour un matériau ductile
- Les paramètres de tir nécessitent une réelle optimisation par opposition aux matériaux ductiles
- Les mécanismes de formation des dépôts commencent à être compris, mais une partie reste encore méconnue
- Il est pour l'instant difficile d'obtenir un dépôt qui allie cristallinité, bonne adhésion et épaisseur

- Perspectives
 - Effectuer les dépôts avec un cold spray basse pression, pour lequel les paramètres de tir seront plus adaptés
 - Utiliser une sous-couche de titane poreux pour accommoder davantage les contraintes
- Objectif
 - Obtenir un dépôt cristallin d'au moins 100 μm



Merci pour votre attention

irCer

institut de recherche
sur les céramiques



Université
de Limoges



UMR CNRS 7315

12 rue Atlantis
87068 LIMOGES CEDEX
FRANCE

www.ircer.fr

Dylan Chatelain

dylan.chatelain@unilim.fr