

Publications

Surface and Coatings Technology

2021-2022

17 novembre 2022

Barrières Thermiques



Image SULZER - HiCoat® P23 – High performanceTBC

Couches Minces

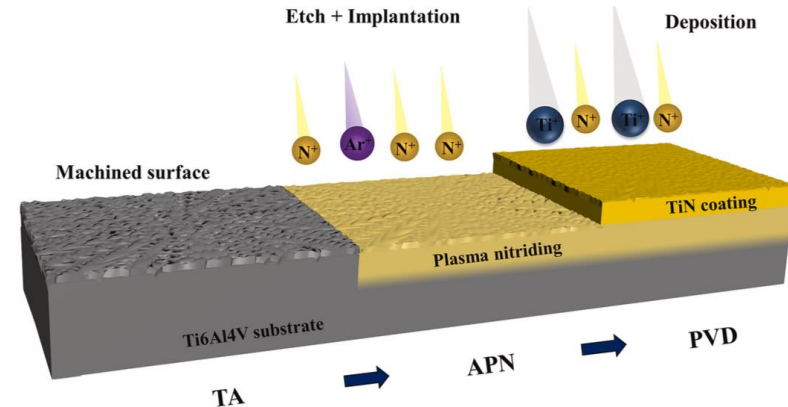
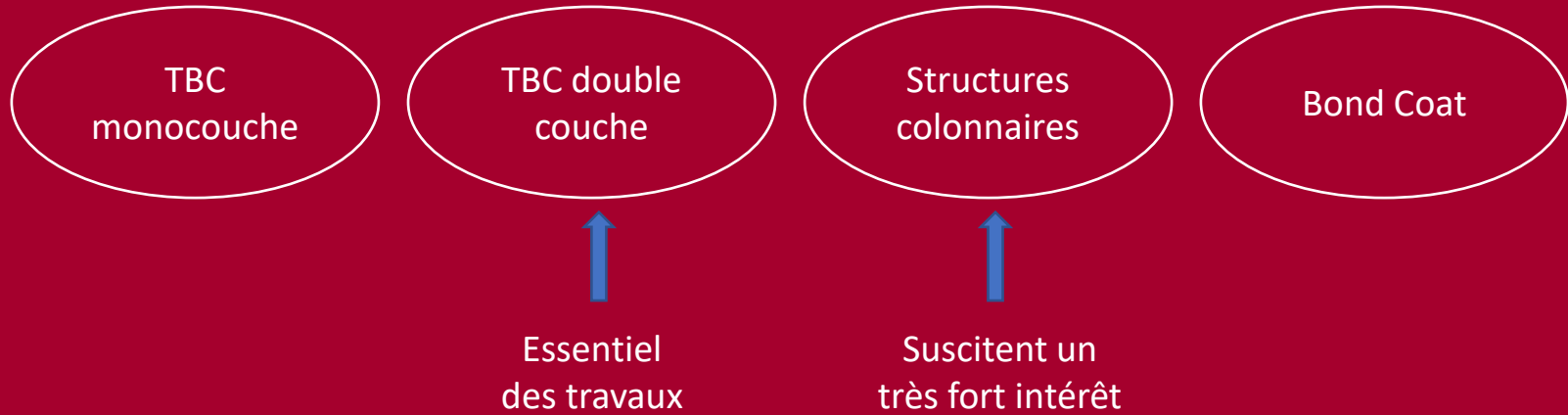


Image Key Laboratory of Implant Device and Interface Science of Liaoning Province, Northeastern University, China

Barrières Thermiques



- Les procédés mis en œuvre sont essentiellement les plasma APS et SPS
- La quasi-totalité des systèmes sont à base de zircono stabilisée à l'oxyde d'yttrium (YSZ)

TBC MONOCOUCHE

Novembre 2022

- ▶ Optimisation de barrières thermiques YSZ APS
State of Key Laboratory for Mechanical Behavior of Materials Xi'an Jiaotong University, China
- ▶ Optimisation des paramètres de projection plasma APS pour revêtements TBC BMT
College of Aeronautics and Astronautics, Taiyuan, China
- ▶ Influence des paramètres de déposition sur des revêtements $\text{Yb}_2\text{Si}_2\text{O}_7$
Oerlikon Metco (US) Inc., Westbury, NY, USA
- ▶ Optimisation des paramètres de projection d'un plasma LPPR pour réparation des TBC YpSZ
Chimie ParisTech, ONERA, Air France, Paris - Ateliers Industriels Aéronautiques de Bordeaux

Influence des paramètres de déposition sur des revêtements $\text{Yb}_2\text{Si}_2\text{O}_7$

In-flight particle states and coating properties of air plasma sprayed ytterbium disilicates
Oerlikon Metco (US) Inc., Westbury, NY, USA (3)

- ▶ Étude de l'influence des paramètres de déposition de revêtements $\text{Yb}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ APS sur le comportement des particules en vol.
- ▶ Matériaux : Bond Coat : Metco 4810 Si powder, Top Coat Metco M6157 $\text{Yb}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ powder, Substrat : Hexoloy™ α -SiC (Saint Gobain Ceramics, Niagara Falls, NY).
- ▶ Variation de l'enthalpie du plasma par variation du ratio gazeux (Ar/H₂)
- ▶ Avec l'augmentation de l'enthalpie du plasma, la température des particules en vol augmente.

Table 1

APS process conditions and coating results.

Coating ID.	Coating conditions	Ar/H ₂ flow ratio	Plasma enthalpy (kJ/g)	Particle temperature (C)	Particle velocity (m/s)	Yb ₂ SiO ₅ (v %)	Average CTE ($\times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$)	Average cycles to failure
A	Low enthalpy	14	22.7	1962	164	32.8	5.01	576 ± 65
B	Medium enthalpy	12	25.7	2156	161	41.2	n/a	471 ± 46
C	High enthalpy	10	29.5	2330	158	65.3	6.37	355 ± 12

- ▶ Les revêtements sont composés principalement de phases amorphes et toutes les phases amorphes se sont transformées en $\text{Yb}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ et Yb_2SiO_5 cristallins après un traitement thermique de 1300°C pendant 10 heures.
- ▶ Température plus élevée des particules.
 - ▶ Augmentation de l'évaporation de la silice (SiO_2).
 - ▶ Une phase Yb_2SiO_5 supplémentaire apparaît dans le revêtement d' $\text{Yb}_2\text{Si}_2\text{O}_7$.
- ▶ L'augmentation de la teneur en Yb_2SiO_5 dans le revêtement a un effet significatif sur la durabilité de l'EBC (Environmental Barrier Coating).
 - ▶ Le coefficient d'expansion thermique (CTE) augmente.
 - ▶ La durée de vie en cyclage thermique (environnement vapeur à 1316°C) diminue.
 - ▶ La résistance aux CMAS est supérieure (formation d'une couche dense empêchant l'infiltration et la diffusion des CMAS).
- ▶ Une seule composition de matériau ne peut pas satisfaire simultanément toutes les propriétés requises des EBC.
- ▶ Une conception d'architecture de revêtement multicouches et multi-phases sera nécessaire pour qu'un système de revêtement EBC ait une résistance améliorée aux CMAS et aux cycles thermiques (environnement vapeur d'eau).
- ▶ L'ajustement des paramètres de projection APS permettra de contrôler de la composition du revêtement et de maximiser la fonction de chaque couche.

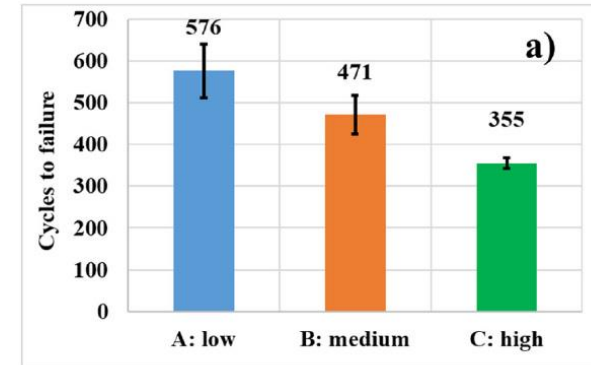


Fig. 7. Thermal cycle life of APS ytterbium silicates.



TBC DOUBLE COUCHE

Novembre 2022

- ▶ Performances de TBC APS double couche céramique dopés aux terres rares
Key Laboratory of Pressure System and Safety, East China University of Science and Technology
- ▶ Résistance aux chocs thermiques de TBC APS double couche céramique BMT-ytria
College of Aeronautics and Astronautics, Taiyuan University, China
- ▶ Tenue à la corrosion à chaud de TBC APS double couche LCO/zircone stabilisée (dopée)
Industrial Research-National Aerospace Laboratories, Bengaluru, Karnataka, India
- ▶ Résistance à la corrosion à chaud de TBC plasma APS bicouches CYSZ/YSZ
CPT Thermal Spray Center, Barcelone
- ▶ Résistance aux chocs thermiques de TBC LCZ/YSZ APS
School of Nuclear Science and Technology, Lanzhou, China
- ▶ Influence de la densité des couches GZ/YSZ sur les propriétés de TBC SPS
Siemens Energy AB, Finspång, Sweden - GKN Aerospace AB, Trollhattan, Sweden



Influence de la densité des couches GZ/YSZ sur les propriétés de TBC SPS

Novembre 2022

Tailoring microstructure of double-layered thermal barrier coatings deposited by suspension plasma spray for enhanced durability

Siemens Energy AB, Finspång, Sweden - GKN Aerospace AB, Trollhattan, Sweden (12)

- ▶ Intérêt des TBC double couche à base de zirconate de gadolinium GZ (couche supérieure) et de zircone stabilisée YSZ pour les turbine à gaz à haute température.
- ▶ Étude de l'influence de la microstructure des couches sur la durabilité des TBC GZ/YSZ plasma SPS.
- ▶ Trois types de microstructures étudiés : GZ poreux (P)/YSZ poreux (P), GZ dense (D)/YSZ poreux (P) et GZ dense (D)/YSZ dense (D) obtenues par modification des paramètres SPS.
- ▶ Substrat : Acier Hastelloy-X, Bond Coat NiCoCrAlY.
- ▶ Les microstructures sont de type colonnaires denses à fissures verticales (DVC).

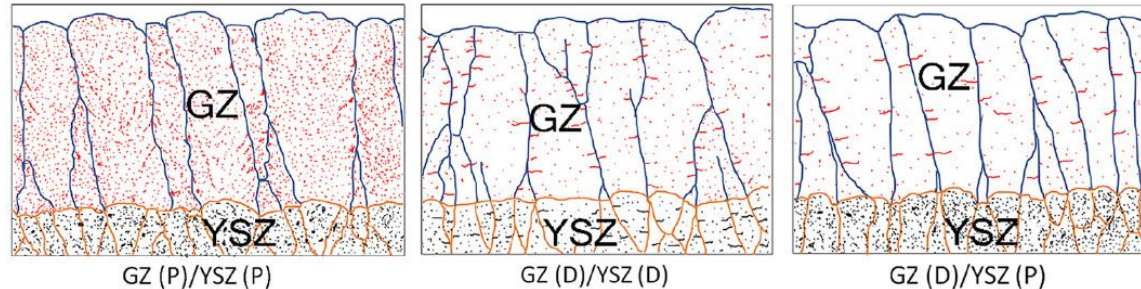


Fig. 1. Illustration of different GZ/YSZ double-layered TBC microstructures deposited by SPS in this work.

- ▶ Propriétés essentiellement analysées : conductivité thermique, durabilité (cycles thermiques : thermal cyclic fatigue TCF + test au brûleur : burner rig test BRT).
- ▶ Les compositions de phases entre les couches denses et poreuses sont très proches (différences négligeables).
- ▶ La conductivité thermique des TBC est comparable (malgré une porosité différente, la présence de fissures horizontales dans les couches denses entrave le transfert de chaleur).
- ▶ La microstructure de chaque couche GZ et YSZ influence fortement la durabilité.
- ▶ Les modes de défaillance sont similaires mais les TBC à base de microstructures colonnaires denses ont une meilleure résistance aux cycles thermiques (essais TFC).
- ▶ Essais BRT : la microstructure GZ (D)/YSZ (P) présente une durabilité plus élevée.
- ▶ Globalement, les TBC à microstructure dense permettent d'améliorer les performances en matière d'érosion, de corrosion à chaud et de résistance aux CMAS.

Fig. 9. TCF lifetime of the investigated GZ/YSZ TBCs at 1150 °C. The error bars

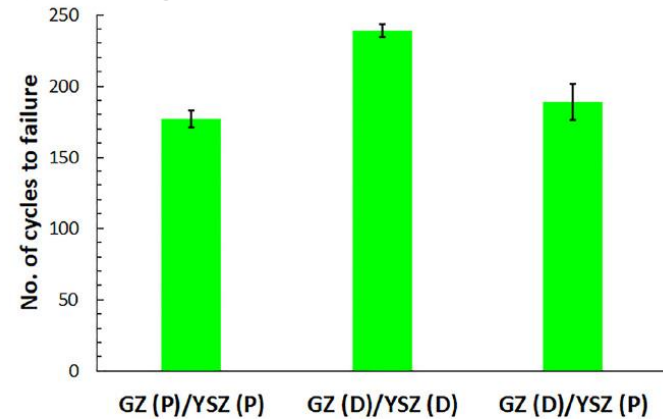


Fig. 9. TCF lifetime of the investigated GZ/YSZ TBCs at 1150 °C. The error bars

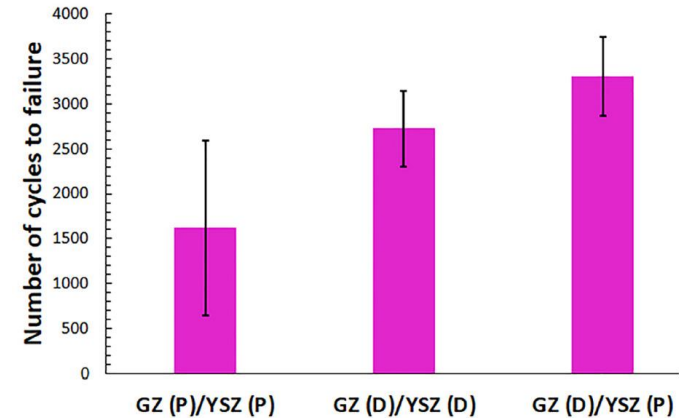


Fig. 13. BRT lifetime of the investigated GZ/YSZ TBCs. The error bars correspond to two data points.



STRUCTURES COLONNAIRES

Novembre 2022

- ▶ Propriétés d'un revêtement TBC SPS à microstructure colonnaire
TOCALO Co., Ltd., Funabashi, Japan
- ▶ Résistance à l'érosion de barrières thermiques SPS colonnaires
Thermal Spray Innovations, Salzburg, Austria
- ▶ Travaux du Forschungszentrum Jülich GmbH sur les structures colonnaires
 - ▶ Coatings with Columnar Microstructures for Thermal Barrier Applications (Advanced Engineering Materials, 2019) <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.1002/adem.201900988>
 - ▶ Columnar Thermal Barrier Coatings Produced by Different Thermal Spray Processes (Journal of Thermal Spray Technology, 2021) <https://link.springer.com/article/10.1007/s11666-021-01228-5>
 - ▶ Additive Manufacturing of Columnar Thermal Barrier Coatings by Laser Cladding of Ceramic Feedstock (Advanced Materials Technologies, 2022) <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.1002/admt.202200098>
- ▶ Nouveau concept de TBC à structure colonnaire : diminution des coûts de production
 - ▶ The new concept of thermal barrier coatings with Pt + Pd/Zr/Hf-modified aluminide bond coat and ceramic layer formed by PS-PVD method (Project co-financed by the European Areal Development Fund under the Operational Programme Innovative Economy and the National Centre for Research and Development Poland (NCBR), 2021) <https://www.degruyter.com/document/doi/10.1515/http-2021-0029/html>



Nouvelle technique de déposition de TBC YSZ par APS + Fabrication Additive Laser

Novembre 2022

Additive Manufacturing of Columnar Thermal Barrier Coatings by Laser Cladding of Ceramic Feedstock

Institute of Energy and Climate Research – Materials Synthesis and Processing (IEK-1), Forschungszentrum Jülich GmbH, Germany

- ▶ Nouvelle technique de fabrication additive (laser cladding) Clad2Z pour TBC colonnaires.
- ▶ Buse confocale montée sur robot – Faisceau laser infrarouge axial.
- ▶ Matériaux : Substrat Inconel 738, Bond Coat conventionnel non spécifié.
- ▶ Colonnes céramiques $\text{\O}450 \mu\text{m}$, hauteur réglable.
- ▶ Étude de l'influence des paramètres du laser et des mouvements du robot sur la forme et la microstructure colonnaire.
- ▶ Excellente performance au cyclage thermique.

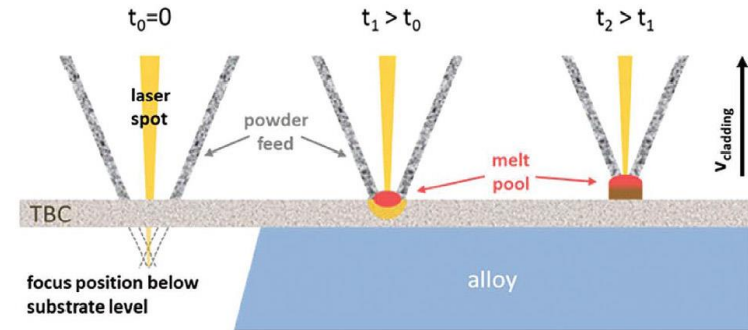


Figure 1. Principle of Clad2Z vertical laser cladding on porous zirconia (zirconia thickness $500 \mu\text{m}$) powder focus (0.2 mm diameter, 3.6 g min^{-1}) and infrared laser focus (0.02 mm diameter, 20 W continuous wave) are aligned, $v_{\text{cladding}} = 5\text{--}60 \text{ mm s}^{-1}$ in z-direction

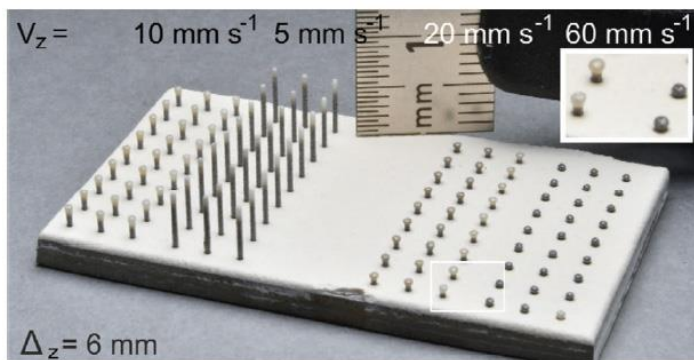


Figure 2. Laser cladded YSZ columns processed at different vertical robot velocities with 20 W laser power on APS YSZ on steel substrate.

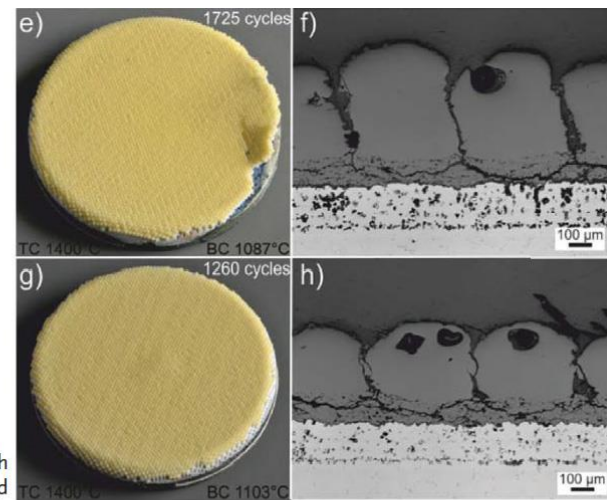
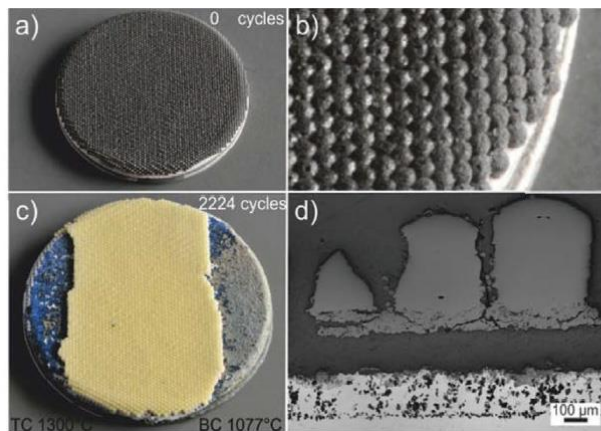


Figure 5. Top view and cross section of thermal cycling samples with double-layered Clad2Z and APS YSZ top coat in a,b) as-manufactured state, c,d) thermally cycled at 1300 °C top coat temperature (TC), e,f) thermally cycled at 1400 °C with 450 μm Clad2Z top coat, and g,h) thermally cycled at 1400 °C with a 300 μm Clad2Z top coat; average bond coat temperatures (BC) and number of cycles to failure (cycles) added by annotations

Nouveau concept de TBC à structure colonnaire : diminution des coûts de production

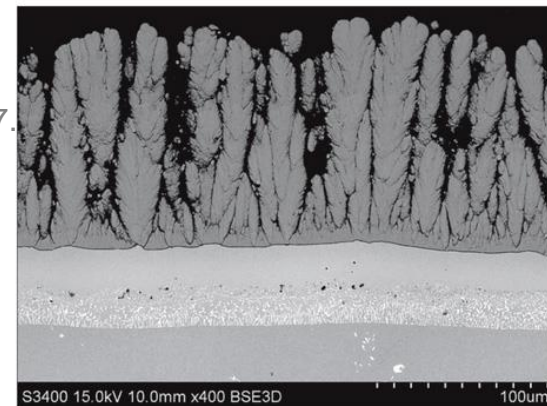
Novembre 2022

The new concept of thermal barrier coatings with Pt + Pd/Zr/Hf-modified aluminide bond coat and ceramic layer formed by PS-PVD method

Project co-financed by the European Areal Development Fund under the Operational Programme Innovative Economy and the National Centre for Research and Development Poland (NCBR), 2021

<https://www.degruyter.com/document/doi/10.1515/htmp-2021-0029/html>

- ▶ Nouveau concept de TBC en 3 étapes :
 - ▶ Dépôts électrolytiques de Pt et Pd sur superalliage de nickel MAR-M247.
 - ▶ Aluminisation CVD avec dopage Zr ou Hf.
 - ▶ Couche céramique YSZ par PS-PVD.
- ▶ Formation d'un revêtement alumine contenant jusqu'à 5 at% Pt et 10 at% Pd dans une solution solide de (Ni, Pt, Pd)Al.
- ▶ Faible concentration de Hf et de Zr dans la zone de diffusion du revêtement alumine.
- ▶ Formation d'une structure colonnaire pendant le processus PS-PVD.
- ▶ Méthode potentielle de substitution de l'EB-PVD (procédé coûteux).



Microstructure of TBC with Pt, Pd, and Hf-modified aluminide bond coat deposited by CVD method and ceramic layer produced by PS-PVD method on MAR M247 nickel superalloy



BOND COAT

Novembre 2022

- ▶ Effet d'un post traitement PPD sur la tenue à la corrosion d'un Bond Coat CoNiCrAlY APS
Jiangxi Provincial Engineering Research Center for Surface Technology of Aeronautical Materials, Nanchang, China
- ▶ Performance de revêtements NiCoCrAlTaY nanocristallins réalisés par Cold Spray
AECC Shanghai Commercial Aircraft Engine Manufacturing Co. Ltd., Shanghai, China
Aerospace Research Centre, National Research Council Canada, Ottawa, Canada



Performance de revêtements NiCoCrAlTaY nanocristallins réalisés par Cold Spray

Novembre 2022

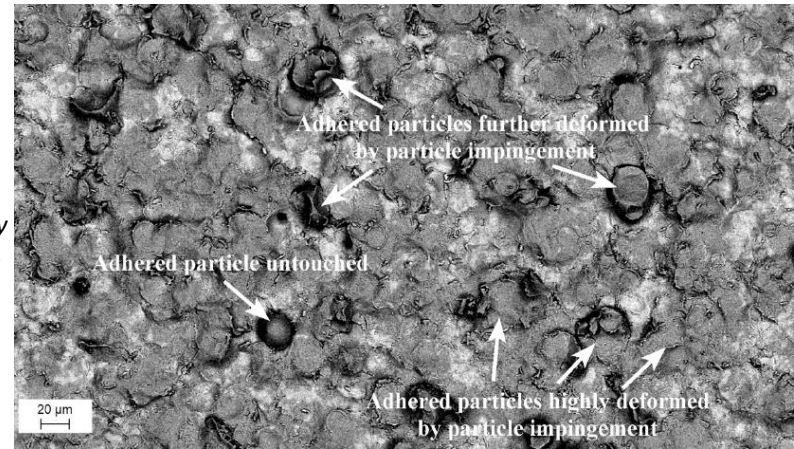
Cold spray for production of in-situ nanocrystalline MCrAlY coatings Part I & II

AECC Shanghai Commercial Aircraft Engine Manufacturing Co. Ltd., Shanghai, China

Aerospace Research Centre, National Research Council Canada, Ottawa, Canada (14 et 15)

- ▶ Bond Coat NiCoCrAlTaY nanocristallin sur super alliage base Ni CMSX-4.
- ▶ Utilisation de produits et matériels commerciaux.
 - ▶ Poudre NiCoCrAlTaY Amdry 997, 5–38 μm , Oerlikon Metco, USA.
 - ▶ Super alliage CMSX-4, Cannon Muskegon, USA.
 - ▶ Système Cold Spray system SST-EP series, Centerline Technology, Winsor, Canada + Buse UltiLife™

Top view BSE image showing cumulative particle deformation promoted by enhanced particle impingements in the interrupted spray test: NiCoCrAlTaY particles (grey) and CMSX-4 single-crystal substrate (bright).



► Analyse en conditions d'oxydation isotherme à 1100°C pendant 1, 2 et 5h (courte) et 10, 25, 50, 100 et 500 h (prolongé).

- Les revêtements NiCoCrAlTaY présentent une microstructure dense, une faible rugosité de surface, des grains à l'échelle nanométrique, un grand nombre de défauts cristallographiques tels que des joints de grains et des dislocations
 ⇒ favorise la formation d'une couche protectrice $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ pendant une oxydation courte.
- La diffusion rapide via ces défauts cristallographiques facilite la diffusion de l'Al dans les revêtements. Cela permet un réapprovisionnement suffisant en Al de la région sous la surface du revêtement
 ⇒ favorise la croissance de la couche $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ pendant une oxydation prolongée.
- La cinétique de croissance des oxydes thermiques (TGO) attribuée aux caractéristiques microstructurelles des revêtements NiCoCrAlTaY nanocristallins CS assurent des performances améliorées.
- L'évolution bénéfique de la concentration en Al sous la surface du revêtement et la cinétique de croissance relativement faible des TGO sont souhaitables pour une protection efficace contre l'oxydation des composants des turbines à gaz.

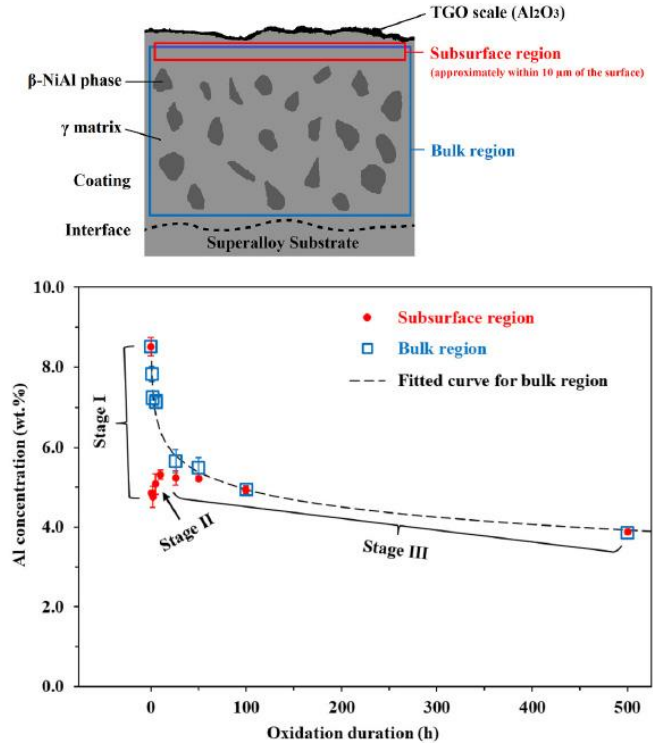


Fig. 10. Evolution of Al concentrations in the coating subsurface and bulk regions. Data points for the two regions overlap at 0 h (as-deposited CS coatings), 100 h, and 500 h. Three distinct stages are indicated on the subsurface Al concentration profile.

PROJET ULTIMATE

Ultrahigh Temperature Impervious Materials Advancing Turbine Efficiency

New Environmental-Thermal Barrier Coating for Ultrahigh Temperature Alloys

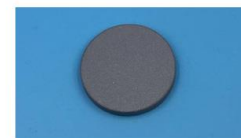
ARPA-E ULTIMATE annual review, March 29, 2022

https://www.arpa-e.energy.gov/sites/default/files/2022-04/UMD_JC%20Zhao_pdf.pdf

- ▶ Actuellement, les aubes de turbine sont fabriquées en superalliages monocristallins à base de nickel (Ni) ou de cobalt (Co).
- ▶ Après de nombreuses années de perfectionnements, leur développement a atteint un plateau.
- ▶ Développer des matériaux à ultra-haute température pour les turbines à gaz.
 - ▶ Fonctionnement en continu à 1300°C.
 - ▶ Températures d'entrée de turbine à gaz de 1800°C ou plus.
 - ▶ Intégrer les récentes avancées en matière de conception et de modélisation des alliages, d'alliages réfractaires, de technologies de fabrication avancées et d'essais à haut débit.
- ▶ Matériaux : Substrats SiC, C103 essentiellement.
- ▶ Revêtement par Jet d'Encre + Frittage ultra rapide



SiC



C103 Nb alloy

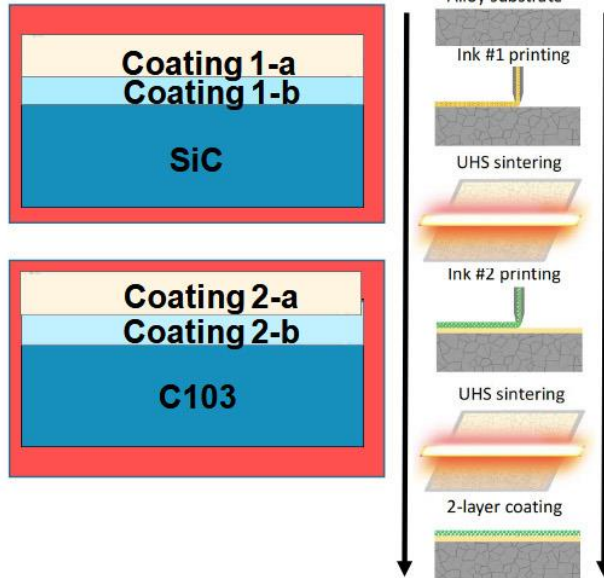


alumina

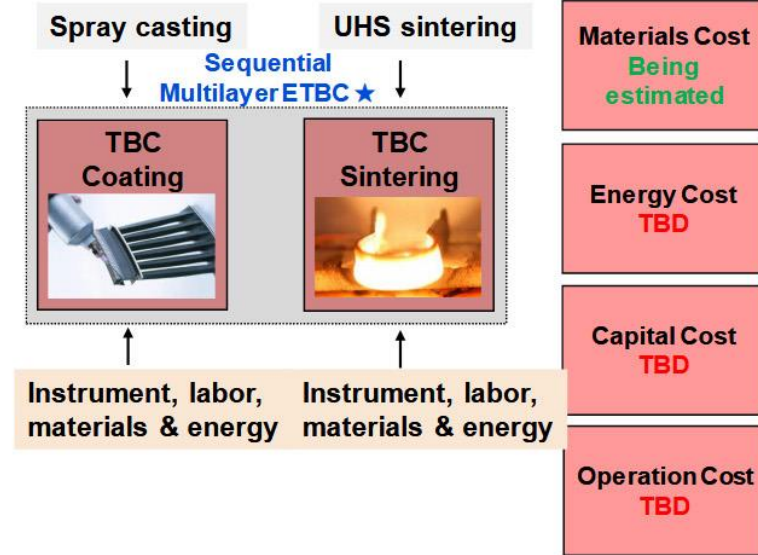
Thermal Barrier Coating Fabrication Process



Identified Substrate / TBC System



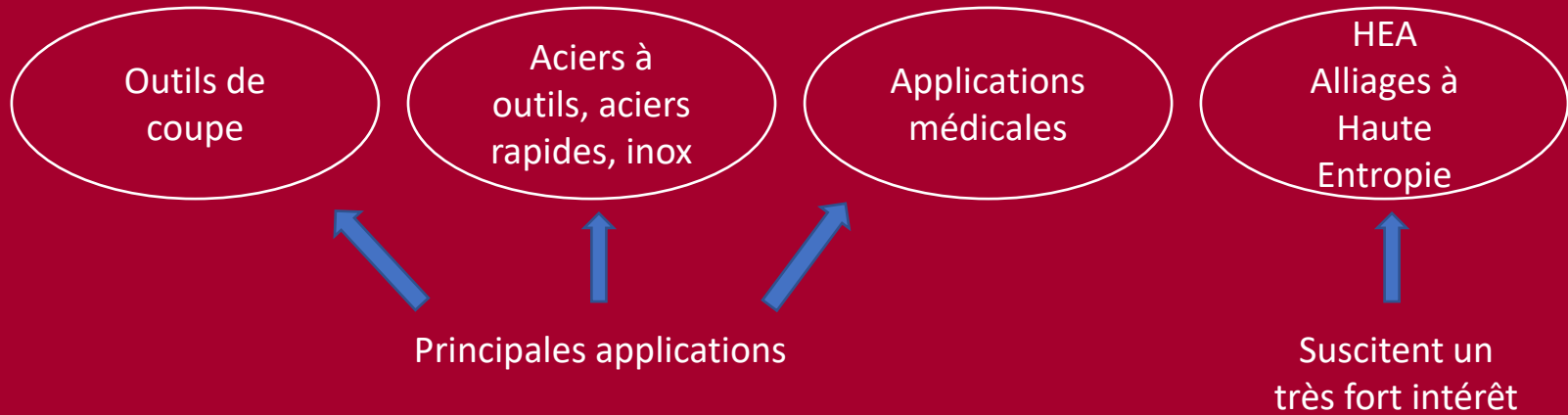
High-level Deposition Process



★ Current TEA analysis is focusing on the multilayer deposition process (spraying/ultrafast sintering). Materials system are identified, and operation protocols and conditions are under development.



Couches Minces



- Procédés prioritaires :

- dépôts PVD
- DCMS (Direct Current Magnetron Sputtering)
- HiPIMS (High Power Impulse Magnetron Sputtering)

OUTILS DE COUPE

- ▶ Revêtements PVD fonctionnel : capteur de température
Surface Engineering Institute, RWTH Aachen University, Germany
- ▶ Revêtement PVD bi-couche AlTiN sur carbure de tungstène
Manufacturing Research Institute, Canada ; Engineering Graduate Program PPGEM, Brazil ; Kennametal GmbH, Germany
- ▶ Revêtements bicouches ZrN/TiN par arc cathodique. Influence de l'épaisseur des revêtements
Ceratizit Austria GmbH, Reutte, Austria
- ▶ Revêtement nano-multicouches AlTiN/TiN PVD pour outil de fraisage hautes performances
Achteck Tool Technology Co. Ltd., Ganzhou, China
- ▶ Performance de dépôts CVD d' α -Al₂O₃ sur outils de coupe
Sandvik Coromant, Stockholm, Sweden ; Seco Tools, Fagersta, Sweden



Revêtements PVD fonctionnel : capteur de température

Smart PVD hard coatings with temperature sensor function

Surface Engineering Institute, RWTH Aachen University, Germany (1)

- ▶ Les dépôts minces PVD sur outils assurent une protection contre l'usure et la corrosion reconnue depuis des décennies.
- ▶ L'intégration de fonctions supplémentaires constitue le futur.
- ▶ Fonctionnalisation de dépôts « capteurs de température » grâce à l'effet thermoélectrique.
- ▶ L'existence de liaisons chimiques métalliques produit la conductivité électrique nécessaire.
- ▶ Deux revêtements multi-couches sont testés :
 - ▶ CrN/AlN+TiAlN.
 - ▶ CrAlN+TiAlN.
- ▶ Fonctionnement jusqu'à des températures de 250°C.

a) Substrate with insulator coating



b) Sensor layer #1 with masked area (right)

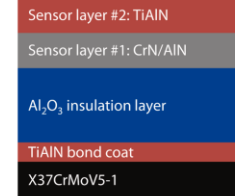


c) Sensor layer #2 with masked area (left)

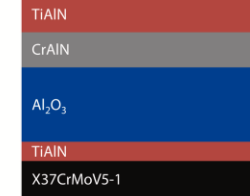


Contacting area #1
Contacting area #2
Measuring area

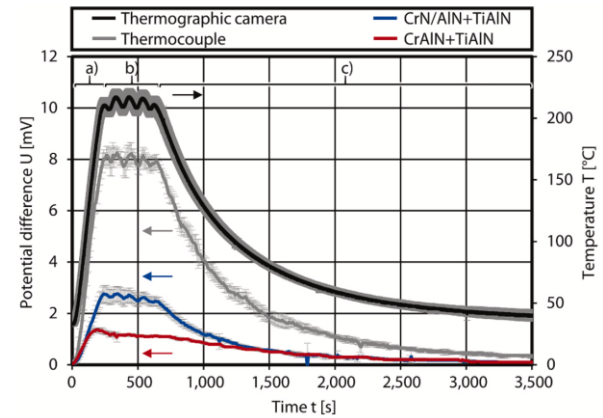
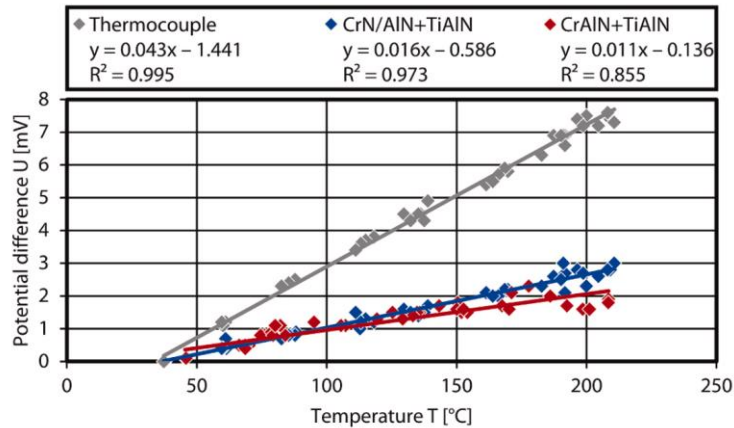
a) CrN/AlN+TiAlN



b) CrAlN+TiAlN



- ▶ Les couches de capteurs sont isolées de l'acier à outils par des couches d' Al_2O_3 .
- ▶ Les revêtements ont une microstructure dense et aucun défaut n'apparaît aux interfaces.
- ▶ Les revêtement présentent une stabilité de phase et une résistance à l'oxydation jusqu'à une température d'au moins 700°C .
- ▶ Le dépôt CrN/AlN+TiAlN présente une précision de mesure nettement supérieure.
- ▶ Les auteurs soulignent que le nombre d'étapes de process devra être réduit en vue d'une faisabilité économique industrielle.



ACIERS À OUTILS, ACIERS RAPIDES, INOX

Novembre 2022

- ▶ Dépôts TiAlN et TiAlCN par pulvérisation magnétron et HiPIMS
Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und Energie, Berlin, Germany
- ▶ Optimisation d'un prétraitement pour revêtement DLC d'aciers à outils
Manchester Metropolitan University, UK - University of Leeds, UK
- ▶ Optimisation de l'adhérence et de la résistance à l'usure de films nano-composites TiNiN PVD
CSIRO Manufacturing, Australia
- ▶ Comparaison des propriétés de films de titane DCMS et HiPIMS sur pièces complexes
*Key Laboratory of Advanced Technologies of Materials, Southwest Jiaotong University, China
Department of Mechanics of Solids Surfaces and Systems, University of Twente, the Netherlands*
- ▶ Nanoalliage NiPd sur acier inox 316L – Performances anticorrosion
*Center of Research Excellence in Nanotechnology, Dhahran, Saudi Arabia ; Interdisciplinary
Research Center for Advanced Materials, King Fahd University of Petroleum Minerals (KFUPM),
Dhahran, Saudi Arabia*



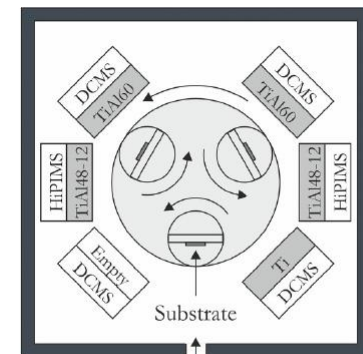
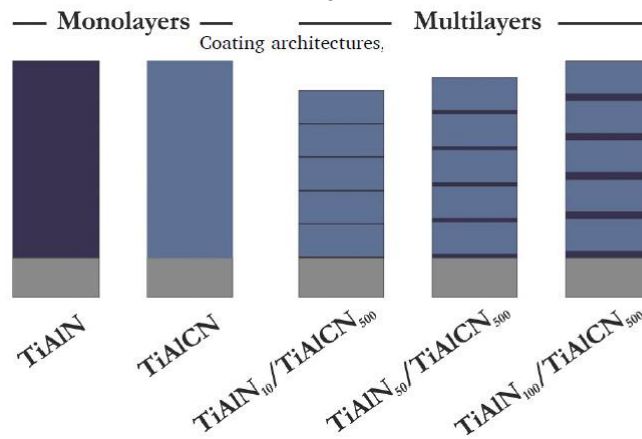
Dépôts TiAlN et TiAlCN par pulvérisation magnétron et HiPIMS

Residual stresses and tribomechanic behaviour of TiAlN and TiAlCN monolayer and multilayer coatings by DCMS and HiPIMS

Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und Energie, Berlin, Germany (6)

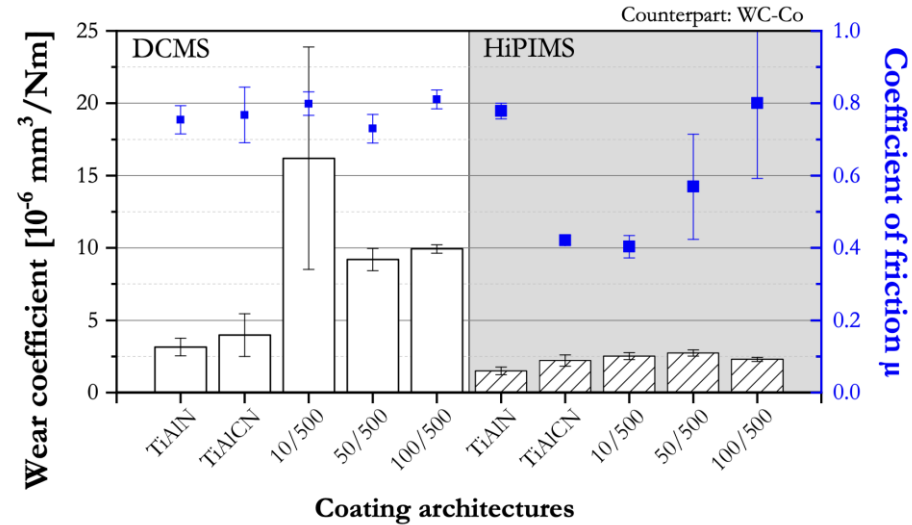
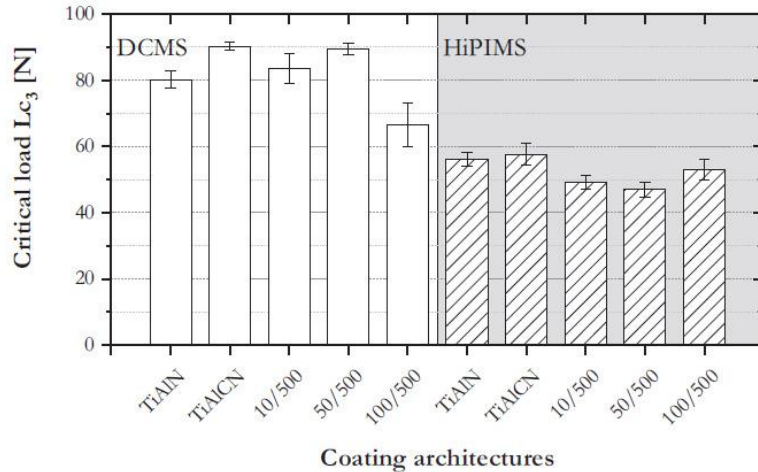
- ▶ Analyse des contraintes résiduelles et du comportement tribomécanique de revêtements monocouche et multicouches TiAlN et TiAlCN sur acier à outil trempé et revenu AISI H11.
- ▶ Pulvérisation magnétron (DCMS – Direct Current Magnetron Sputtering) et HiPIMS.
- ▶ Meilleure compréhension des paramètres et des forces qui influence l'adhérence des revêtements.
- ▶ Élargissement des applications possibles.

Deposition technique	Coating material	Chemical composition (at.%)						
		Ti	Al	N	C	O	Ar	Kr
DCMS	TiAlN	21.7	24.5	52.6	NA	1.0	<0.1	0.1
	TiAlCN	20.5	28.2	40.3	9.0	1.9	<0.1	0.1
HiPIMS	TiAlN	19.9	25.5	53.6	NA	0.9	<0.1	0.1
	TiAlCN	16.2	17.3	42.0	21.7	2.6	0.1	0.1



Ar, Kr, N₂, C₂H₂
target configuration of the deposition device

- ▶ Les contraintes résiduelles du TiAlN déposé par HiPIMS est ~ 7 fois plus élevées qu'avec le DCMS.
- ▶ L'inclusion de carbone dans la structure des revêtements TiAlN réduit les contraintes résiduelles de compression dans les revêtements HiPIMS et DCMS.
- ▶ Une augmentation significative des contraintes résiduelles de traction sur la surface du substrat après dépôt DCMS est mise en évidence, contrairement au HiPIMS.
- ▶ Les dépôts DCMS présentent une adhérence plus élevée que le HiPIMS.
- ▶ Les revêtements TiAlN HiPIMS présentent une plus grande résistance à l'usure par abrasion.
- ▶ Les revêtements multicouches TiAlN / TiAlCN ont une adhérence ou une résistance à l'usure inférieure à celle des monocouche.



MÉDICAL

Novembre 2022

- ▶ Propriétés anticorrosion de films minces ppHMDZ
Department of Chemical Engineering, National Taiwan University of Science and Technology, Taipei
Department of Materials Engineering, Tatung University, Taiwan
- ▶ Performances d'un traitement duplex APN-PVD de vis pour implants dentaires
Key Laboratory of Implant Device and Interface Science of Liaoning Province, Northeastern University, China ; State Key Laboratory of Tribology, Tsinghua University, China
- ▶ Systèmes carbone tétraédrique amorphe pour prothèses articulaires
School of Metallurgical Engineering, Institute of Engineering, Suranaree University of Technology, Thailand ; Synchrotron Light Research Institute (Public Organization), Nakhon Ratchasima, Thailand
- ▶ Formation de biofilms lubrifiants pour prothèses articulaires
Key Laboratory of Advanced Technologies of Materials, School of Materials Science and Engineering, Southwest Jiaotong University, Chengdu, China

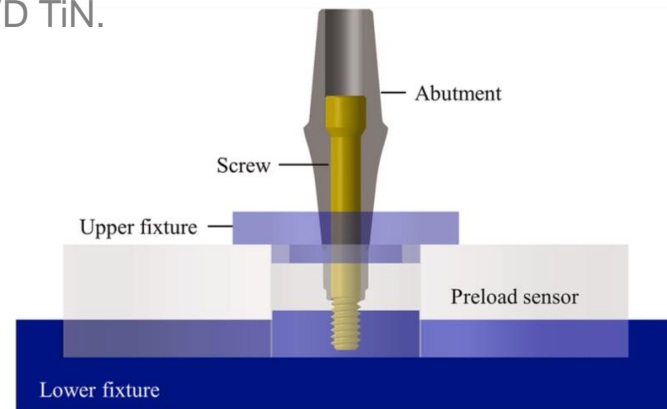
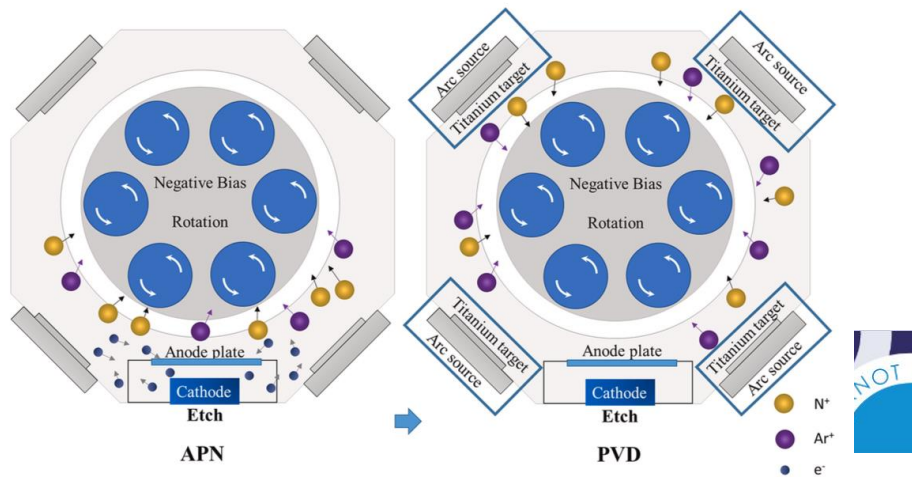


Performances d'un traitement duplex APN-PVD de vis pour implants dentaires

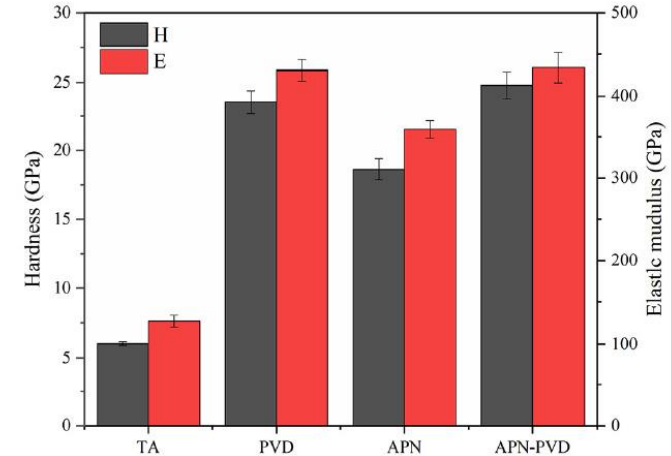
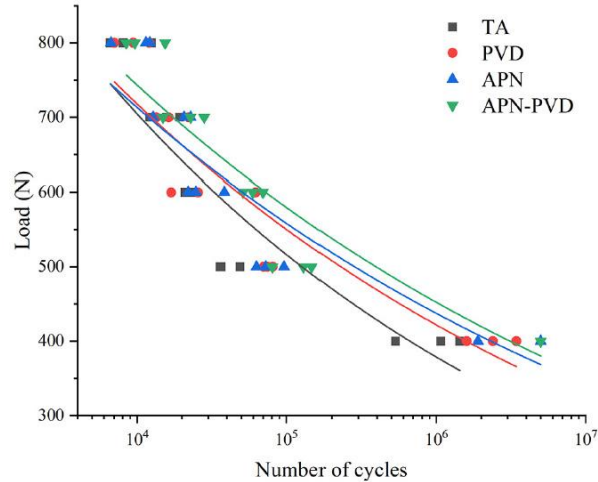
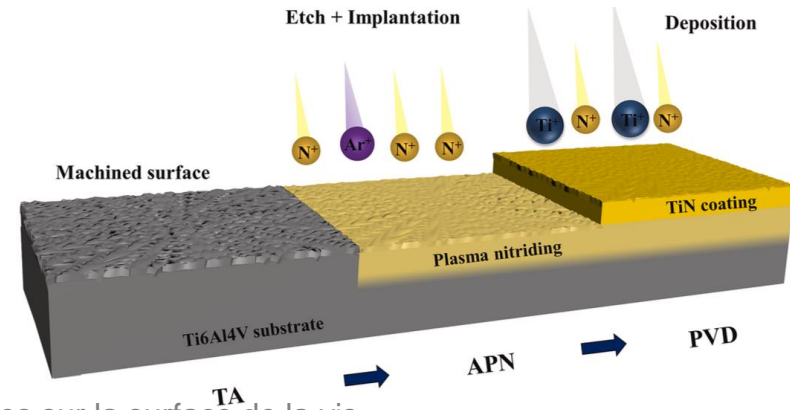
Duplex treatment of arc plasma nitriding and PVD TiN coating applied to dental implant screws

*Key Laboratory of Implant Device and Interface Science of Liaoning Province, Northeastern University, China
State Key Laboratory of Tribology, Tsinghua University, China (12)*

- ▶ Vis pour implants dentaires Ti6Al4V.
- ▶ Nitration ionique APN (Arc Plasma Nitriding) + dépôt PVD TiN.
- ▶ Étude de la tenue en fatigue et du desserrage.



- ▶ Structure de surface à gradient.
- ▶ Par rapport au traitement PVD seul :
 - ▶ Réduction de la rugosité de surface.
 - ▶ Adhérence du revêtement TiN améliorée.
 - ▶ Résistance au desserrage >
 - ▶ Usure <
 - ▶ Tenue en fatigue >
 - ▶ Réduction de l'initiation et de la propagation des fissures sur la surface de la vis.



ALLIAGES À HAUTE ENTROPIE

Novembre 2022

- ▶ Évaluation de couches minces d'alliages réfractaires Mo-Ta-W
School of Aeronautics and Astronautics, Sichuan University, Chengdu, China ; Defense Innovation Institute, Academy of Military Science PLA China, Beijing, China ; State Key Laboratory for Advanced Metals and Materials, University of Science and Technology Beijing, China
- ▶ Influence de la teneur en azote sur les propriétés mécaniques de films AlTiZrTaHf(-N)
LRC CEA-LASMIS, Nogent, France ; CEA Saclay, France ; Research School of Chemistry and Applied Biomedical Sciences, Tomsk Polytechnic University, Russia
- ▶ Optimisation de films minces Hf-Zr-Ce-Y-O HiPIMS
Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia
- ▶ Couches minces HEA par pulvérisation magnétron
 - ▶ Magnetron Sputtering High-Entropy Alloy Coatings : A Mini-Review (IME Process Metallurgy and Metal Recycling, RWTH Aachen University) <https://www.mdpi.com/2075-4701/12/2/319/pdf>
 - ▶ Couches minces HEA par pulvérisation magnétron (High Entropy Thin Films by Magnetron Sputtering: Deposition, Properties and Applications), LASMIS, Laboratoire des Systèmes Mécaniques et d'Ingénierie Simultanée – NICCI, Nogent International Center for CVD Innovation – CEA Saclay <https://www.intechopen.com/online-first/82363>

Évaluation de couches minces d'alliages réfractaires Mo-Ta-W

Microstructure and mechanical properties of Mo-Ta-W refractory multi-principal element alloy thin films for hard protective coatings

School of Aeronautics and Astronautics, Sichuan University, Chengdu, China

Defense Innovation Institute, Academy of Military Science PLA China, Beijing, China

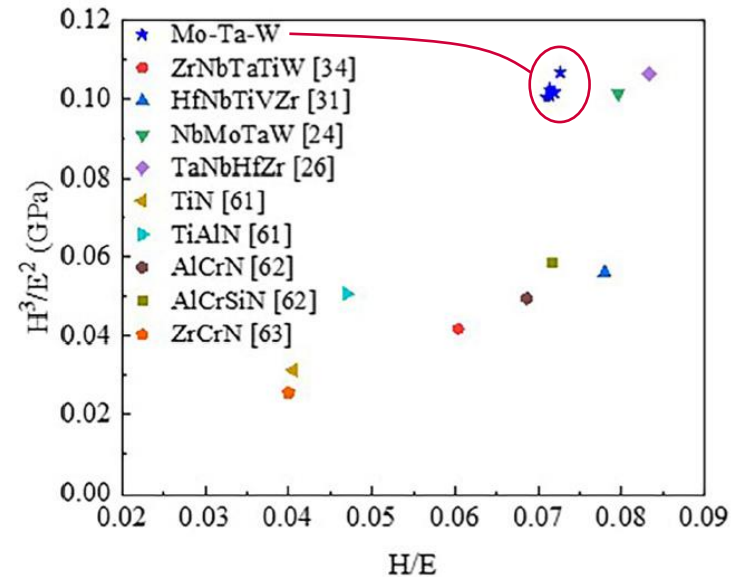
State Key Laboratory for Advanced Metals and Materials, University of Science and Technology Beijing, China (15)

- ▶ Pulvérisation magnétron (direct current multi-target magnetron co-sputtering).
- ▶ Alliages réfractaires (RMPEA Refractory multi-principal element alloys) Mo-Ta-W.
- ▶ Six échantillons évalués (structure de phase, microstructure, rugosité, propriétés mécaniques).

Sample No.	Composition	Grain size (nm)	Thickness (μm)	Deposition rate (nm/min)
1	$\text{Mo}_{32}\text{Ta}_{21}\text{W}_{47}$	14.80	1.844	30.73
2	$\text{Mo}_{36}\text{Ta}_{24}\text{W}_{40}$	10.98	1.589	26.48
3	$\text{Mo}_{40}\text{Ta}_{31}\text{W}_{29}$	11.78	1.422	23.70
4	$\text{Mo}_{32}\text{Ta}_{35}\text{W}_{33}$	9.36	1.678	27.97
5	$\text{Mo}_{31}\text{Ta}_{34}\text{W}_{36}$	10.17	1.822	30.37
6	$\text{Mo}_{34}\text{Ta}_{34}\text{W}_{32}$	10.23	2.223	37.05



- ▶ Structure solide cubique (présence de nano cristaux - taille de grain moyenne de 10 à 15 nm).
- ▶ Films uniformément répartis.
- ▶ Surfaces propres et lisses (rugosité 4 à 8 nm). La rugosité augmente avec la puissance du magnétron.
- ▶ Dureté ~ 20 GPa / Module d'élasticité supérieur à 270 Gpa
 ⇨ Film $\text{Mo}_{32}\text{Ta}_{21}\text{W}_{47}$: dureté maximale de $20,2 \pm 0,83$ Gpa, module d'élasticité de $278,1 \pm 4,37$ Gpa.
- ▶ Les films présentent des valeurs H/E et H^3/E^2 supérieures à celles des revêtements traditionnels (TiN, TiAlN et autres nitrures) mais les films NbMoTaW et TaNbHfZr ont des valeurs H/E plus élevées.
- ▶ Les films minces ternaires Mo-Ta-W présentent une résistance à l'usure intéressante et sont de bons candidats potentiels au revêtement d'outils de coupe entre autres.



Couches minces HEA par pulvérisation magnétron

Magnetron Sputtering High-Entropy Alloy Coatings : A Mini-Review

IME Process Metallurgy and Metal Recycling, RWTH Aachen University

<https://www.mdpi.com/2075-4701/12/2/319/pdf>

- ▶ La pulvérisation magnétron est considérée comme l'une des méthodes les plus efficaces pour le dépôt de films minces HEA.
- ▶ Étude bibliographique sur l'influence composition de la cible, de la tension de polarisation et du débit de gaz sur les propriétés des dépôts (morphologie, propriétés mécaniques).
- ▶ Tableaux de synthèse intéressants
- ▶ Un dopage azote (HEAN) augmente les propriétés des revêtements (notamment dû au passage d'une structure amorphe à une structure FCC - solide en solution) :
 - ▶ propriétés mécaniques >
 - ▶ Résistance à la corrosion >
 - ▶ Élimination de l'effet de piqûre (testés sur navires)
 - ▶ Stabilité thermique >
 - ▶ Effet barrière thermique >
- ▶ La résistance à la corrosion des HEA reste > aux HEAN lorsque ces derniers ne sont pas fabriqués à des débits de N₂ optimaux.



Table 1. Summary of HEA-based coating techniques

Technique	Advantages	Disadvantages
Magnetron sputtering	<ul style="list-style-type: none"> • Easy to obtain film stoichiometry similar to the stoichiometry of the target material • Rapid quenching of thin films at a rate of 10^9 K/s • Easy fabrication of superior mechanical ability and corrosion-resistant HEA nitride coatings 	<ul style="list-style-type: none"> • A slight variation in gas flow rate could drastically change the composition of HEA thin films • Time-consuming
Arc cladding	<ul style="list-style-type: none"> • Low dilution of the substrate material • Excellent metallurgical bonding between substrate and coating 	<ul style="list-style-type: none"> • Low deposition coefficient
Laser cladding	<ul style="list-style-type: none"> • Rapid solidification velocity (10^3–10^6 K/s), avoiding component segregation • Coatings with 1–5 mm thickness can be fabricated 	<ul style="list-style-type: none"> • Possible decline of the substrate and HEA coating properties due to elemental dilution
Thermal spraying	<ul style="list-style-type: none"> • High deposition coefficient • Low dilution of coating materials 	<ul style="list-style-type: none"> • Highly porous films • Lamellar structure
Electrodeposition	<ul style="list-style-type: none"> • Cost-efficient • Can fabricate coatings on complex geometries 	<ul style="list-style-type: none"> • Time-consuming • Contamination of coating from anode products



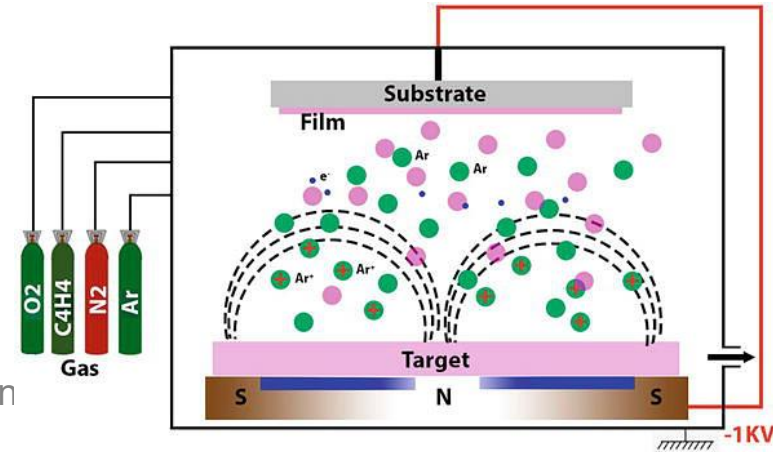
Couches minces HEA par pulvérisation magnétron

High Entropy Thin Films by Magnetron Sputtering: Deposition, Properties and Applications

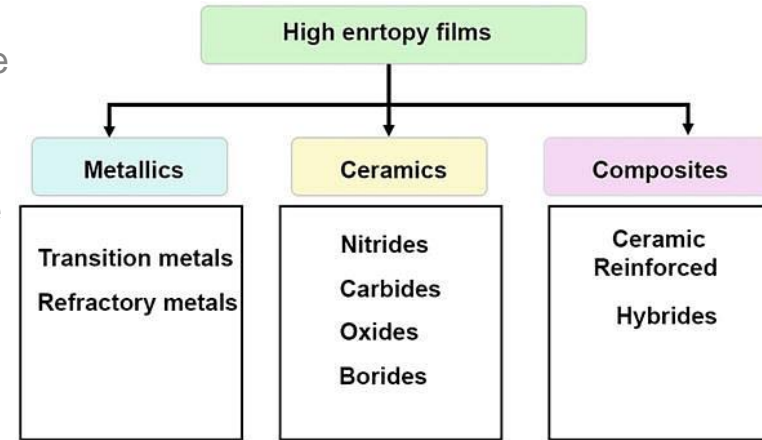
LASMIS, Laboratoire des Systèmes Mécaniques et d'Ingénierie Simultanée – NICCI, Nogent International Center for CVD Innovation – CEA Saclay

<https://www.intechopen.com/online-first/82363>

- ▶ Chapitre 8 de l'ouvrage High Entropy Materials - Microstructures and Properties
<https://www.intechopen.com/books/11468>
- ▶ Propriétés des films HEA déposés par pulvérisation magnétron : électrochimique (corrosion) et physique (oxydation).
- ▶ Deux procédés majeurs : DCMS et HiPIMS.
- ▶ Le procédé HiPIMS a conduit à la formation d'une microstructure plus dense que le DCMS.
- ▶ La tension de polarisation du substrat, la pression, le débit de gaz influencent fortement les propriétés physico-chimiques des films HEA.
- ▶ L'introduction de N_2 ou CH_4 ou O_2 conduit à la transition cristalline.
- ▶ La préparation de films denses prévient les attaques acides et améliore la résistance à la corrosion.



- ▶ Formation de couches d'oxyde telles que $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ et $\alpha\text{-SiO}_2$ sur la surface du film supérieur joue un grand rôle dans la protection des matériaux contre l'oxydation à haute température.
- ▶ Les films HEA ont un fort potentiel d'application dans les biomatériaux et les processus d'usinage.
- ▶ Des efforts supplémentaires sont nécessaires pour développer une compréhension approfondie de cette classe de matériaux.
- ▶ La complexité des matériaux augmente avec le nombre de combinaisons possibles d'éléments.
- ▶ La métallurgie traditionnelle ne peut pas répondre aux exigences de résultats rapides (nécessite beaucoup de temps en fonction des combinaisons).
- ▶ Des techniques de caractérisation avancées sont nécessaires et doivent être combinées à la simulation théorique pour résoudre ce type de problème.
- ▶ L'intelligence artificielle peut également être ajoutée aux connaissances de la métallurgie traditionnelle afin de définir de nouvelles approches pour l'étude des films HEA innovants.





Going for the future

Note aux lecteurs

Les entreprises citées dans ce document de veille le sont à titre illustratif (ce n'est en aucun cas un « publireportage » ou un outil de promotion de telle ou telle solution du marché)

De la manière, nous ne cherchons pas l'exhaustivité des informations, mais plutôt à illustrer l'état de l'art et les tendances.

Malgré le soin apporté à la réalisation de cette note, certains liens hypertextes peuvent ne pas fonctionner correctement, notamment en raison de modifications des sites internet ciblés (ex: « page not found ») ou d'options de sécurité de certains viewers de PDF

Dossier de veille réalisé avec Céline Trévisiol, pôle Matériaux Métalliques et Surfaces, présente à ces congrès, à consulter pour tout besoin technique

Dossier de veille réalisé avec :

Contact: Hasna Ambarki – sgr@cetim.fr – 09 70 82 16 80

