

Compte-Rendu de la Réunion annuelle des utilisateurs de la plateforme SPS Ile de France pour 2023

29 février 2024, de 14h à 17h, en présentiel au SATIE + visio-conférence

- Personnes présentes à la réunion, par laboratoire (en italique les personnes en visioconférence) : David Bérardan (**ICMMO**) ; *Benjamin Ledroumaguet (ICMPE-C3M)*, Yona Ait-Meddour, Fabrice Couturas, Judith Monnier, Clément Vary, Benjamin Villeroy (**ICMPE-M2i**) ; Delong He (**LMPS**) ; *David Tingaud (LSPM-Mecameta)* ; Frédéric Mazaleyrat, Oleksandr Pasko (**SATIE**)

- Laboratoires non représentés lors de la réunion : IRCP, ITODYS, LCMCP, LMS, LSPM-MINOS, ONERA, SPMS

Judith Monnier (JM) ouvre la séance en remerciant Frédéric Mazaleyrat (FM) d'accueillir la réunion dans les nouveaux locaux du SATIE, et en remerciant les représentants des différents laboratoires de la plateforme de leur présence.

La réunion débute par des rappels sur les investissements, sur des points administratifs et sur les statistiques d'utilisation de la machine (JM, voir [SPS Présentation générale 20240229.pdf](#)). Il n'y a pas eu de modification des investissements sur l'année 2023. La part de chaque laboratoire est rappelée car elle est utilisée pour le calcul des factures d'investissement. La liste des correspondants par laboratoire est présentée et modifiée pour prendre en compte les évolutions dans chaque équipe. Quelques règles administratives et de gestion de la machine sont rappelées :

- sur le devoir pour chaque utilisateur de faire établir par son laboratoire **un ordre de mission sans frais à l'année** pour être couvert lors de ses déplacements et activités sur le site de Thiais.

- sur la formation d'un permanent au moins par laboratoire.

- sur la procédure de notation pour le nom de fichier (**AAAA-MM-JJ_nom de fichier**) et la nécessité de noter sur le cahier SPS les éléments chimiques introduits dans la machine pour la sécurité des utilisateurs, ainsi que l'importance du nettoyage de la chambre de frittage en fin de manip.

- sur la nécessité de respecter la propriété des blouses des utilisateurs qui ont décidé de laisser la leur sur place. Pour rappel il y a un vestiaire de blouses nominatives et un vestiaire de blouses de prêt.

Suite au renforcement des contrôles d'accès à l'ICMPE, une liste mise à jour est régulièrement transmise à la Délégation régionale du CNRS et au poste de garde pour les entrées sur le site. Cette liste est jointe en annexe à ce compte-rendu et **chaque correspondant de laboratoire doit y indiquer tous les utilisateurs potentiels (permanents et non-permanents (stage, thèse et post-doc) susceptibles de travailler sur la SPS** (les étoiles marquent les correspondants par laboratoire). Les utilisateurs devront **remettre une pièce d'identité au poste de garde en échange d'un badge visiteur d'accès au bâtiment F (sauf ZRR)**.

Un diagramme circulaire des jours d'utilisation de l'année 2023 montre que la machine a été utilisée 150 jours sur 251 jours ouvrés, soit 59,4% de taux d'occupation. Ce taux est en hausse de 10% par rapport à l'année dernière et confirme la reprise d'activité sur la SPS, et le développement de nouvelles thématiques dans la dynamique du projet SESAME Ile-de-France d'acquisition d'une nouvelle SPS couplée à une boîte à gants.

Comme tous les ans, la bibliographie des laboratoires en lien avec leur utilisation de la SPS, est recueillie suivant le modèle ci-dessous afin d'être mise en ligne par Fabrice Couturas (FC). Il est rappelé que nous référençons les articles et proceedings parus dans des journaux scientifiques, les brevets, les chapitres de livres et les thèses soutenues. Les thématiques présentes entre 2013 et 2023 sont les suivantes : céramiques structurales, connectique, ferroélectricité, magnétisme, magnétocalorique, magnéto-électrique/multiferroïques, mécanique, métallurgie, modélisation du frittage, optique, polymères poreux, procédés, stockage batteries Ni-MH/Li, synthèse/mise en forme, thermoélectricité. Il est demandé aux laboratoires n'ayant pas encore remonté leurs publications (ITODYS, LCMCP, LSPM Minos, SPMS) de le faire rapidement auprès de FC afin qu'il puisse les rentrer sur le site internet de la plateforme.

Thématique	Titre	Auteurs	Journal	Volume	Pages	Année	Type de communication	Autres infos (DOI, etc..).
------------	-------	---------	---------	--------	-------	-------	-----------------------	----------------------------

Pour rappel, il a été approuvé en réunion que **chaque membre de la plateforme SPS publiant des travaux en rapport avec des matériaux élaborés par la SPS de Thiais la cite dans la partie expérimentale, dans les remerciements ou dans la partie relative aux réseaux de recherche ou aux financements de la plateforme SPS d'Île-de-France**, ceci afin d'améliorer notre visibilité. La formulation peut être la suivante : *Spark plasma sintering (SPS) was realized using a Dr. Sinter 515S Syntex setup belonging to the "Plateforme de Frittage Ile de France" (Thiais, France).*

Benjamin Villeroy (BV) rappelle les propriétés et les coûts des différentes matrices de graphite disponibles (Mersen 2334 et ToyoTanso ISO68), ainsi que le graphique de l'évolution de la consommation des matrices en graphite. Il présente ensuite les dépenses de l'année 2023 (feutre souple Mersen pour l'investissement, consommation des creusets et autres consommables) et la répartition par laboratoire. Il rappelle que la part 'consommable' doit être réglée par émission d'un bon de commande après réception de la facture, et la part 'investissement' doit être réglée par virement direct de laboratoire à laboratoire. Les factures non remises en main propre pendant la réunion seront envoyées par courrier aux différents laboratoires.

BV présente les mesures de la campagne de contrôle de la force en compression appliquée par la machine. Il n'y a pas de constat de dérive. Le contrôle de température a également été réalisé. Des tests ont été faits sur le positionnement du pyromètre, et il a relevé que tant que le pyromètre est centré sur la fenêtre de mesure, il n'y a pas de variation de la température lue. A l'inverse, il a fait 2 séries de mesures en sortant le thermocouple et en le repositionnant dans le moule, et on observe un impact sur les valeurs de température relevées. Il semble donc que le paramètre le plus limitant sur les fluctuations de température est **le positionnement du thermocouple** dans le trou du moule. David Bérardan (DB) fait remarquer qu'à la vue de cette observation, la mesure au pyromètre est plus fiable qu'au thermocouple. FM confirme, mais souligne tout de même que c'est une mesure externe du moule (avec le thermocouple on est à mi-paroi) et qu'on a donc un effet de gradient qui impose de refaire toute une étude paramétrique des frittages SPS de ses matériaux.

Par ailleurs, un **rappel des bonnes pratiques d'utilisation des thermocouples est fait, à la suite de mauvaises manipulations observées endommageant ceux-ci de manière irréversible. Une affiche spécifique va être préparée par BV pour sensibiliser l'ensemble des utilisateurs à ce point.** Il est rappelé que les thermocouples, surtout type S, coûtent très cher et qu'il faut en prendre soin pour les faire durer. Une discussion s'engage d'ailleurs sur la pertinence de conserver les mesures par thermocouple type S au vu de leur coût qui devient

prohibitif, et il est décidé qu'à minima ce thermocouple sera conservé dans le bureau de BV et FC et sorti sur demande.

BV présente ensuite trois propositions de matrices pour travailler à haute pression : une matrice composite graphite-SiC qui permet de monter à plus de 1000 °C avec une pression de 1 GPa en diamètre 8 mm et qui a été testée positivement par le LSPM (mais avec les difficultés d'approvisionnement en SiC Boostec de Mersen). Une matrice en carbone composite CX-31V de Toyo Tanso ($P_{max} = 300$ MPa) mais la dernière demande de devis est restée sans réponse, et les essais par BV sur le composite Sigrabond mechanical de Graphitec n'ont pas été concluants. Plus récemment, BV a reçu une proposition pour une matrice Sinterlab en WC M48 (sans Co) qui permettrait de dépasser le GPa à 1000 °C. Suite à la réunion, le LSPM et ITODYS semblent intéressés par un achat, mais au vu du coût (~3000 euros) une preuve technique de leur efficacité serait un plus. Les équipes de recherche qui développent actuellement les hautes pressions sous SPS en France (Sylvie Le Floch et Yann Le Godec notamment) sont également évoquées par JM.

BV fait aussi un point sur les matrices graphite 2334 en diamètre 15 et 20 mm. Les matrices de diamètre 15 mm ont présenté une casse anormale à 200 MPa. Le problème a été remonté à Mersen qui après analyse n'a rien trouvé d'anormal à ce jour. Les matrices de diamètre 20 (P_{max} applicable = 160 MPa à 50 kN) n'ont pas été testées.

L'ICMMO ayant fait remonter un besoin de matrices ISO68 de diamètre 7 mm et demande si d'autres laboratoires seraient intéressés. Comme ce n'est pas le cas, BV transmettra les plans des matrices diamètre 7 à l'ICMMO pour une commande individuelle. Eric Alleno demande si des pastilles de 3 mm pourraient être envisagées, mais il est rappelé que la pression minimale appliquée par la presse dans ce cas risque d'être trop forte pour la tenue mécanique des moules en graphite standard.

Enfin, BV a testé pour le LMS des matrices plus épaisses avec diamètre extérieur de 50 mm au lieu de 37 mm pour un diamètre intérieur de 20 mm. La tenue mécanique est meilleure, mais la régulation plus compliquée. La question est posée d'acheter plus de matrices épaisses comme celle-ci.

Dans un deuxième temps de la réunion, JM fait un retour sur la dernière assemblée générale du 29 janvier 2023 du GFDM-FACE – Groupe Francophone de Densification des Matériaux par Frittage Assisté sous Champ Electromagnétique. Les actions du GFDM-FACE pour 2024 sont mentionnées, notamment un workshop international prévu à Toulouse du 6 au 8 novembre 2024, et la possibilité d'alimenter le site web par l'envoi à l'adresse générique contact@gfdm-face.org d'offres de thèse, de publications en lien avec les procédés FACE et/ou de photos. David Bérardan suggère l'utilisation de HAL pour le référencement des publications de manière automatisée.

JM et BV font ensuite un point d'avancement sur le projet SESAME Ile-de-France SPS-BAG. Les caractéristiques visées sont de fritter des poudres sous des atmosphères contrôlées, de réaliser des frittages SPS sous des pressions très élevées (HPSPS), de travailler à la fois sur des petites ou des grandes dimensions, de contrôler le frittage via un ordinateur avec plus de possibilités de réglages et de mesures que l'équipement actuel. Le marché UPEC a abouti fin 2023 avec la sélection d'une machine Genicore, qui d'une part était moins cher que les concurrents et d'autre part possédait une presse permettant – contrairement à FCT par exemple - d'appliquer une pression de 1 GPa sur un diamètre 20 mm (force max de 350 kN > 315 kN pour la pression mentionnée) et d'une puissance de chauffe élevée pour les grosses pièces. La puissance électrique est un paramètre important pour la direction de l'ICMPE au vu des coûts de l'énergie qui explosent. DB rappelle toutefois l'économie d'eau conséquente qui

sera réalisée avec le refroidisseur en circuit fermé, à l'inverse du fonctionnement actuel en eau perdue.

La commande a été passée début 2024 et le délai de développement de l'équipement et de livraison est de 15 mois. Ainsi, l'année 2024 est consacrée au réaménagement des locaux de l'ICMPE qui vont recevoir l'équipement et à l'installation du système refroidissant. L'ensemble de la plateforme SPS sera réuni dans une salle unique au sous-sol du bâtiment F. Le calendrier prévisionnel de réalisation du projet est présenté. Une discussion est menée sur l'éventuelle installation d'une isolation phonique dans la pièce de la plateforme SPS. L'option de protections individuelles auditives est également évoquée. De plus, DB remonte la demande d'avoir un vrai « bureau » dissocié de la petite table posée à côté de la SPS 515S et qui est régulièrement utilisée pour poser des échantillons. Un poste de commande avec cabine d'isolation rejoindrait cette demande d'un bureau dédié pour les encadrants accompagnant un doctorant et qui pourraient ainsi travailler en parallèle de la formation du nouvel utilisateur. La question est posée de l'arrêt d'urgence – actuellement sur la SPS – en cas de cabine de contrôle.

Le plan de financement est rappelé, avec les contributions des laboratoires (qui sont toujours en cours de versement auprès de l'UPEC) et l'intégration dans la plateforme à compter de 2024 de deux nouveaux laboratoires, le LMS – Laboratoire de Mécanique des Solides de Polytechnique, et le LMPS – Laboratoire de Mécanique Paris-Saclay.

Les spécifications du SPS type U-FAST GC 85 de GeniCore qui a remporté le marché sont ensuite présentées, ainsi que l'emplacement du futur équipement.

Une discussion a ensuite lieu sur la modification des pourcentages d'investissement qui seront en œuvre à compter de 2024, dans le cadre de l'élargissement de la plateforme à deux nouveaux laboratoires. Il est rappelé qu'en cas de saturation de l'équipement, les jours accessibles sur la machine sont liés à ces pourcentages d'investissement. BV et JM présentent deux scénarios : la prise en compte cumulée des investissements sur les 2 machines SPS en 2007 et en 2024, ou la prise en compte uniquement des investissements 2024 pour le calcul des pourcentages d'investissement. Au cours de la discussion, la notion d'amortissement est évoquée : on peut en effet considérer que la SPS de 2007 est amortie. Il apparaît dès lors logique de **considérer pour les nouveaux pourcentages d'investissement uniquement ceux de 2024.**

Dans un troisième temps de la réunion, chaque partenaire l'ayant souhaité présente ensuite ses travaux SPS sur l'année écoulée selon le tableau suivant, et une intéressante discussion scientifique fait suite entre les participants. Les transparents des personnes ayant donné leur accord seront disponibles en ligne avec le présent compte-rendu.

Tableau 1 : liste des présentations faites à la réunion bilan de l'année 2022 de la plateforme SPS Ile-de-France

Nom	Titre	Laboratoire	Thématique
Frédéric MAZALEYRAT	Magnetic and Structural Properties of Spark Plasma Sintered Strontium And Barium Hexaferrites	ENS Paris-Saclay	Composites, propriétés mécaniques
Eric ALLENO	Skutterudite thermoélectrique à grains ultrafins	ICMPE-M2I	Synthèse, propriétés thermoélectriques
Benjamin LE DROUMAGUET	Utilisation de la SPS pour la formation de gabarits 3D de NaCl: Application à la préparation de charpentes polymères biporeuses pour l'ingénierie tissulaire	ICMPE-C3M	Synthèse, polymères, biomédical
BV pour Véronique DOQUET	Synthèse de nanocomposites Al-Al ₂ O ₃ par déformation plastique sévère, à partir de poudresP	LMS Polytechnique	Nanocomposites, propriétés mécaniques

Au moment des questions diverses, l'absence d'un grand nombre des laboratoires de la plateforme est évoquée. JM suggère de faire une alternance des réunions en présentiel et distanciel pour faciliter la représentation des laboratoires. DB suggère que la réunion de 2025 soit tout de même organisée en présentiel autour de l'inauguration de la nouvelle SPS, même si elle doit pour cela être décalée dans l'année. Ce couplage serait une bonne idée, mais sera fonction de la date réelle d'installation de la machine et de l'inauguration, étant entendu qu'une cérémonie d'inauguration fait partie du contrat du projet Sésame et devra être organisée.

La réunion est clôturée à 17h et se poursuit par un temps de partage festif dans les locaux du SATIE.

Judith Monnier, Benjamin Villeroy, Fabrice Couturas

Utilisateurs SPS THIAIS Mars 2024
Permanents + non permanents (thèse, post-doc, stages, invités)

* MONNIER Judith	ICMPE – M2I	Thiais	judith.monnier@cnrs.fr
* VILLEROY Benjamin	ICMPE – M2I	Thiais	benjamin.villeroiy@cnrs.fr
* COUTURAS Fabrice	ICMPE – M2I	Thiais	fabrice.couturas@cnrs.fr
AIT-MEDDOUR Yona	ICMPE-M2I	Thiais	yona.ait-meddour@cnrs.fr
ALLENO Eric	ICMPE – M2I	Thiais	eric.alleno@cnrs.fr
*AMMAR-MERAH Souad	ITODYS	Paris 7	ammarmar@univ-paris-diderot.fr
AOUBIDA Djouhar	ICMMO	Orsay	d.aoubida@externe.brgm.fr
BAI Jinbo	CentraleSupélec-LMPS	Gif-sur-Yvette	jinbo.bai@centralesupelec.fr
BARBER-NUÑEZ Brian	ICMPE-C3M	Thiais	brian.barber-nunez@cnrs.fr
BASTIDE Stéphane	ICMPE – M2I	Thiais	stephane.bastide@cnrs.fr
BARRETEAU Céline	ICMPE – M2I	Thiais	celine.barreteau@cnrs.fr
*BERARDAN David	ICMMO	Orsay	david.berardan@u-psud.fr
*BREGIROUX Damien	LCMCP – CdF	Paris	damien.bregiroux@upmc.fr
DE CARVALHO Eva	ICMPE-C3M	Thiais	eva.de-carvalho@cnrs.fr
CONSTANTINESCU Andrei	Polytechnique-LMS	Palaiseau	andrei.constantinescu@polytechnique.edu
*DEZANNEAU Guilhem	CentraleSupélec-SPMS	Gif-sur-Yvette	guilhem.dezanneau@centralesupelec.fr
DINE Sarah	LSPM-MINOS	Villetaneuse	sarah.dine@lspm.cnrs.fr
DIRRAS Guy	LSPM – Mecameta	Villetaneuse	guy.dirras@lspm.cnrs.fr
DOQUET Véronique	Polytechnique-LMS	Palaiseau	veronique.doquet@polytechnique.edu
GUILLOT Ivan	ICMPE – M2I	Thiais	ivan.guillot@cnrs.fr
HAWEL Ameni	LSPM-MINOS	Villetaneuse	ameni.hawel@lspm.cnrs.fr
HE Delong	CentraleSupélec-LMPS	Gif-sur-Yvette	delong.he@centralesupelec.fr
JANKOWIAK Aurélie	ONERA	Palaiseau	aurelie.jankowiak@onera.fr
JIA Chuang	ICMMO	Orsay	chuang.jia@université-paris-saclay.fr
JOUBERT Jean-Marc	ICMPE – M2I	Thiais	jean-marc.joubert@cnrs.fr
KANE Dame Assane	LSPM – Mecameta	Villetaneuse	dameassane.kane@lspm.cnrs.fr
KEDDACHE Oussama	CentraleSupélec-LMPS	Gif-sur-Yvette	oussama.keddache@centralesupelec.fr
KERNEUR Yann-Andrev	ICMMO	Orsay	yann-andrev.kerneur@université-paris-saclay.fr
LACOUR GOGNY GOUBERT Antoine	Polytechnique-LMS	Palaiseau	antoine.lacour-gogny-goubert@polytechnique.edu
LANGLOIS Patrick	LSPM – Mecameta	Villetaneuse	langlois@lspm.cnrs.fr
LAURENT-BROCQ Mathilde	ICMPE – M2I	Thiais	mathilde.laurent-brocq@cnrs.fr
LEDROUMAGUET Benjamin	ICMPE-C3M	Thiais	benjamin.ledroumaguet@cnrs.fr
LEGROS Corinne	ICMMO	Orsay	corinne.legros@universite-paris-saclay.fr
LOYAU Vincent	SATIE	Gif-sur-Yvette	vincent.loyau@satie.ens-cachan.fr
*MAZALEYRAT Frédéric	SATIE	Gif-sur-Yvette	mazaleyrat@satie.ens-cachan.fr
MOLL Adrien	ICMMO	Orsay	adrien.moll@universite-paris-saclay.fr
*MORTIER Michel	IRCP - ENSCP	Paris	michel.mortier@chimie-paristech.fr
PASKO Oleksandr	SATIE	Gif-sur-Yvette	oleksandr.pasko@satie.ens-cachan.fr
PAUL-BONCOUR Valérie	ICMPE – M2I	Thiais	valerie.paul-boncour@cnrs.fr
PERRIERE Loïc	ICMPE – M2I	Thiais	loic.perriere@cnrs.fr
PETIT Johan	ONERA	Châtillon	Johan.petit@onera.fr
PHAM Quoc-Nghi	ICMMO	Orsay	quoc-nghi.pham@u-psud.fr
PRIMA Frédéric	IRCP - ENSCP	Paris	frederic.prima@chimieparistech.psl.eu
RENARD Estelle	ICMPE-C3M	Thiais	estelle.renard@cnrs.fr
RIOS DE ANDA Agustin	ICMPE-C3M	Thiais	agustin.rios-de-anda@u-pec.fr
SASSI Adel	SATIE	Gif-sur-Yvette	adel.sassi@ens-paris-saclay.fr
*SCHOENSTEIN Frédéric	LSPM – MINOS	Villetaneuse	frederic.schoenstein@univ-paris13.fr
*TINGAUD David	LSPM – Mecameta	Villetaneuse	david.tingaud@lspm.cnrs.fr
TRANNOY Virgile	LSPM – MINOS	Villetaneuse	virgile.trannoy@lspm.cnrs.fr
VARY Clément	ICMPE – M2I	Thiais	clement.vary@u-pec.fr
VREL Dominique	LSPM	Villetaneuse	dominique.vrel@lspm.cnrs.fr
ZEHANI Karim	ICMPE – M2I	Thiais	karim.zehani@cnrs.fr
ZHANG Junxian	ICMPE – M2I	Thiais	junxian.zhang@cnrs.fr