

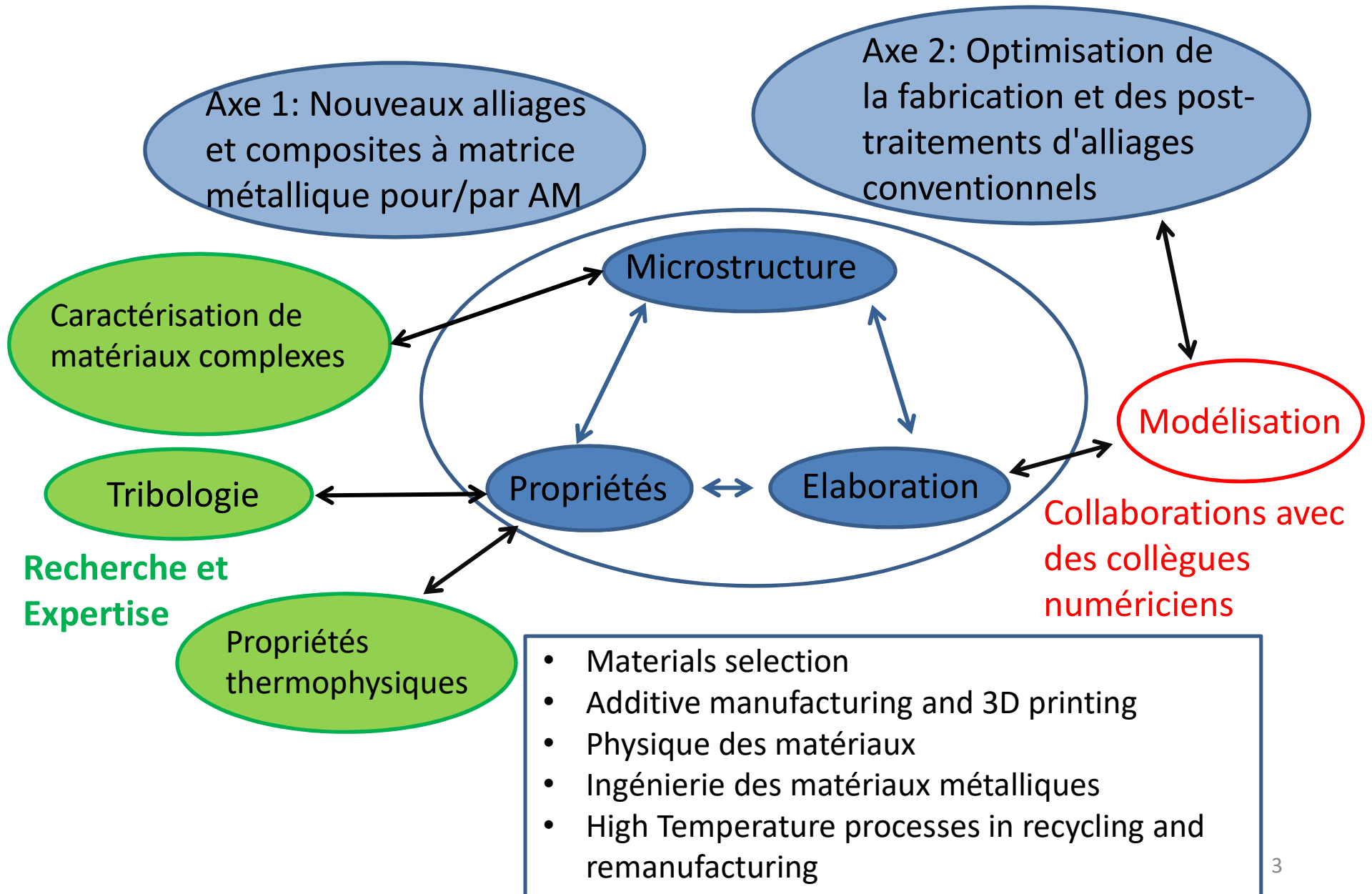
# L'impression 3D des matériaux métalliques

Anne Mertens

# Contenu

- Activités du service MMS
- Impression 3D – Introduction
- Quelques notions de métallurgie physique
- Impression 3D de matériaux métalliques "conventionnels"
- Nouveaux matériaux métalliques "pour" l'impression 3D

# Activités du service MMS (1)



# Activités du service MMS (2)

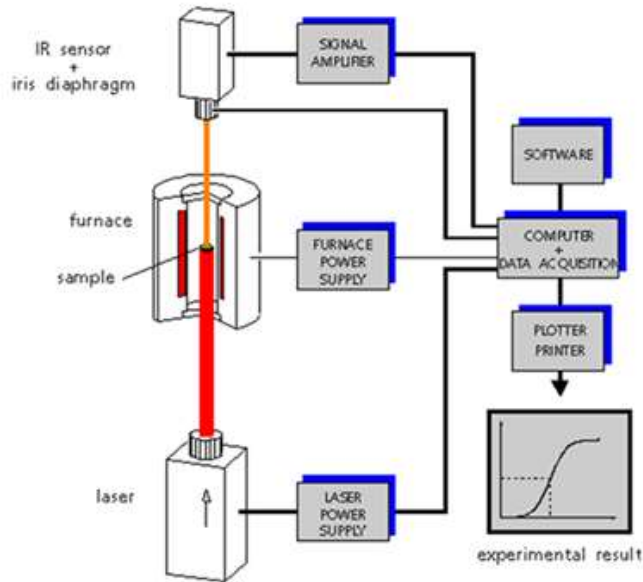
- Fabrication
  - Imprimante LPBF - Aconity Mini Laser 200W
  - Pré-chauffage de plateau jusqu'à 500°C



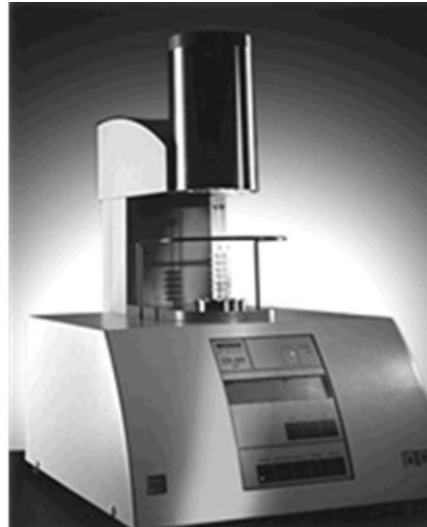
- Caractérisation microstructurale
  - Microscopie optique
  - MEB équipé de détecteurs EDS et EBSD
  - Profilomètre ("focus variation")

# Activités du service MMS (3)

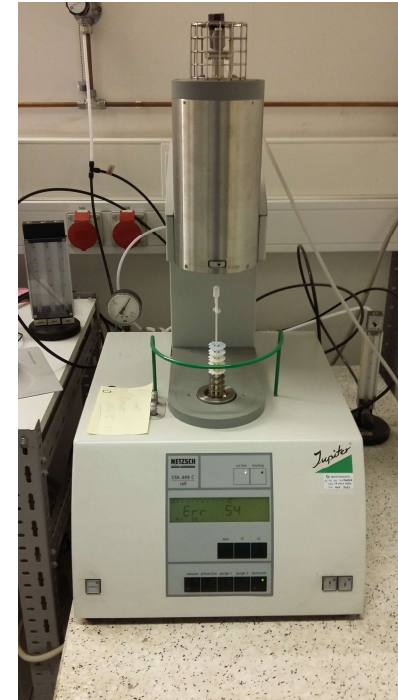
- Propriétés thermophysiques (Hautes Températures, jusqu'à 1500°C)
  - Conductivité thermique,  $c_p$ , T de transition, enthalpie de réaction...



HT LFA diffusivimeter



DSC

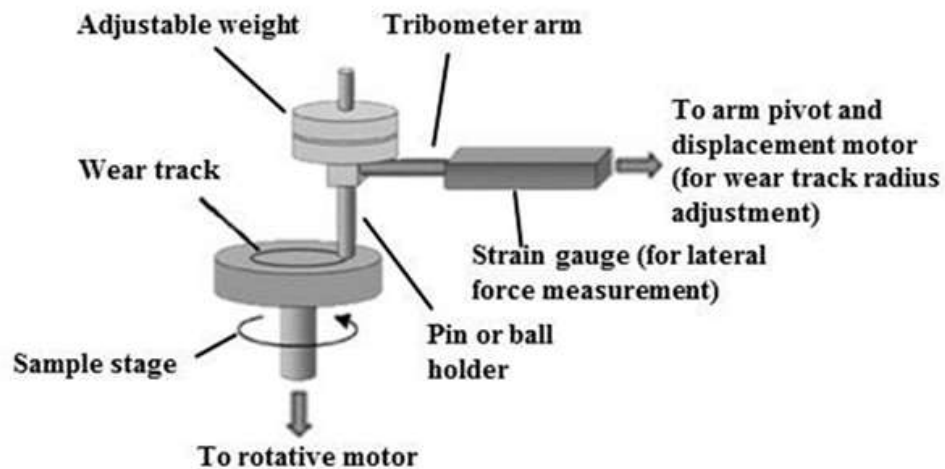


DTA

- Dilatomètre de trempe

# Activités du service MMS (4)

- Propriétés tribologiques
  - Nano-indenteur haute température
  - Tribomètre Taber
  - Tribomètre pion sur disque haute température



- Grindosonic – Module de Young
  - T ambiante/ Haute T
- Dureté Vickers



# IMPRESSION 3D - INTRODUCTION

Méthodes traditionnelles pour l'élaboration des métaux  
vs impression 3D

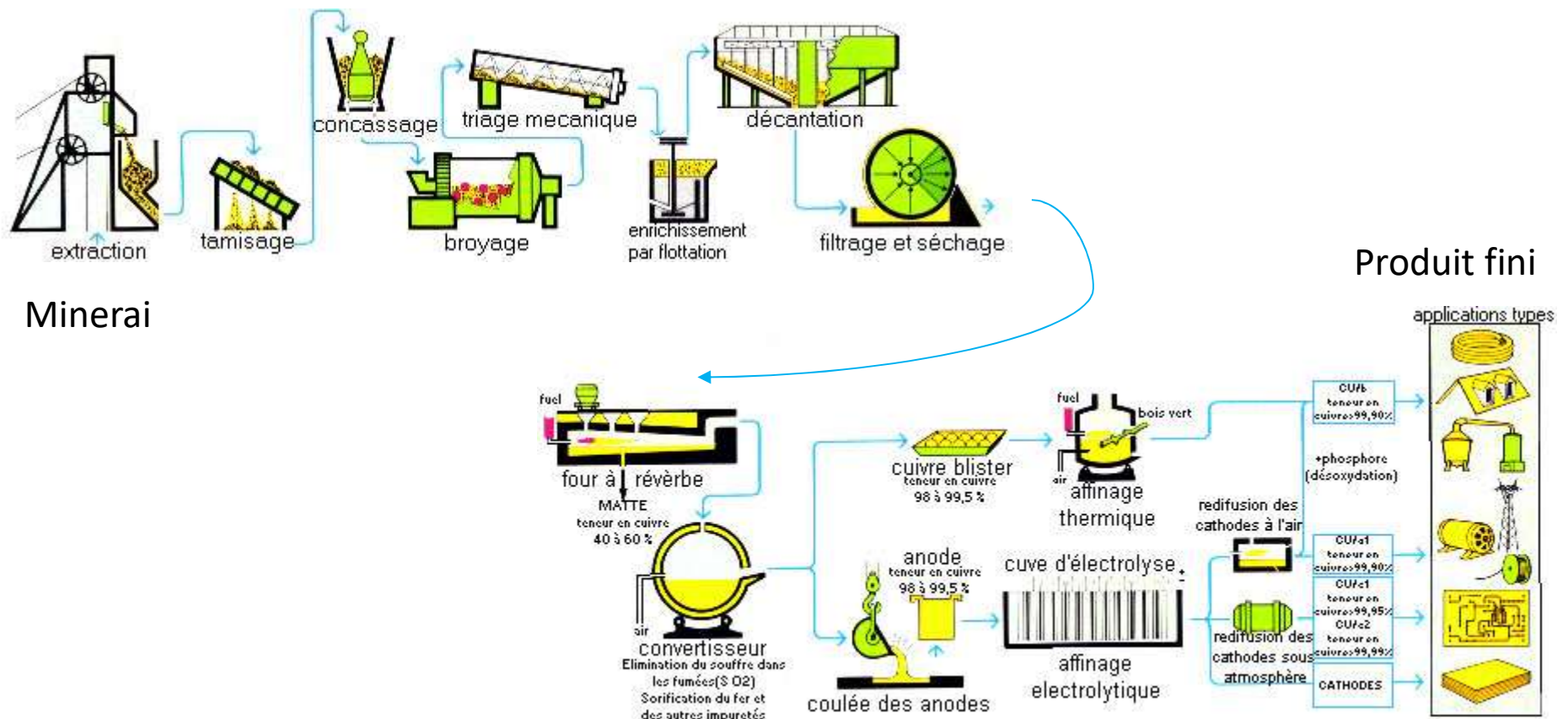
Les débuts de l'impression 3D : stéréolithographie et prototypage

Aujourd'hui : grande diversité de procédés et de matériaux

Les procédés par fusion laser pour la fabrication additive des  
métaux

# Méthodes traditionnelles d'élaboration des métaux (1)

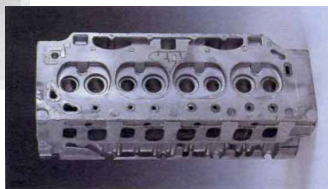
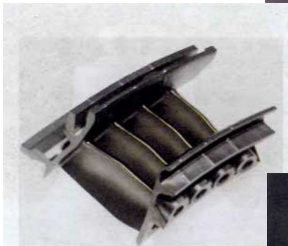
Parcours complet, du minerai jusqu'au produit fini





# Méthodes traditionnelles d'élaboration des métaux (2)

Mise en forme du métal par fonderie (moulage) suivi éventuellement d'une étape de déformation

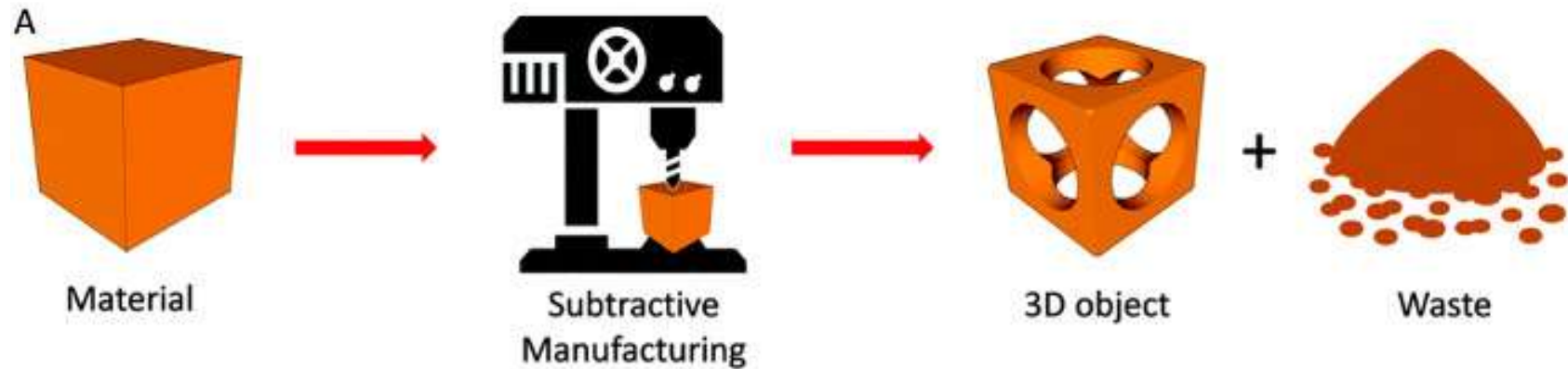


Fer coulé en lingot



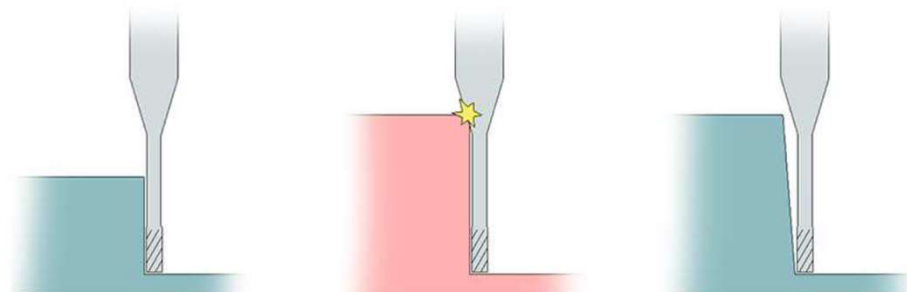
Laminage pour aplatir le lingot  
en plaque ou en tôle

# Procédés "soustractifs"

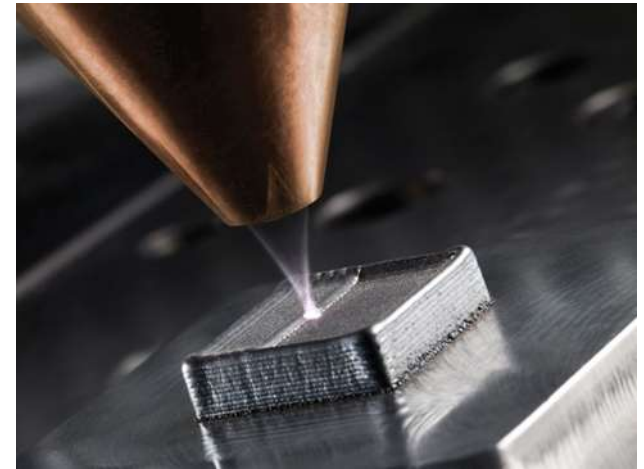
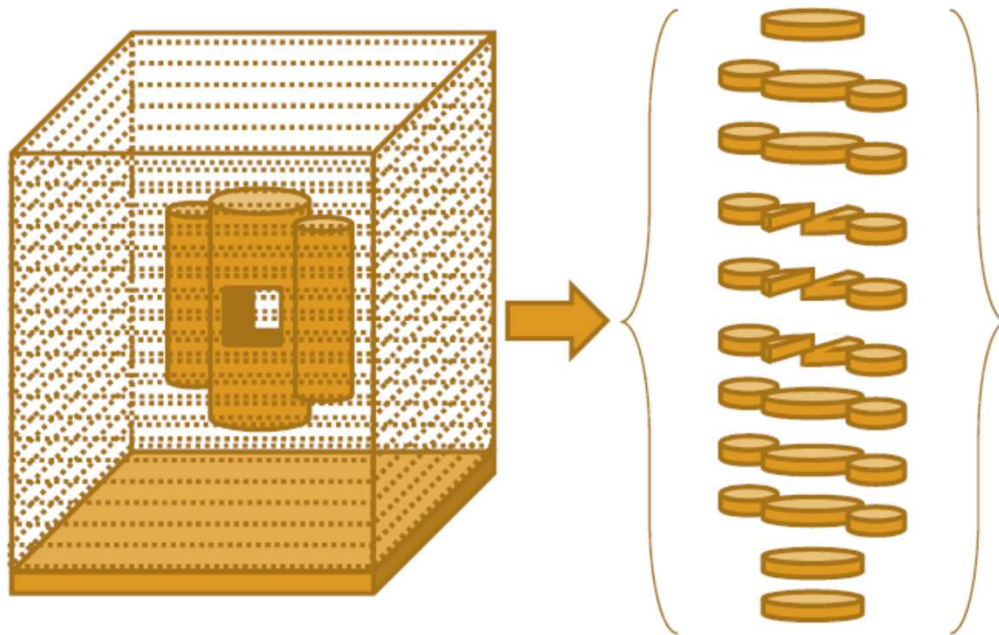


Usinage à partir d'un bloc massif:

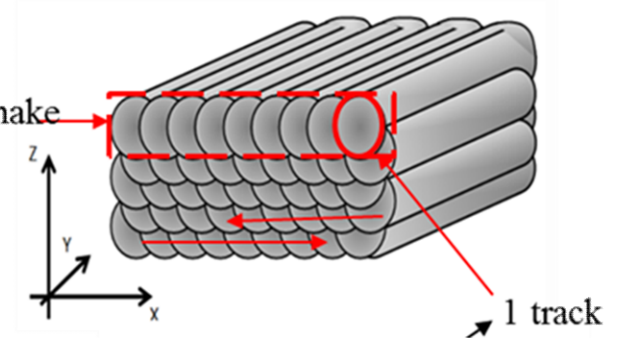
- Bloc plus grand que la pièce finale
- Complexité géométrique limitée par l'accessibilité de l'outil
- Perte de matière
- Usure/coût de l'outil



# Impression 3D ou fabrication additive

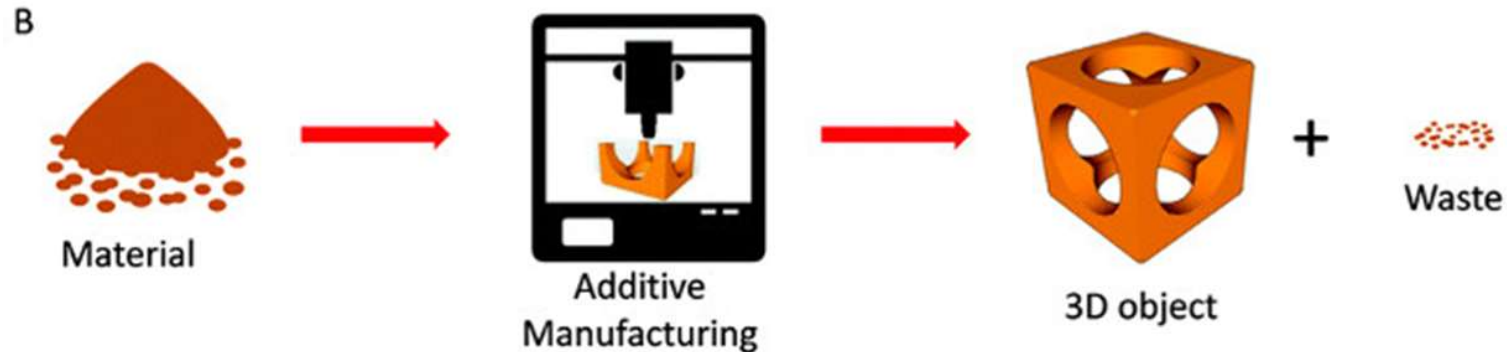


Several tracks make  
1 layer



La pièce est décomposée en couches superposées

# Fabrication additive



- La matière première peut être sous forme de poudre, fil, feuille, pâte...
- Il est beaucoup plus facile de réaliser des géométries complexes (même s'il peut subsister certaines limitations)
- Moins de pertes de matière / déchets
- Le processus complet allant de la conception à la fabrication est plus court, mais le processus d'impression lui-même peut être lent

# Fabrication additive dans l'histoire



[<http://passion-poterie.com/article/comment-couper-un-colombin-56.html>]

En un sens, la F.A. est très ancienne : pensez à la potterie en colombins!

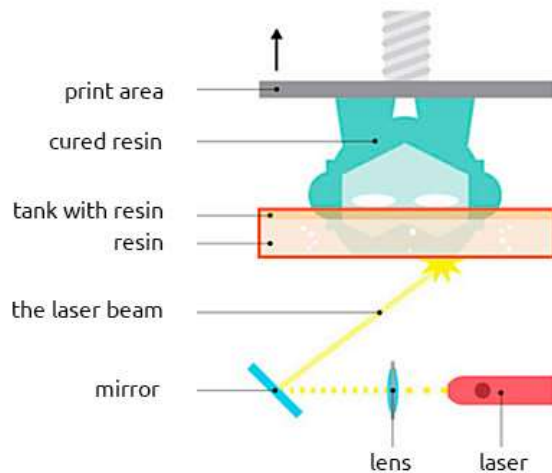


Japanese pottery  
(Jômon period, 13000  
– 300 B.C.)

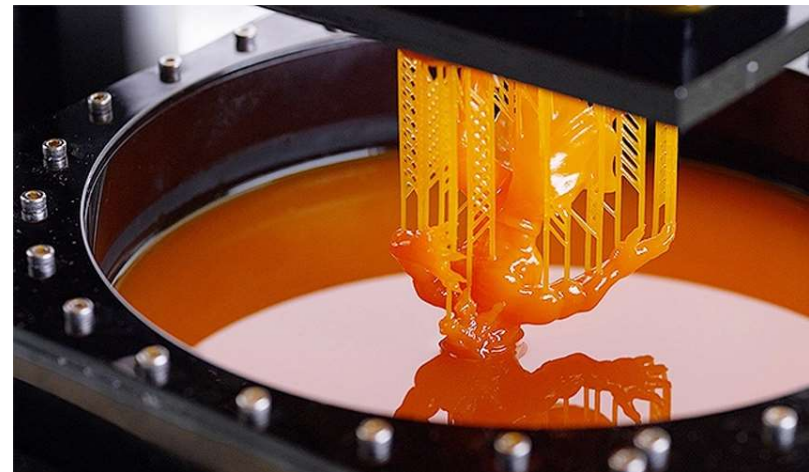
# Fabrication additive dans l'histoire

Les développements modernes s'appuient sur les ordinateurs et sur les matériaux technologiques:

- L'histoire moderne de la F.A. commence avec le développement de la **stéréolithographie** comme technique de prototypage (fin des années 1980)
- C'est un domaine qui connaît une évolution très rapide!



[<https://b3d.com.pl/en/131/sla-stereolitography>]



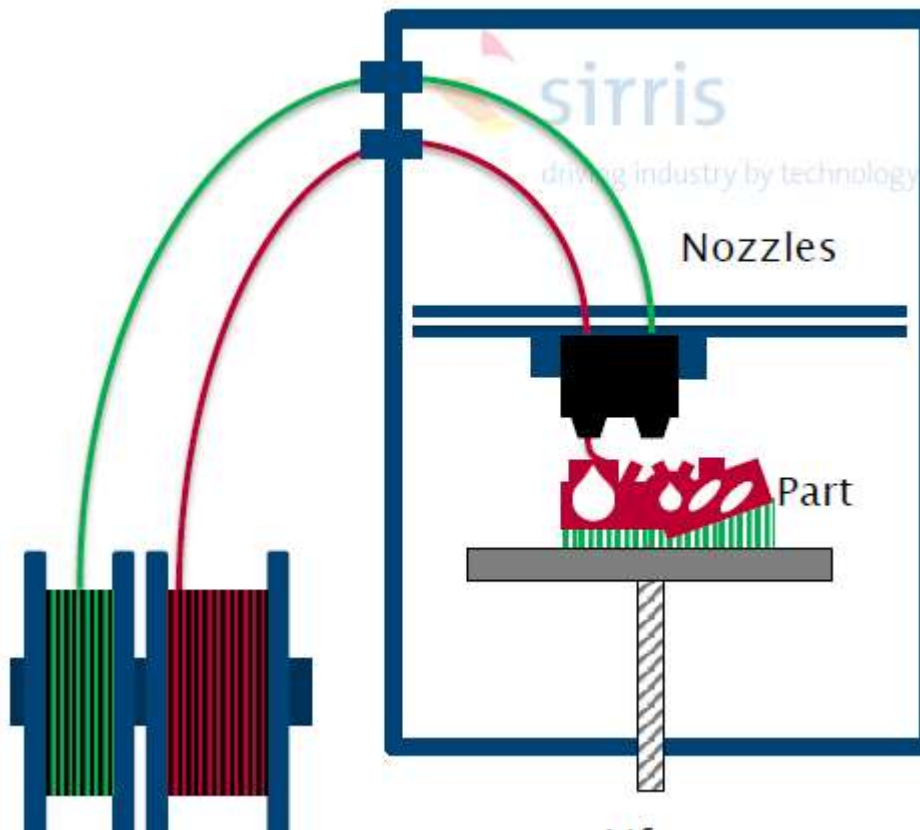
[<https://www.3dnatives.com/en/stereolithography-explained100420174/>]

Vidéo: <https://fr.3dsystems.com/stereolithography>

# La F.A. à la portée de tous

"Dépôt de filament fondu" ou FDM

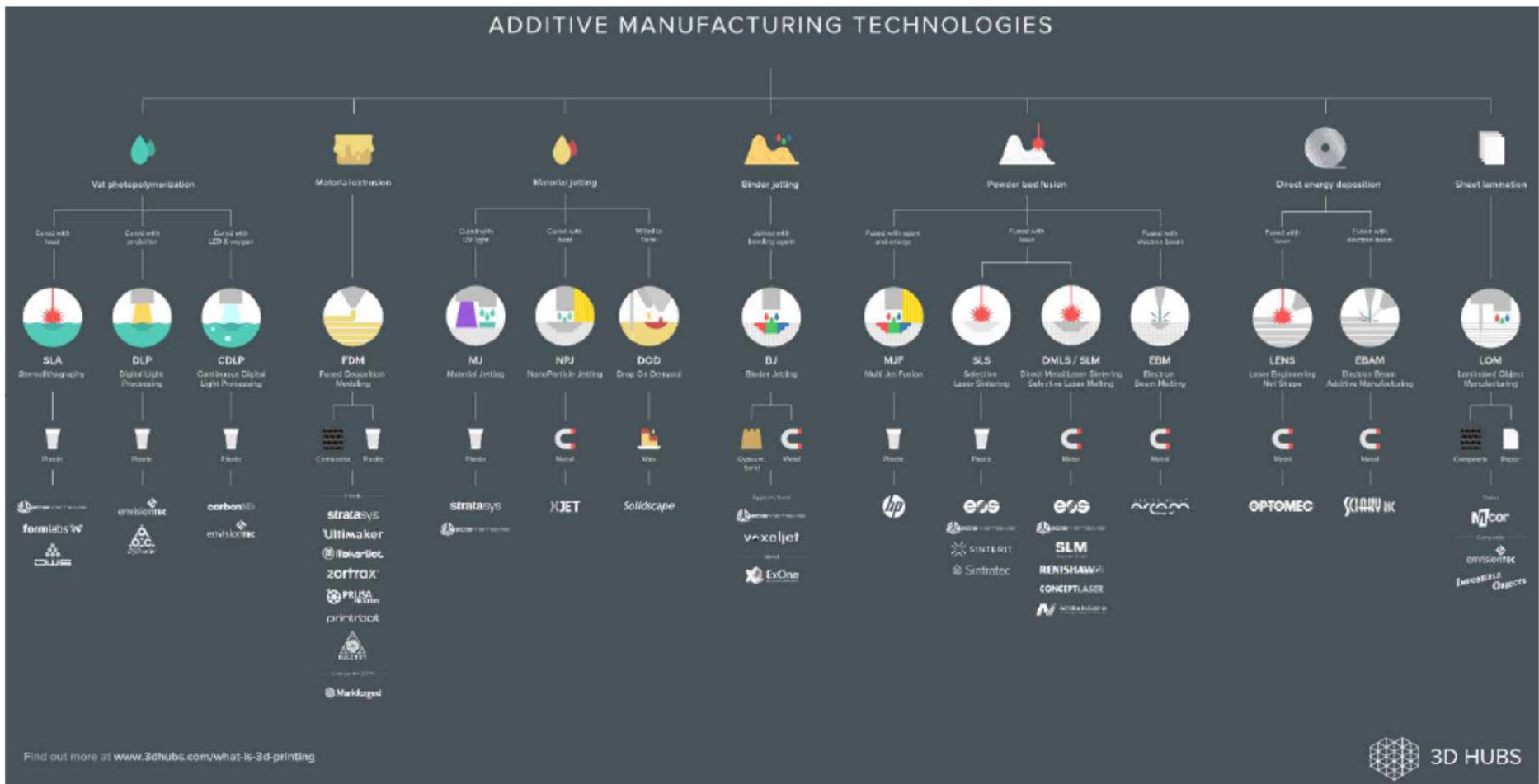
Vidéo: <https://www.materialise.com/en/inspiration/videos/fused-deposition-modeling>



Une large gamme d'imprimantes FDM et de filaments sont disponibles sur le marché.

Possibilité de fabriquer des pièces fonctionnelles

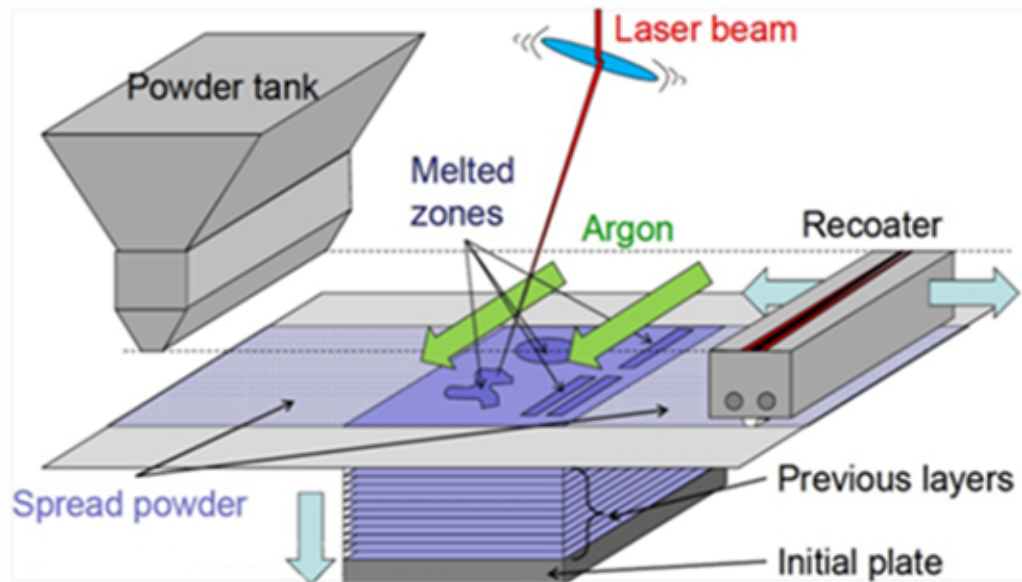
# Aujourd'hui : **Enorme** variété de procédés F.A.



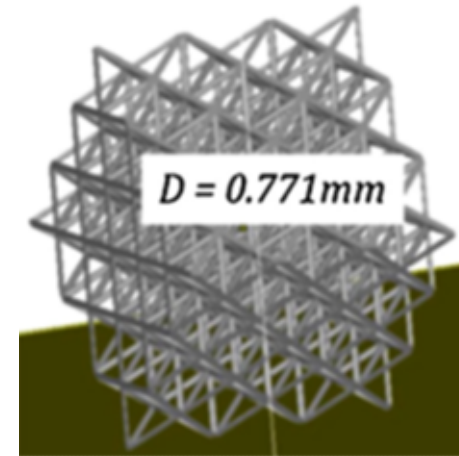
En fonction du matériau, du mécanisme de consolidation, de la source de lumière ou de chaleur...



# Fusion laser sélective sur lit de poudre (LPBF)

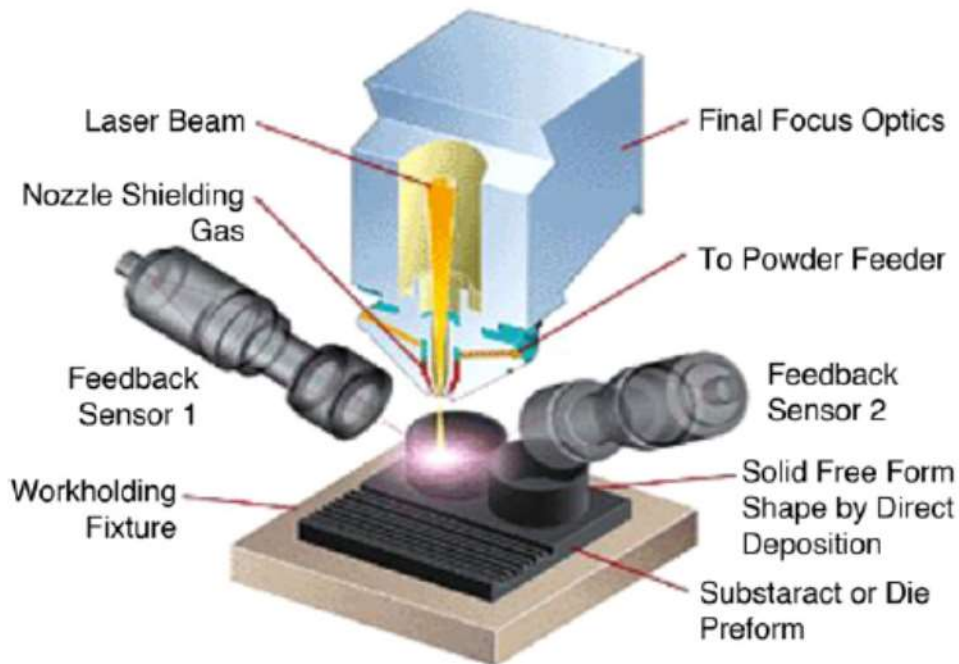


Permet la fabrication de pièces fonctionnelles avec des géométries complexes, P.ex.: structure en treillis



Vidéo: <https://www.additivemanufacturing.media/kc/what-is-additive-manufacturing/articles/video-what-is-laser-powder-bed-fusion-lpbf>

# Dépôt laser direct (DED)



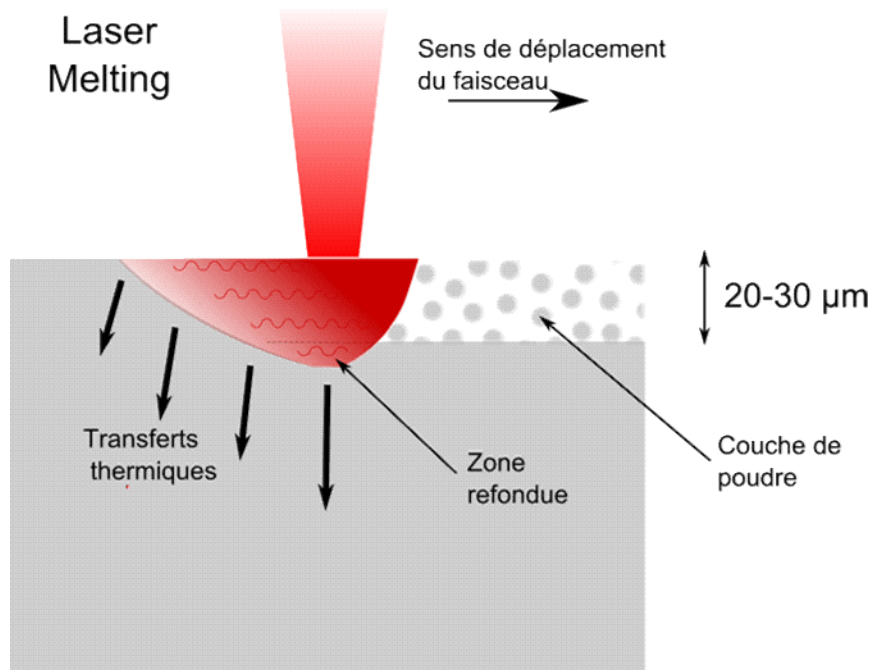
[Bhattacharya, MSEA, 2011]

Limité à des géométries plus simples, mais pas seulement à des surfaces planes.

Permet la réalisation de revêtements et aussi la réparation de pièces endommagées

Vidéo: <https://www.additivemanufacturing.media/articles/video-what-is-directed-energy-deposition>

# Conditions de solidification!



[Q. Contrepois, ULiège]

La chaleur apportée par le laser au niveau de la zone fondue entraîne une vitesse de chauffe très élevée.

De même, lorsque le laser s'éloigne, la chaleur s'évacue très rapidement à travers la masse de la pièce et du lit de poudre

⇒ Vitesse de refroidissement et de solidification très élevées (beaucoup plus élevées que dans un procédé de fonderie conventionnel)

Pour un alliage (composition) donnée, le changement des conditions de solidification entraîne un **changement de la microstructure** et **donc des propriétés** du matériau

# Contenu

- Activités du service MMS
- Impression 3D – Introduction
- Quelques notions de métallurgie physique: qu'entend-on par "microstructure" et comment cette microstructure influence-t-elle les propriétés d'un matériau métallique ?
- Fabrication additive de matériaux métalliques "conventionnels"
- Nouveaux matériaux métalliques "pour" la fabrication additive

# QUELQUES NOTIONS DE MÉTALLURGIE PHYSIQUE

Structure cristalline et taille de grains

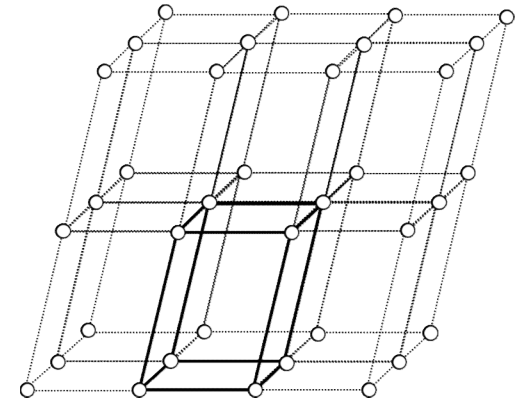
Solution solide

Précipités intermétalliques

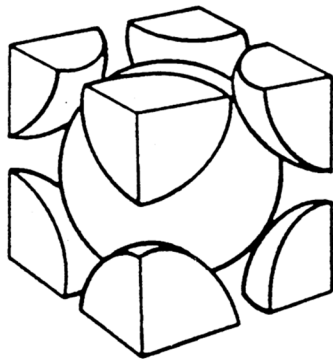
Lien avec les propriétés mécaniques

# Métaux = matériaux cristallins

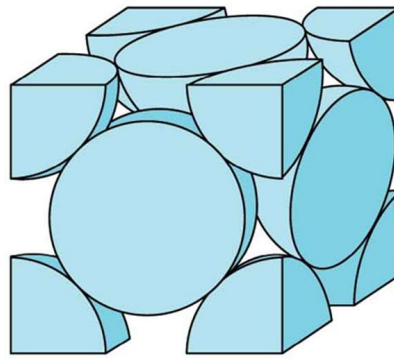
- Cristal: Arrangement **régulier** et **périodique** des atomes liés entre eux par des forces de cohésion formant ainsi un réseau cristallin



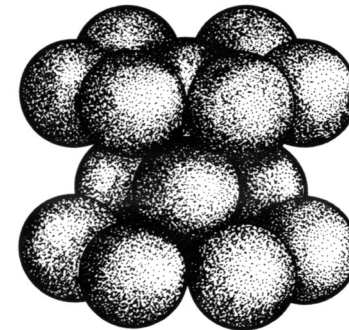
- Réseaux fréquents



Cubique centré

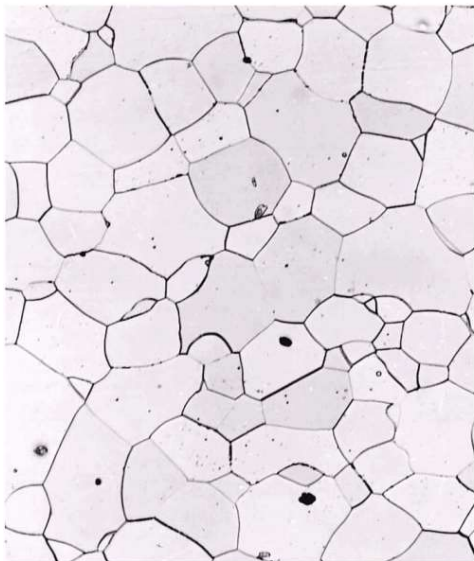
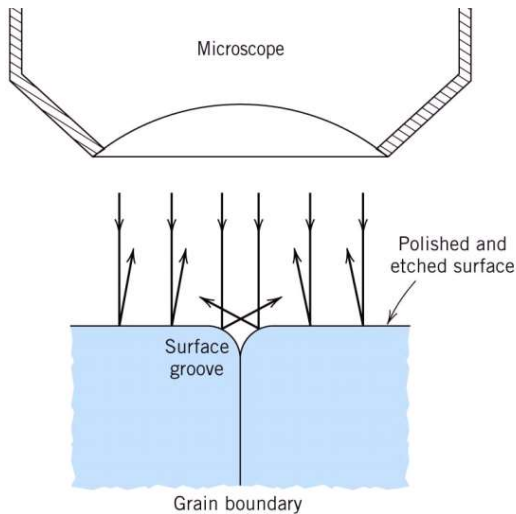


Cubique à face centrée



Hexagonal compact

# Métaux usuels = matériaux **polycristallins**

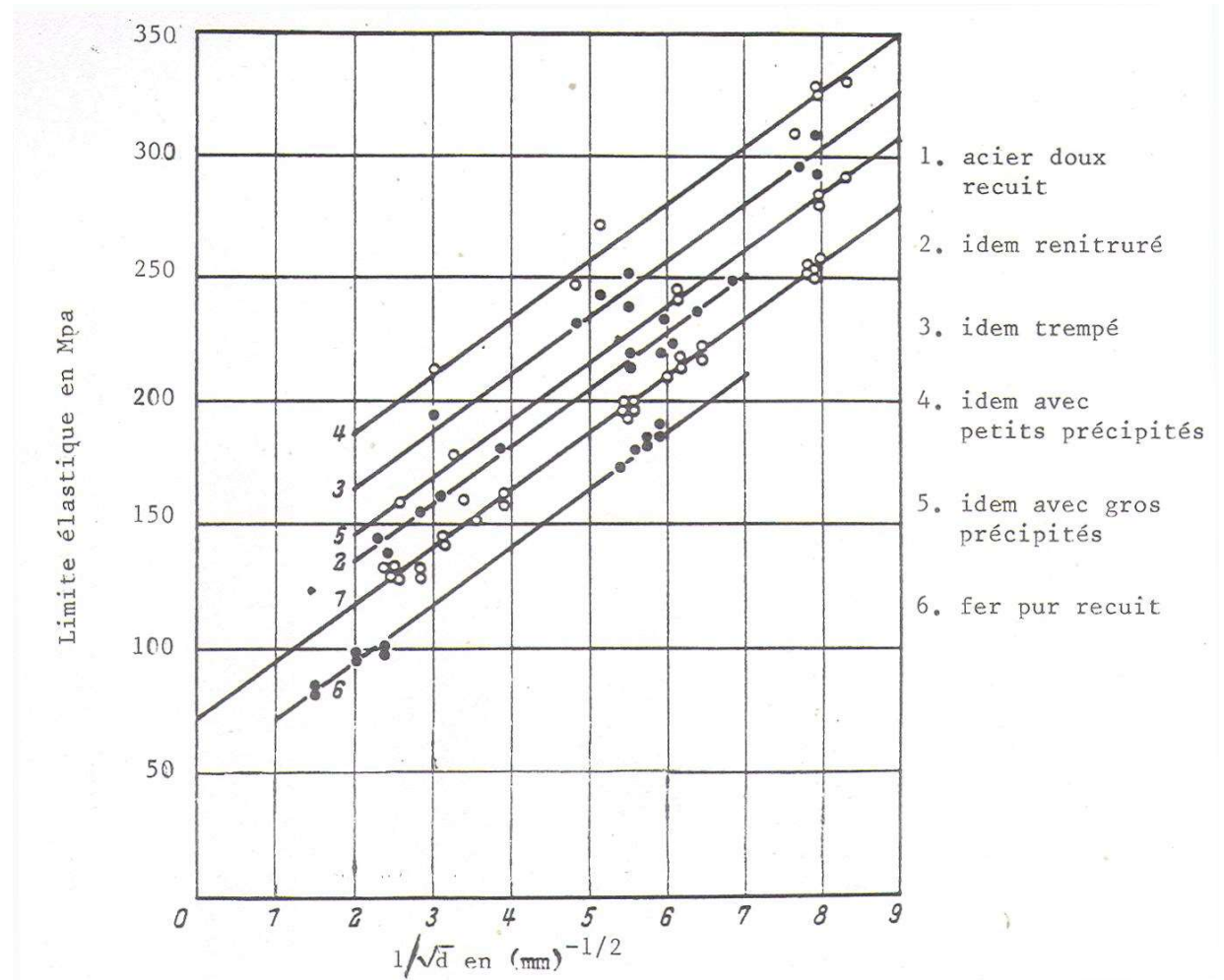


- La surface des métaux réfléchit très bien la lumière. Elle apparaît brillante au microscope.
- En attaquant cette surface par un agent corrosif (acide) on peut mettre en évidence les défauts, qui sont attaqués en premier lieu et ne réfléchissent plus la lumière.
- C'est le révélateur que différents plans cristallographiques sont présents en surface  
⇒ ≠ cristaux ou **grains** séparés par des **joints de grains**

# Taille des grains et propriétés mécaniques

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}}$$

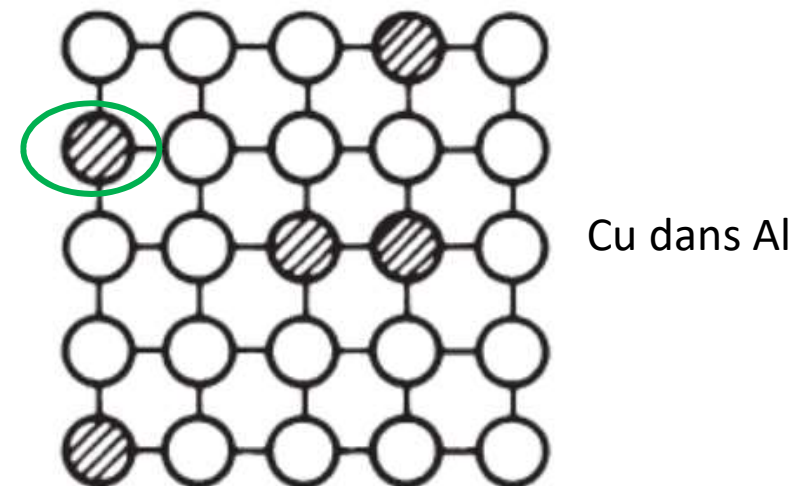
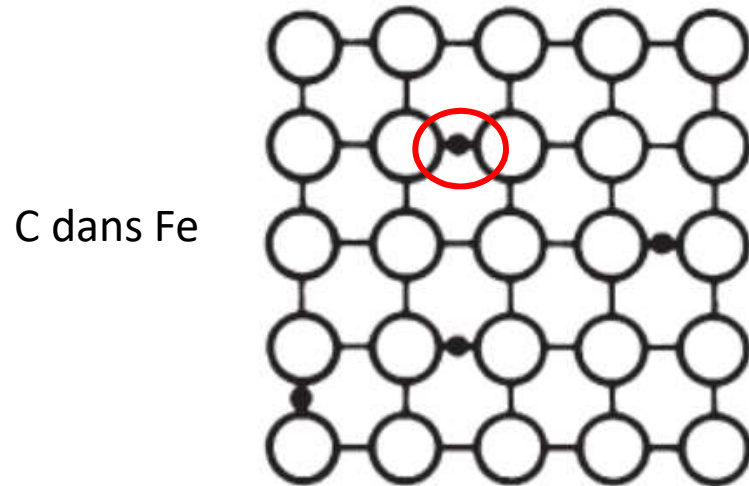
- Loi empirique de Hall et Petch
- La limite élastique d'un matériau augmente lorsque la taille des grains diminue





# Solution solide

En présence de 2 (ou +) d'espèces différentes d'atomes, ceux-ci peuvent soit (1) se disperser et former une *solution* ; soit (2) se regrouper et former des *précipités*



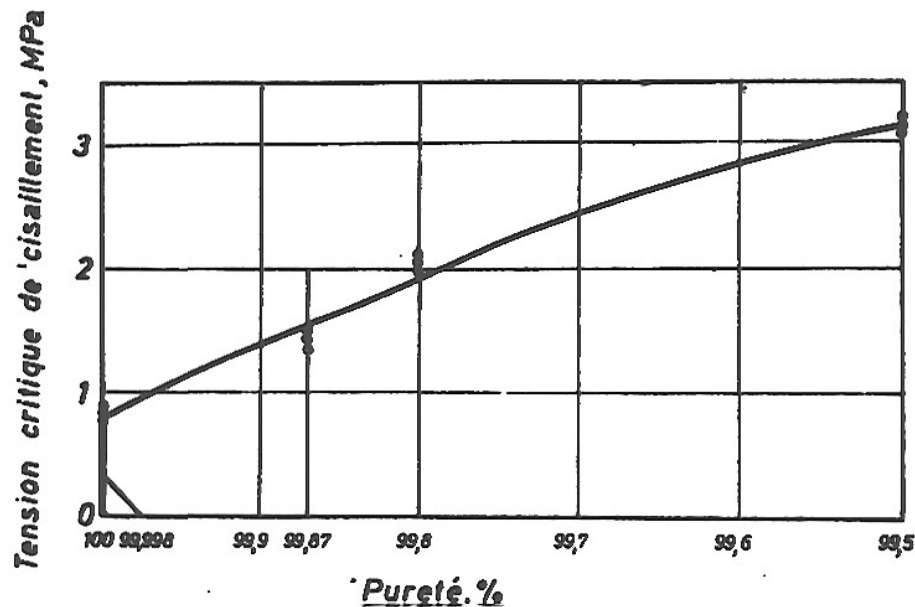
Les atomes du soluté B peuvent

- soit remplacer un atome du solvant A: **substitution**
- soit s'insérer dans un interstice du réseau cristallin de A: **insertion** (possible seulement si B petit)

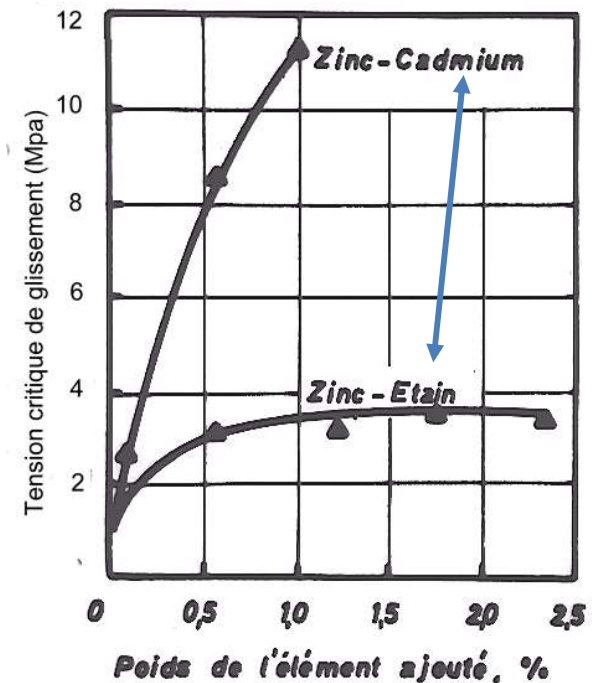
Compte tenu des différences (taille...) entre les 2 espèces A et B, l'ajout de B dans les cristaux de A entraîne une distorsion du réseau cristallin.

# Solution solide et propriétés mécaniques

- La distorsion du réseau entraîne un durcissement du matériau
- La distorsion est d'autant plus grande que les atomes de solutés sont plus différents du solvant: l'effet durcissant varie en fonction de l'atome-soluté

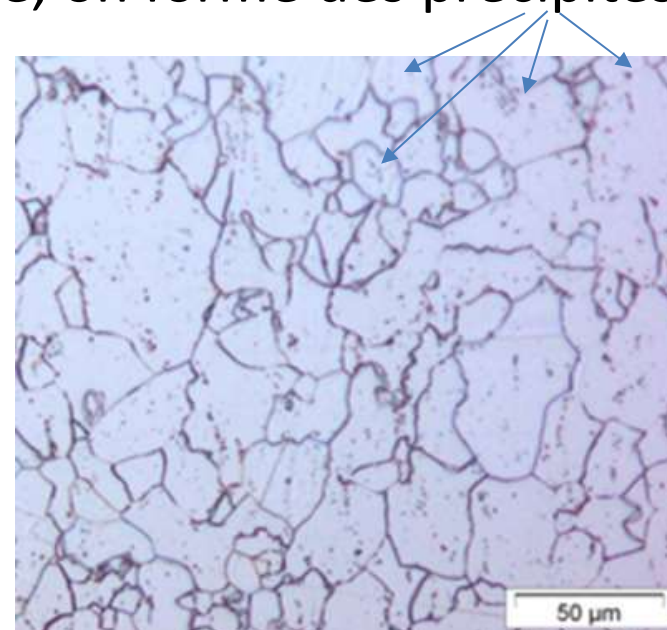
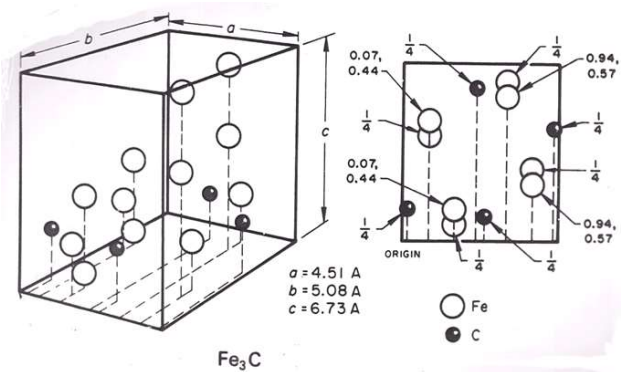


Impuretés dans Aluminium



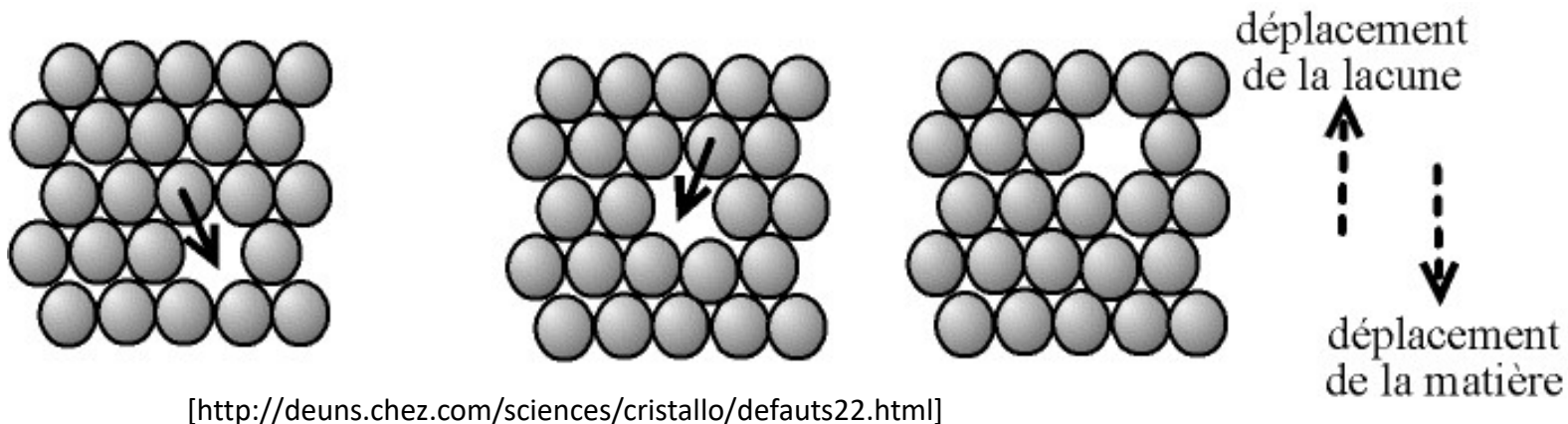
# Solution solide et limite de solubilité

- Si la distorsion du réseau devient trop importante, la solution solide devient instable.
- On atteint alors la limite de solubilité des atomes B dans le réseau cristallin de A. Les atomes B vont avoir tendance à sortir des cristaux de A et à former de nouveaux cristaux = *précipités*.
- Ex: si on ajoute trop de C dans Fe, on forme des précipités de  $\text{Fe}_3\text{C}$



# Précipitation et diffusion atomique

- Pour que la précipitation soit possible, les atomes B doivent se déplacer dans les cristaux de A
- La présence de lacunes (= atome manquant) contribue à la diffusion dans les solides. Le nombre de lacunes augmente avec la **température**.
- Si une lacune se déplace dans un sens, cela revient à déplacer un atome dans le sens opposé...

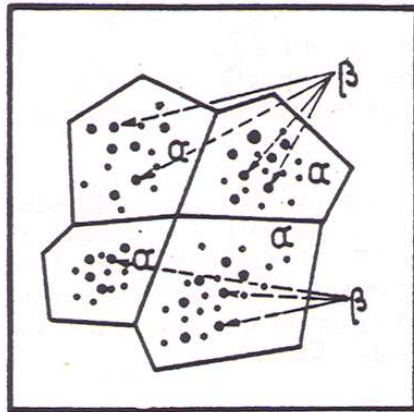


- La diffusion suppose aussi que les atomes soient mobiles. Or la mobilité des atomes augmente avec la **température**.

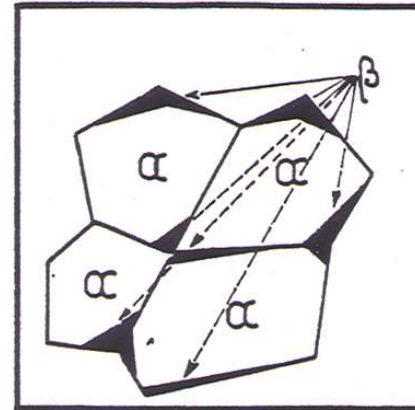
# Précipitation et propriétés mécaniques

- Les précipités peuvent renforcer/durcir le matériau.
- L'effet durcissant varie en fonction de la taille des précipités, de leur répartition et de la distance qui les sépare les uns de autres...
- Pour un durcissement efficace,

On veut :



plutôt que :



# En résumé

- Un matériau métallique est généralement formé par l'agglomération de cristaux (= grains), et soit ces cristaux sont tous identiques soit ces cristaux peuvent être de nature différente (pex: précipités)
- Le comportement (propriétés) du matériau est fortement influencé par la nature, la composition chimique (pex: solution solide), la taille et la forme de ses grains :
  - Durcissement par affinement des grains
  - Durcissement de solution solide
  - Durcissement de précipitation

# FABRICATION ADDITIVE DE MATÉRIAUX MÉTALLIQUES "CONVENTIONNELS"

Comment les conditions de solidification de la fabrication additive par fusion laser modifient-elles la microstructure et le comportement d'usage de ces matériaux ?

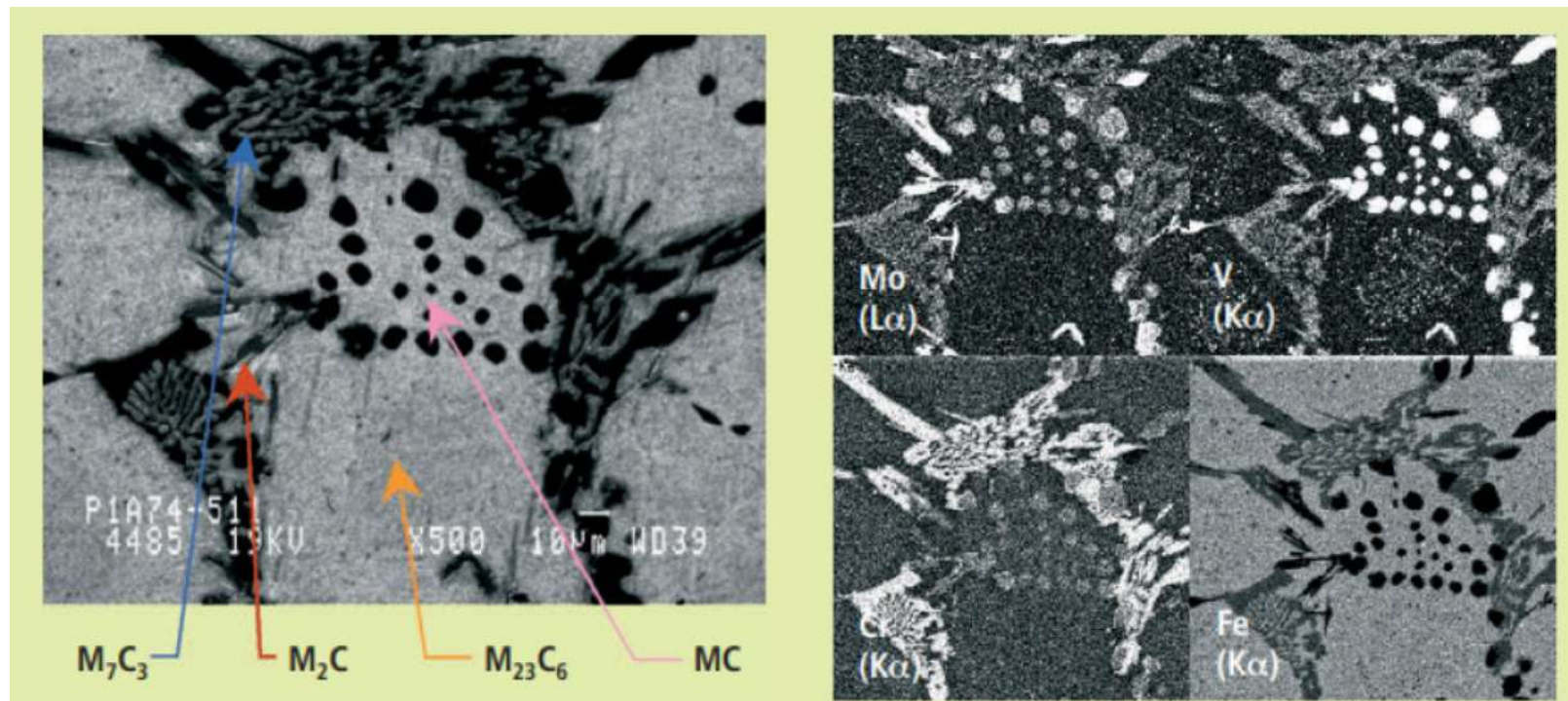
Cas 1: Aciers à outil mis en oeuvre par DED

Cas 2: Alliage Ti6Al4V mis en oeuvre par DED

Cas 3: Alliage AlSi10Mg mis en oeuvre par LPBF

# Cas 1 : aciers à outil - DED

- Aciers à outil:
  - Alliages Fe-Cr-C-X où X: élément carburigène (V, Nb, Mo or W)
  - Carbures très durs  $\Rightarrow$  Dureté et résistance à l'usure





# Cas 1 : aciers à outil - DED

Ces aciers à outil sont utilisés pour: outils de coupe, cylindres de laminoir à chaud, moules...

Objectif : réparer des cylindres de laminoir



# Cas 1 : aciers à outil - DED

- 3 compositions différentes  
⇒ Variation dans la quantité, le type... des carbures

(wt%)	C	Mn	Cr	Mo	V	W	Ni	Si
LC A	2,47	0,48	5,30	<b>1,38</b>	<b>9,46</b>	<b>0,18</b>	-	0,9
LC B	1,35	0,34	4,30	<b>4,64</b>	<b>4,10</b>	<b>5,6</b>	0,9	0,33
LC C	1,80	0,43	4,70	<b>3,34</b>	<b>6,24</b>	<b>3,43</b>	0,54	0,56
Cast	1,7-2,0	0,7-1,0	3,5-5,0	5,0-7,5	4,0-6,0	-	1,0-1,5	0,3-0,7

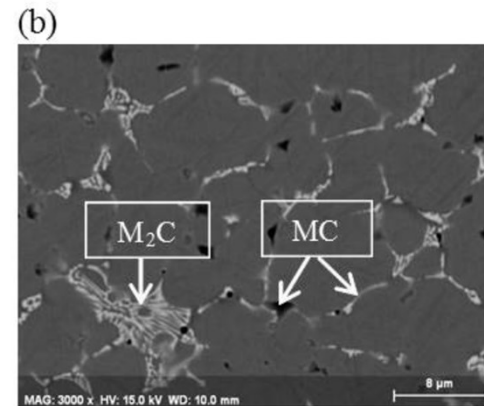
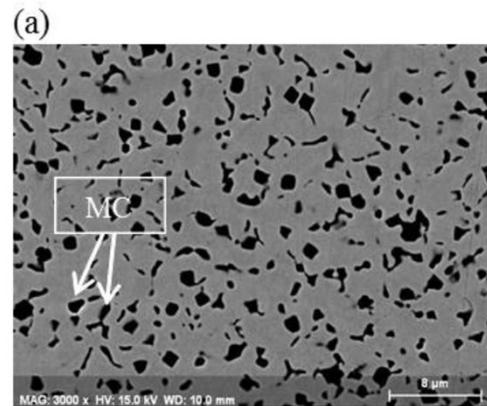
- Dépôts d'une épaisseur de 20 mm
  - Irepa laser cladding (puissance maximum = 2 kW)
  - Substrat pré-chauffé à 400°C
  - Revenu 2x à 520°C pendant 5 h

# Cas 1 : aciers à outil - DED

## Quantités et types des carbures

### LC A

V-rich MC  
Cr-rich  $M_7C_3$

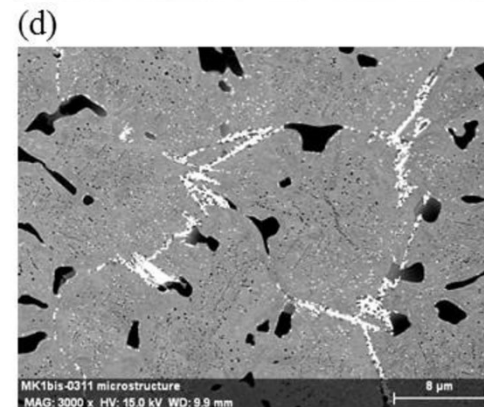
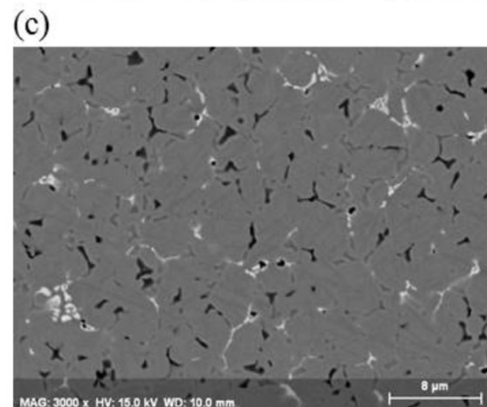


### LC B

W,Mo-rich  $M_2C$   
V-rich MC

### LC C

V-rich MC  
W-rich  $M_2C$

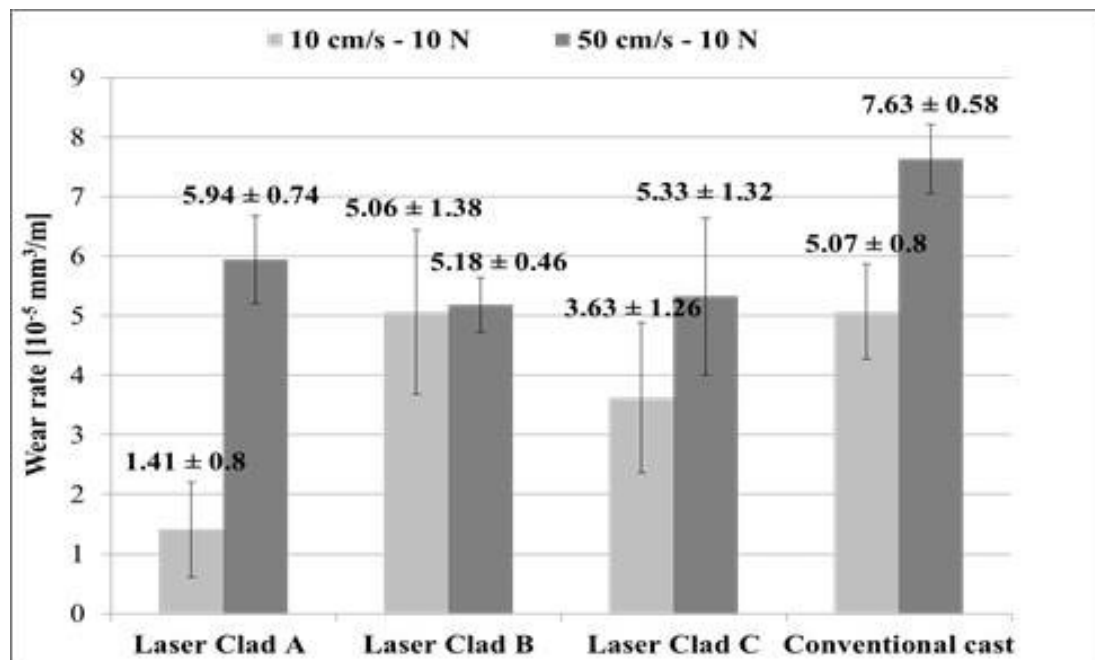


**Coulée  
conventionnelle**  
 $M_2C$   
V-rich MC

**Plus grossier!**

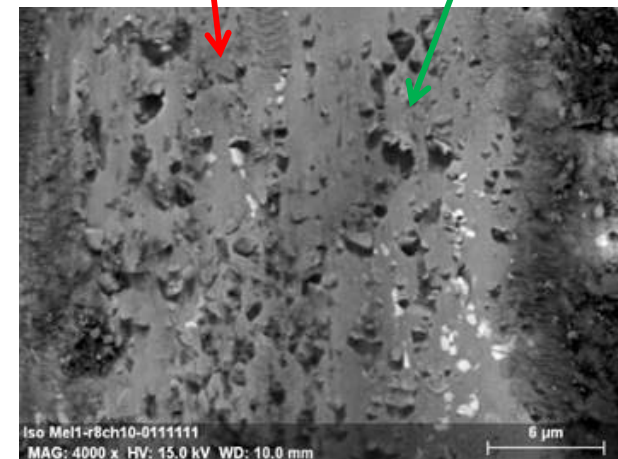
# Cas 1 : aciers à outil - DED

## Influence de la microstructure sur le taux d'usure



Oxide ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )  
layer

Oxide  
debris

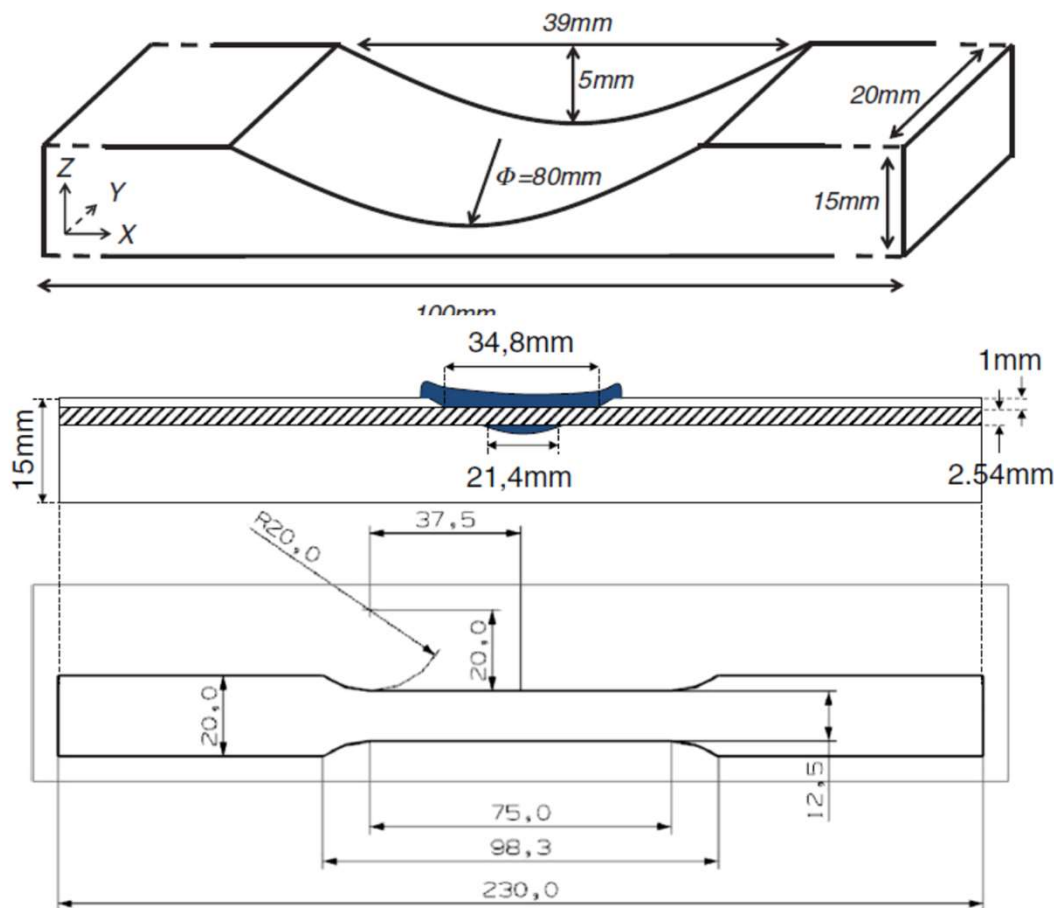


Wear track LC C

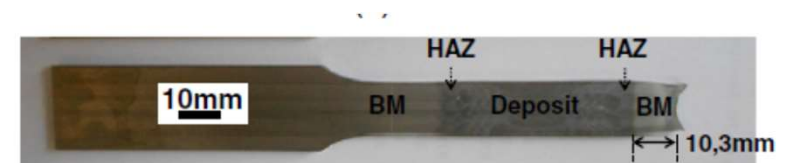
- Usure oxidative est le mécanisme principal
- **Taux d'usure est plus élevé pour le matériau coulé que pour les matériaux obtenus par DED**

## Cas 2 : Ti6Al4V - DED

- Objectif: réparation d'ailettes de turbine en Ti6Al4V
  - Simulation de la réparation en remplissant une encoche

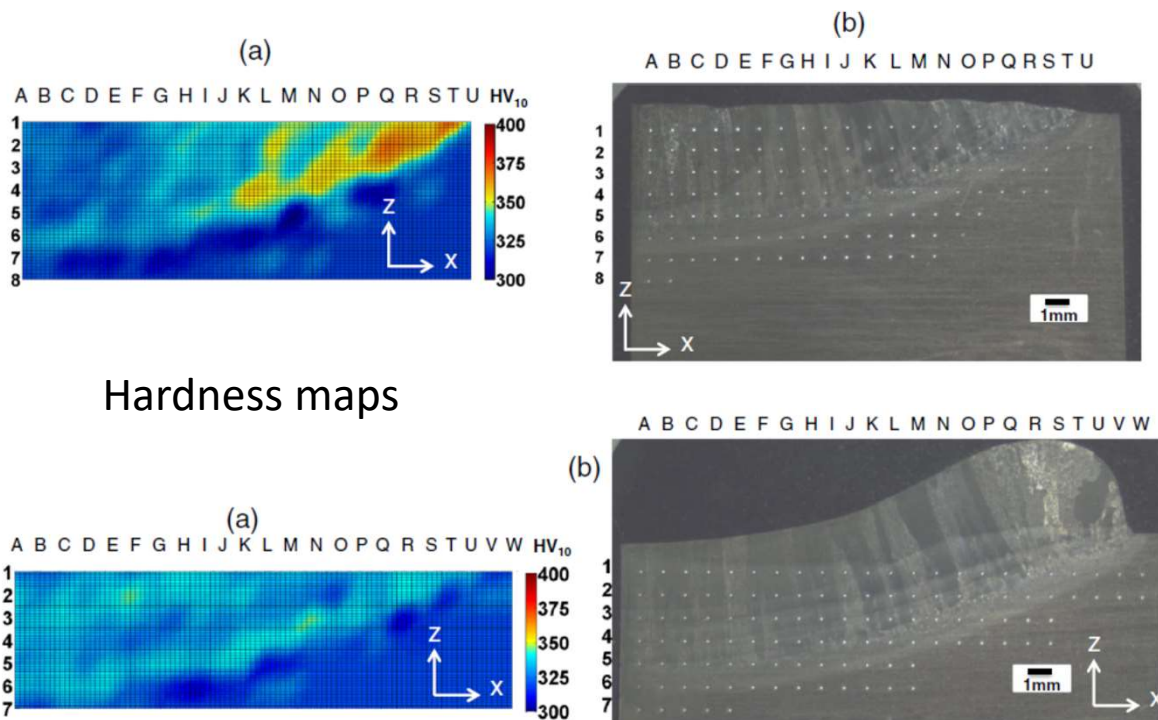


Essai de traction sur la zone réparée  
→ L'échantillon casse dans la matière d'origine



## Cas 2 : Ti6Al4V - DED

- Objectif: réparation d'ailettes de turbine en Ti6Al4V
  - Simulation de la réparation en remplissant une encoche



Hardness maps

En changeant la stratégie de dépôt

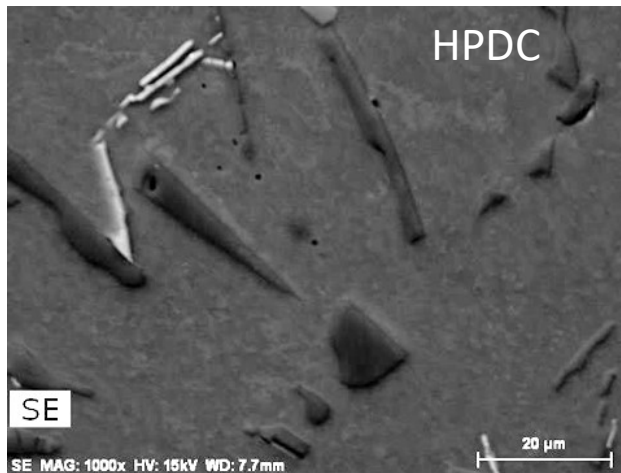
→ On change l'histoire thermique pendant le dépôt

→ On change la microstructure

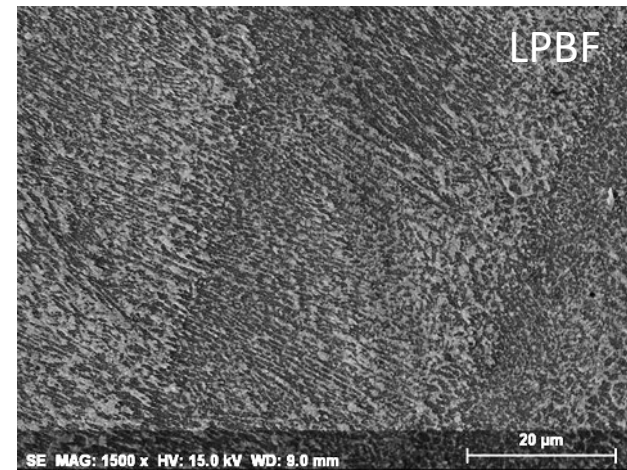
→ On change la valeur locale de la dureté

# Cas 3 : AlSi10Mg - LPBF

- Affinement de la structure  
⇒ Dureté plus élevée
  - LPBF: 127 HV
  - HPDC: 95-105 HV



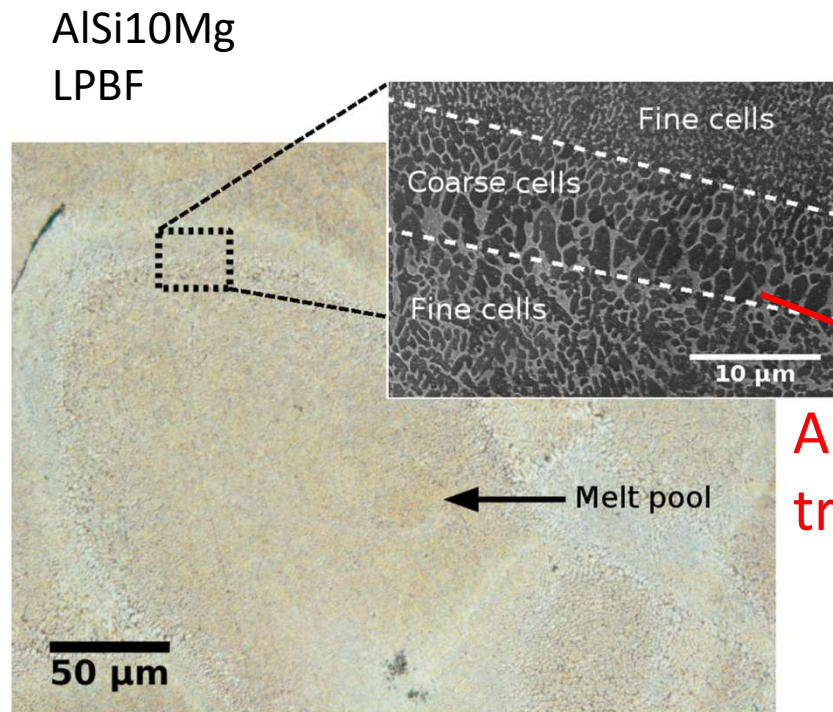
Affinement  
dû à une  
solidification  
+ rapide



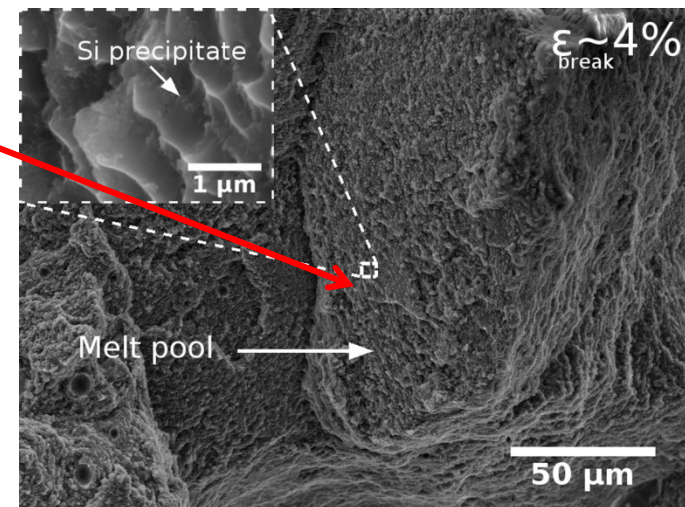
# Cas 3 : AlSi10Mg - LPBF

La solidification rapide peut mener à une structure hétérogène

- Les zones "faibles" agissent comme sites de rupture
- **On peut restaurer une structure homogène grâce à un post-traitement**



Après  
traction



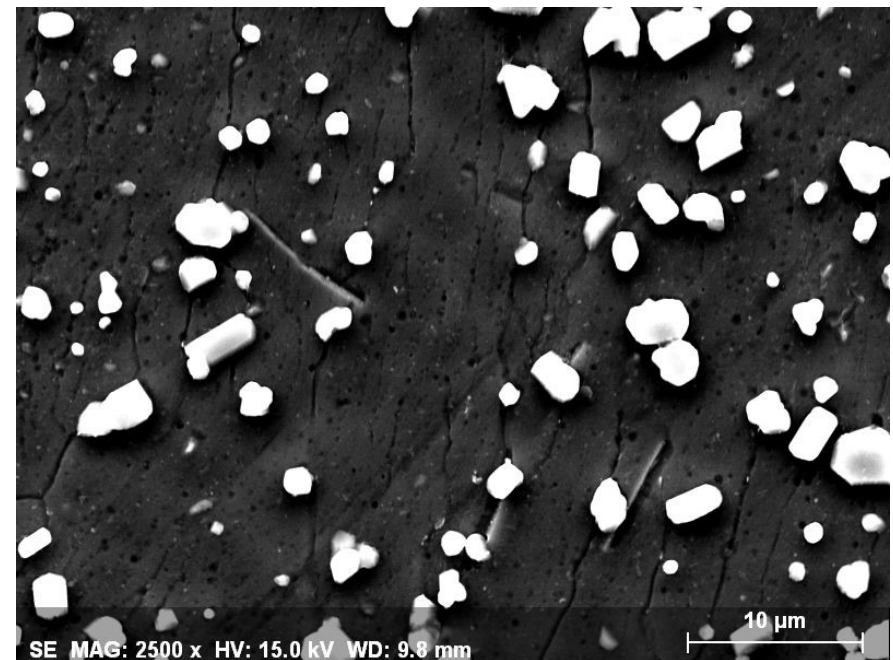


# Cas 3 : AlSi10Mg - LPBF

As-built



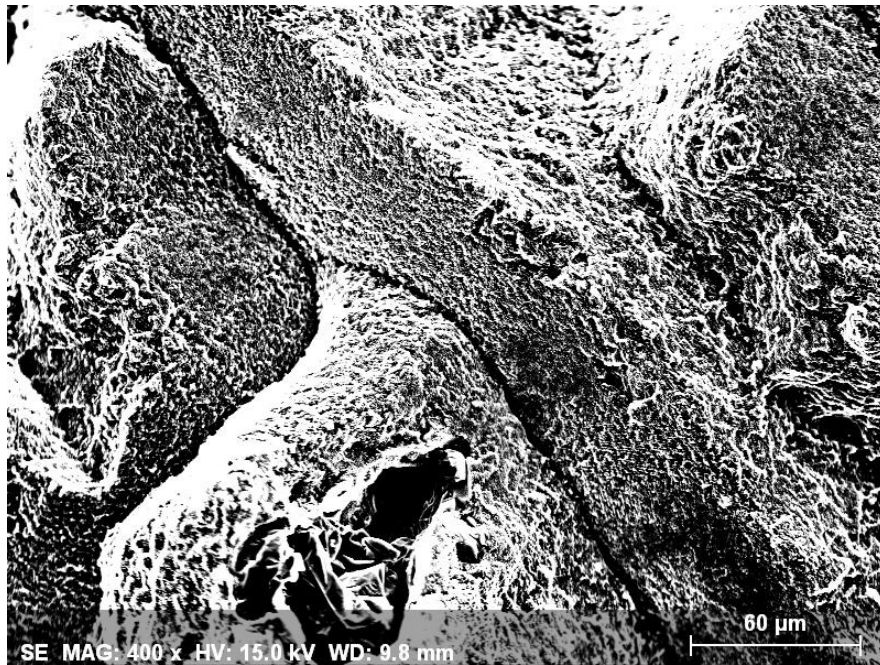
510°C / 6 hours / 170°C / 4 hours



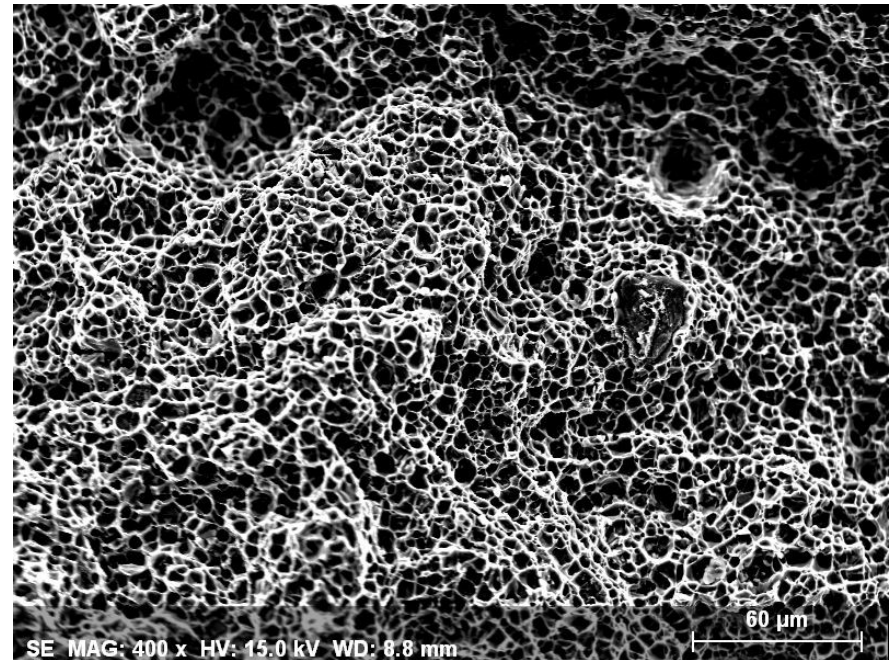
- Après traitement thermique, les précipités de silicium ont grossi et se sont globularisés
- La microstructure est devenue plus homogène

# Cas 3 : AlSi10Mg - LPBF

As-built



510°C / 6 hours / 170°C / 4 hours

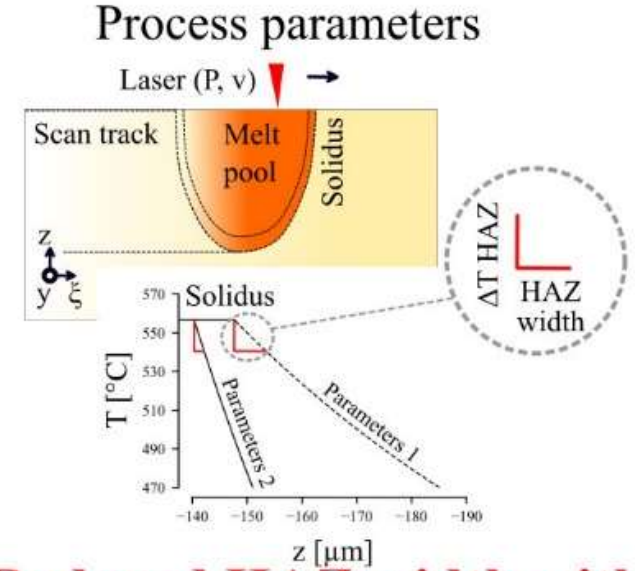
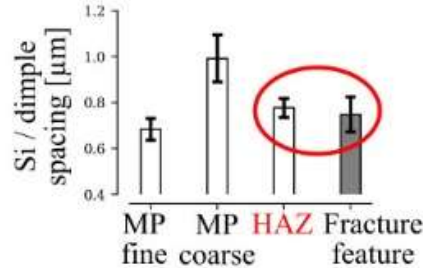
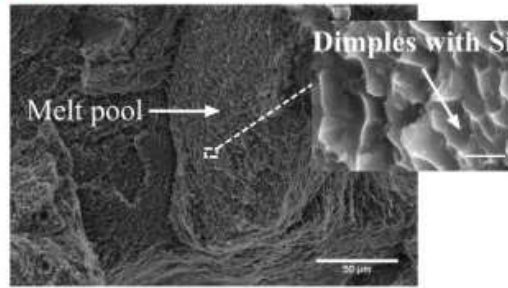
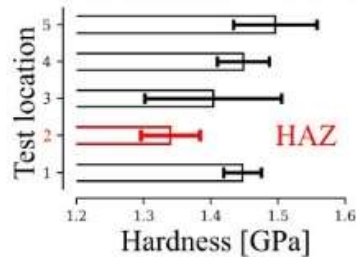
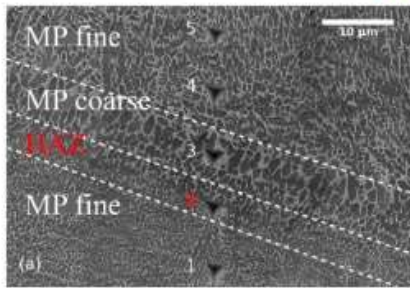


- Après traitement thermique, le matériau devient moins "cassant"
- La rupture ne se fait plus suivant les bordures des bains de fusion.

# Cas 3 : AlSi10Mg - LPBF

La solidification rapide peut mener à une structure hétérogène, **en fonction des paramètres d'impression**

Low hardness in HAZ → **Rupture in HAZ** ← HAZ Si spacing = dimple spacing



**Reduced HAZ width with parameters 2**

[Delahaye et al. Acta Mater., 2019]

Analytical model to help understand the effect of processing parameters on microstructure heterogeneities

# En résumé

- La fabrication additive par fusion laser d'alliages "conventionnels" permet dans certains cas d'obtenir de meilleures propriétés que celles obtenues par des procédés conventionnels
- De nombreux défis restent à relever:
  - Sensibilité très grande au choix des paramètres de fabrication
  - Reproductibilité du procédé
  - Homogénéité des pièces
  - Contrôle de la microstructure et donc des propriétés

# NOUVEAUX MATÉRIAUX MÉTALLIQUES "POUR" LA FABRICATION ADDITIVE

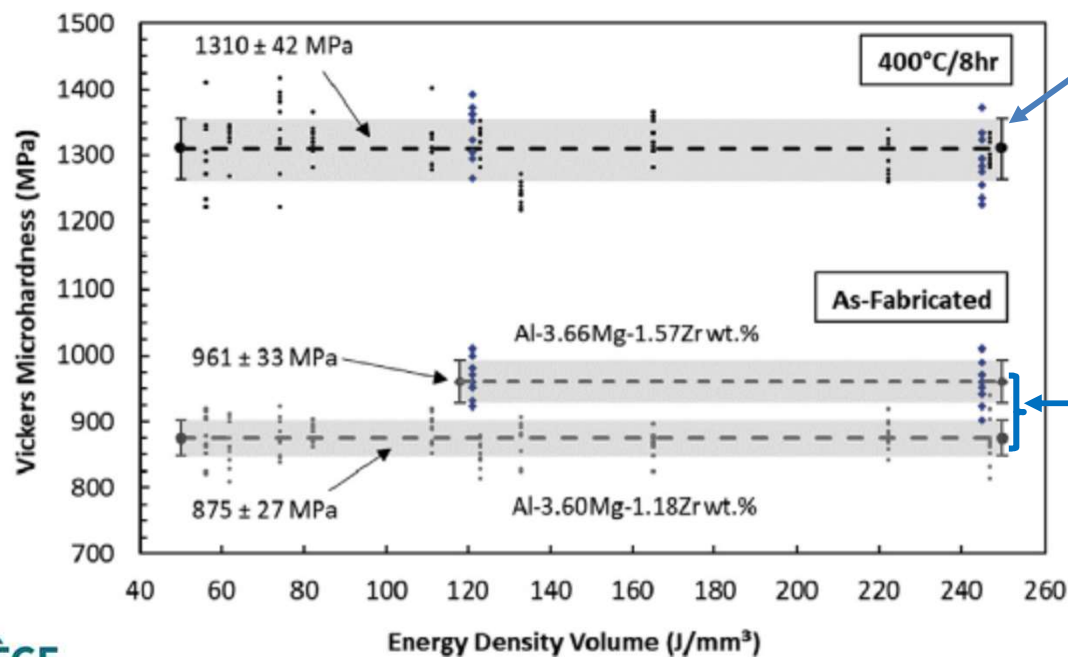
Comment peut-on utiliser les particularités de la fabrication additive pour créer de nouveaux matériaux métalliques, impossibles à fabriquer par d'autres méthodes?

Cas 1: Alliages d'aluminium à haute résistance

Cas 2: Modifications d'un acier inoxydable

# Cas 1: Nouveaux alliages Al

- Solidification ultra-rapide
  - ⇒ **Solution solide sur-saturée**
  - ⇒ **durcissement de solution solide**
- Alliages Al-Mg-Zr mis en oeuvre par LPBF

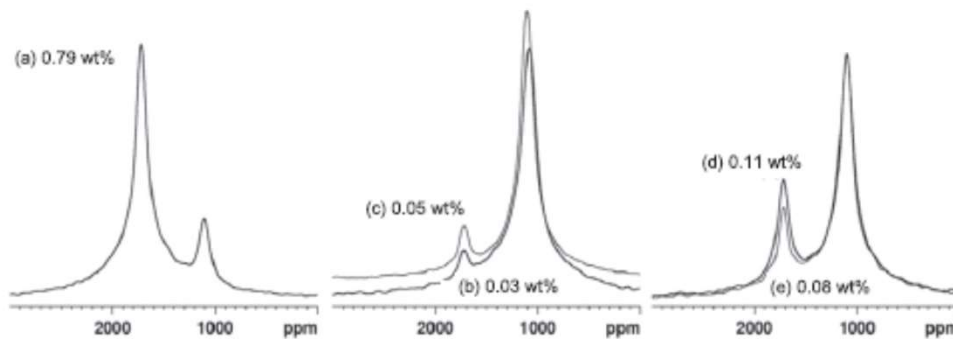


On peut encore augmenter la dureté par durcissement de précipitation (post-traitement)

On peut garder davantage de Zr en solution solide : Durcissement + efficace

# Cas 1: Nouveaux alliages Al

- Solidification ultra-rapide  
⇒ **Solution solide sur-saturée**
- Alliages Al-Sc mis en oeuvre par DED

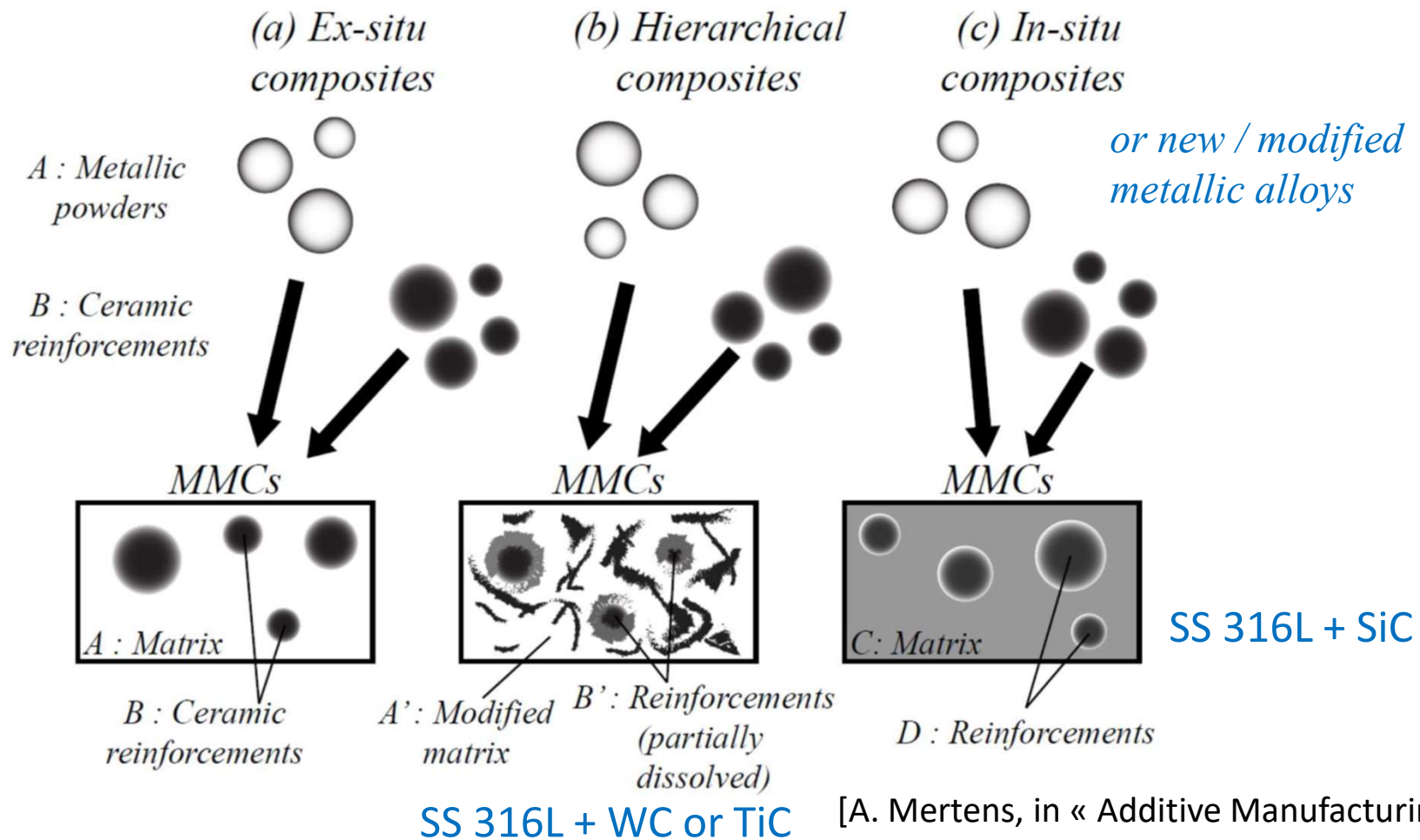


Quantification du Sc en solution par  
résonance magnétique nucléaire

Grande quantité de Sc  
en solution solide après  
fabrication, ce qui ouvre  
aussi la possibilité  
d'optimiser un  
durcissement de  
précipitation par un  
post-traitement

Principe du "scalmalloy"  
(brevet Airbus)

# Cas 2: Modifications d'un acier inoxydable

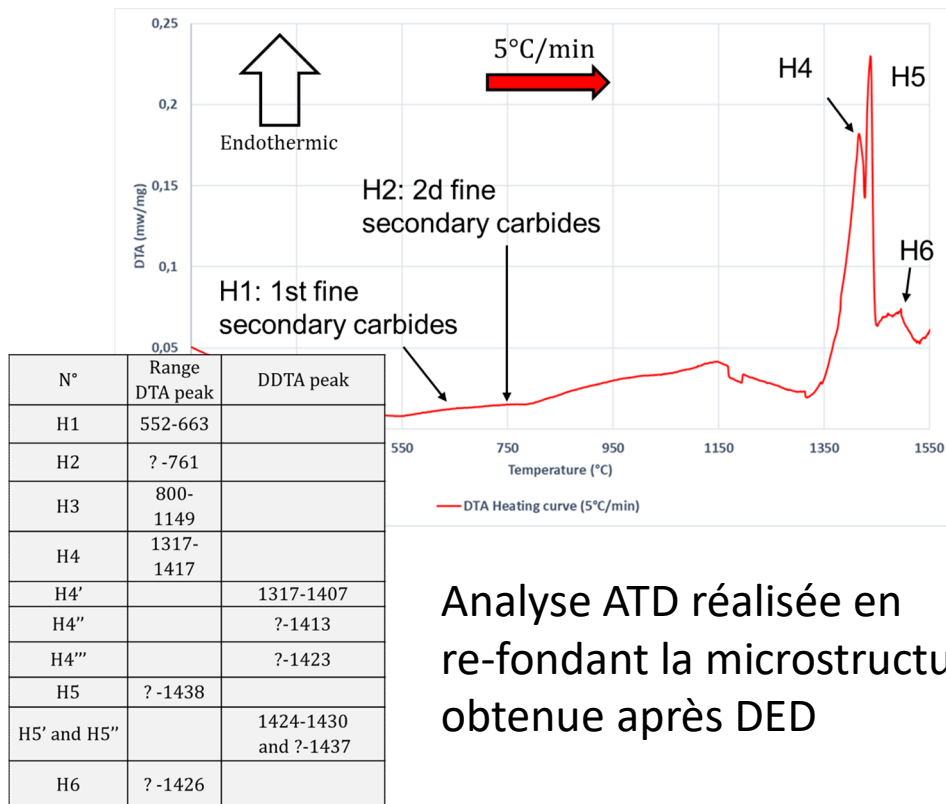


[A. Mertens, in « Additive Manufacturing » Handbook in advanced manufacturing, Elsevier, 2021]

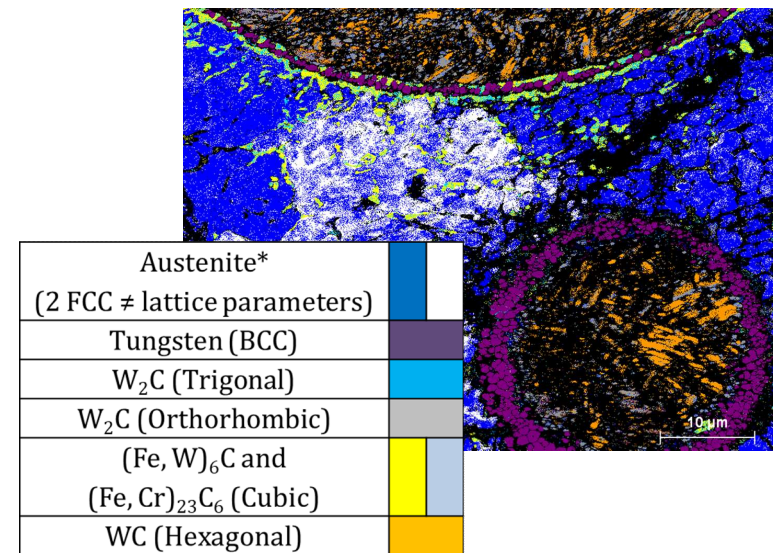


# Cas 2: Modifications d'un acier inoxydable

- Microstructure et solidification pour inox 316L + WC [T. Maurizi Enrici et al., Adv. Eng. Mater., 2020, 20000291]
- Considération croisée ATD et SEM+EDS+EBS



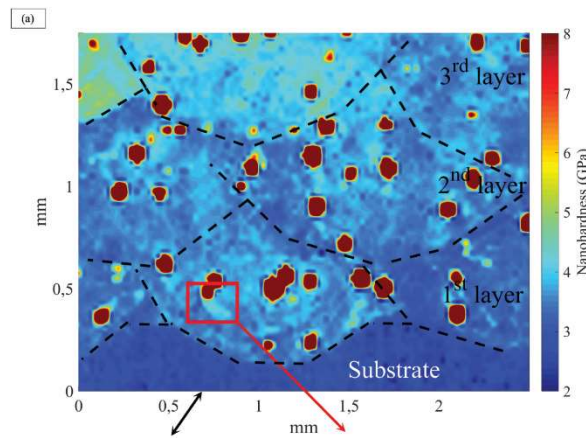
Analyse ATD réalisée en re-fondant la microstructure obtenue après DED



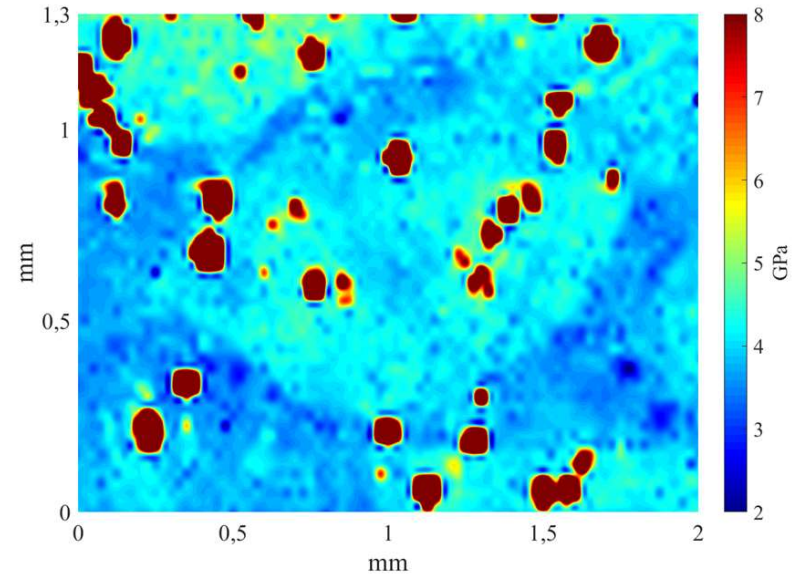
- Variations de la teneur en soluté (ici : W)
- Carbures mixtes

# Cas 2: Modifications d'un acier inoxydable

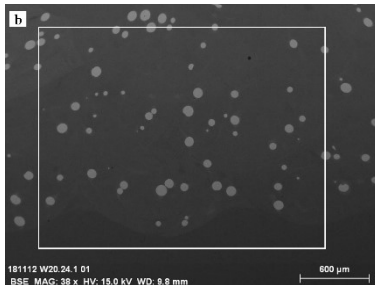
- Variation de la dureté locale en fonction de la position (hauteur de couche) dans un dépôt épais (accumulation de chaleur)



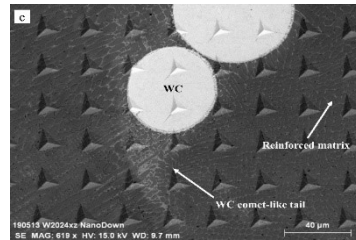
Nano-hardness maps



In upper layers, the repartition of the reaction carbides becomes more homogeneous throughout the melt pool

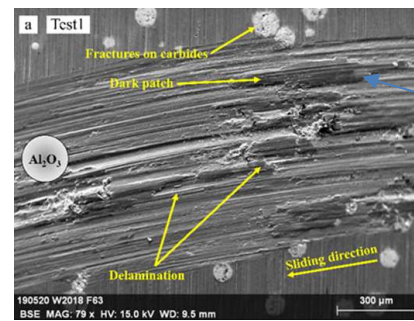
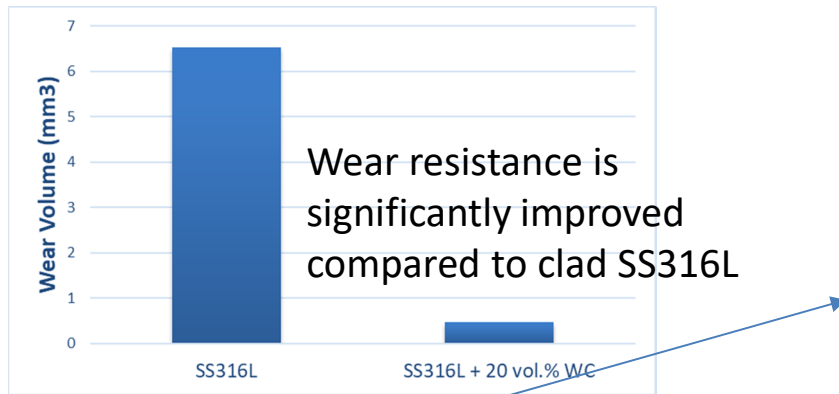


Bottom shows more heterogeneities



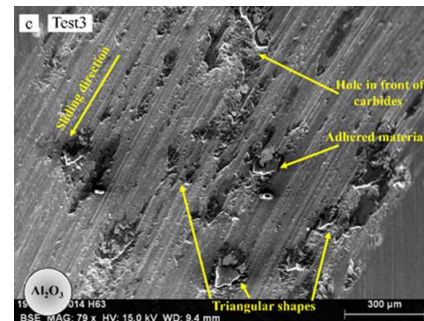
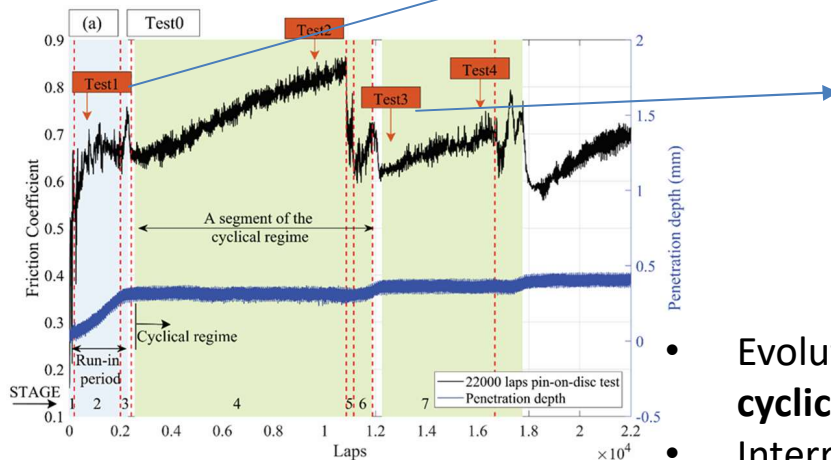
# Cas 2: Modifications d'un acier inoxydable

- Résistance à l'usure – Composites inox 316L + WC
- Tests "Pion sur disc" avec billes d' $\text{Al}_2\text{O}_3$



Mixture of Fe, Cr and Al oxides

Plastic deformation and adhesive wear



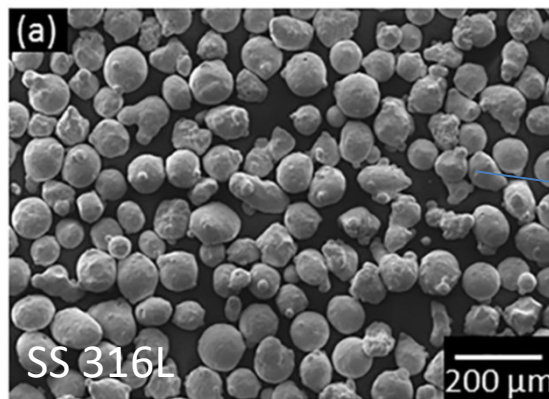
Smoother surface

Protective homogeneous tribolayer, reinforced by debris of carbides

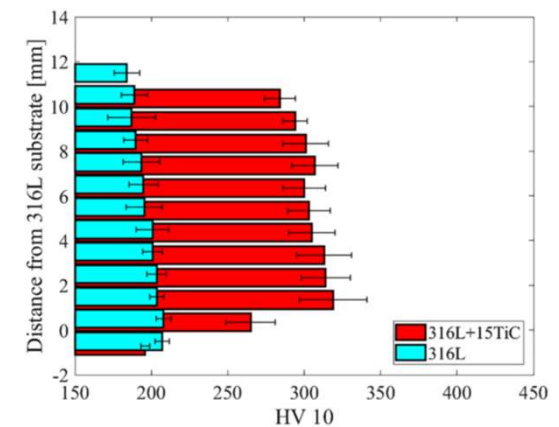
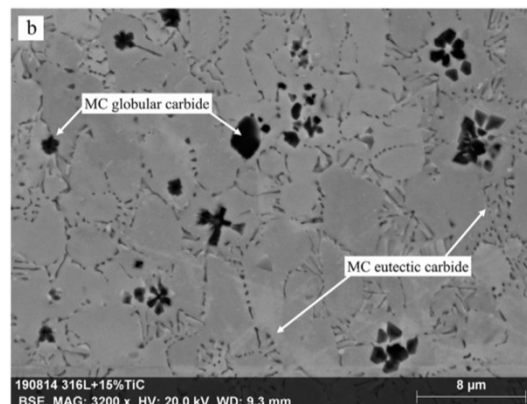
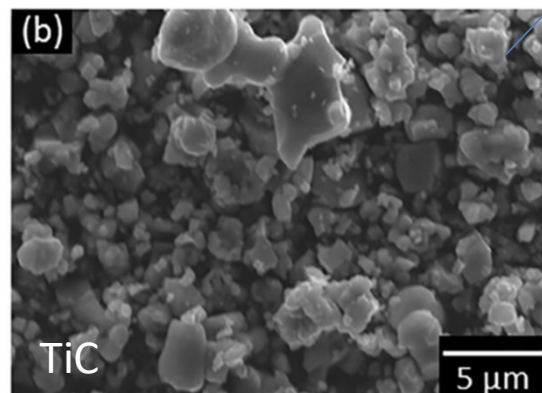
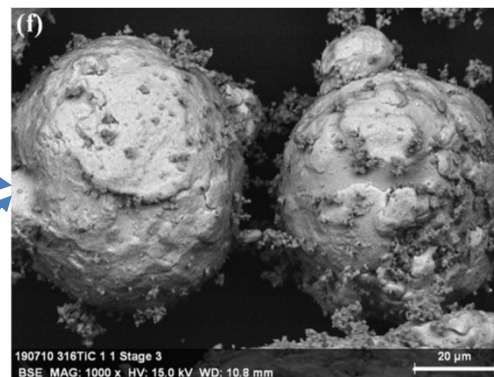
- Evolution of coefficient of friction and penetration depth reveals **cyclical wear behaviour**
- Interrupted tests + SEM observations to elucidate the wear mechanisms

# Cas 2: Modifications d'un acier inoxydable

- DED - composites SS316L + TiC  
[O. Ertugrul et al., Powder Technol., 2020, 375:384]
- Pré-mélange SS316L + TiC : "mechanical alloying"

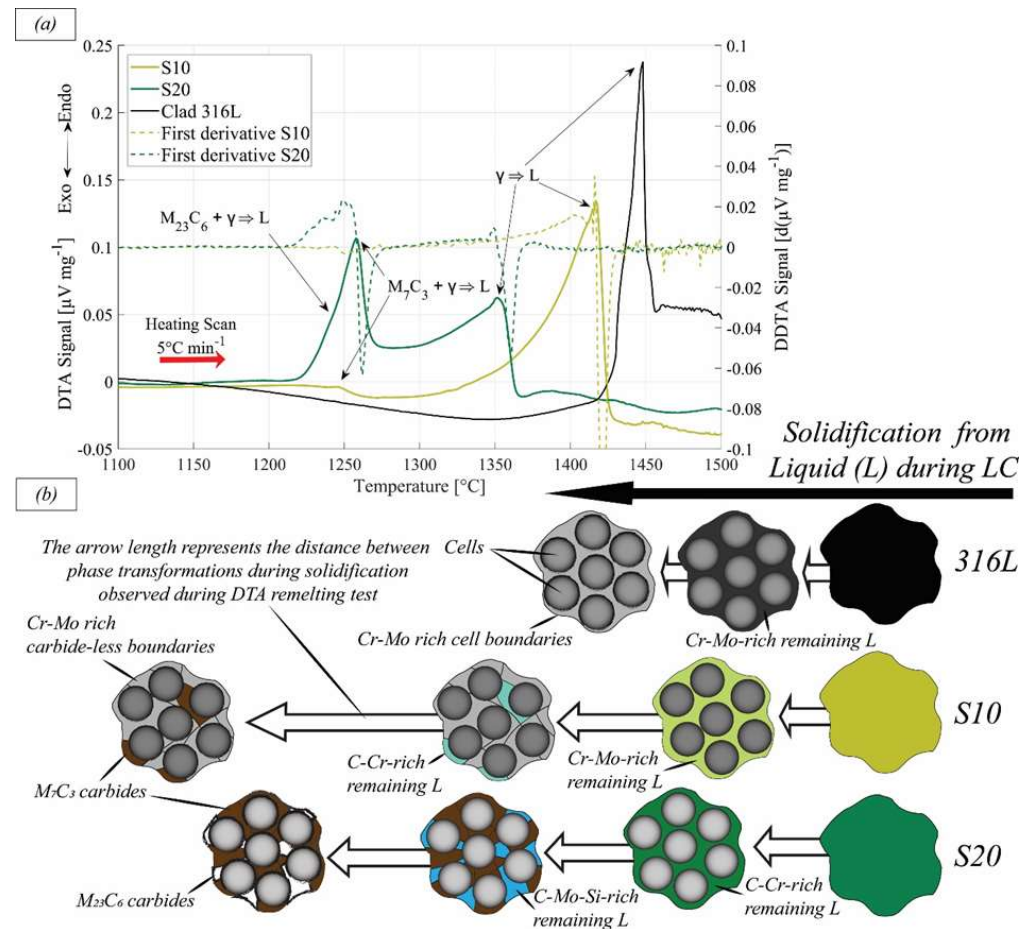
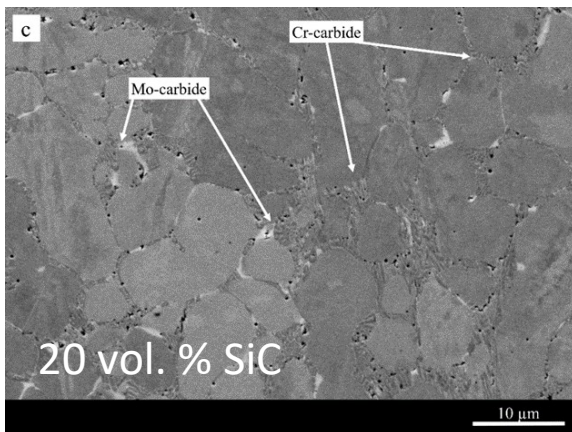
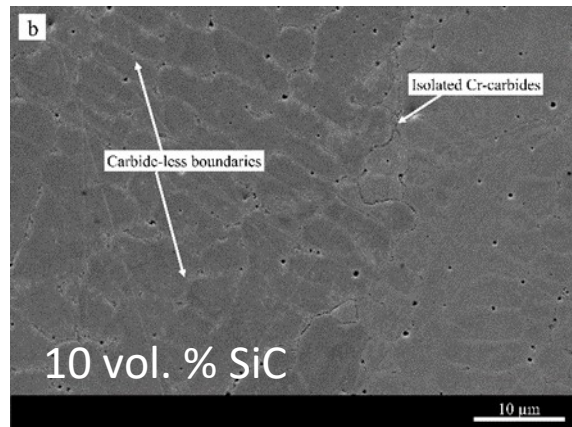


Ball  
milling



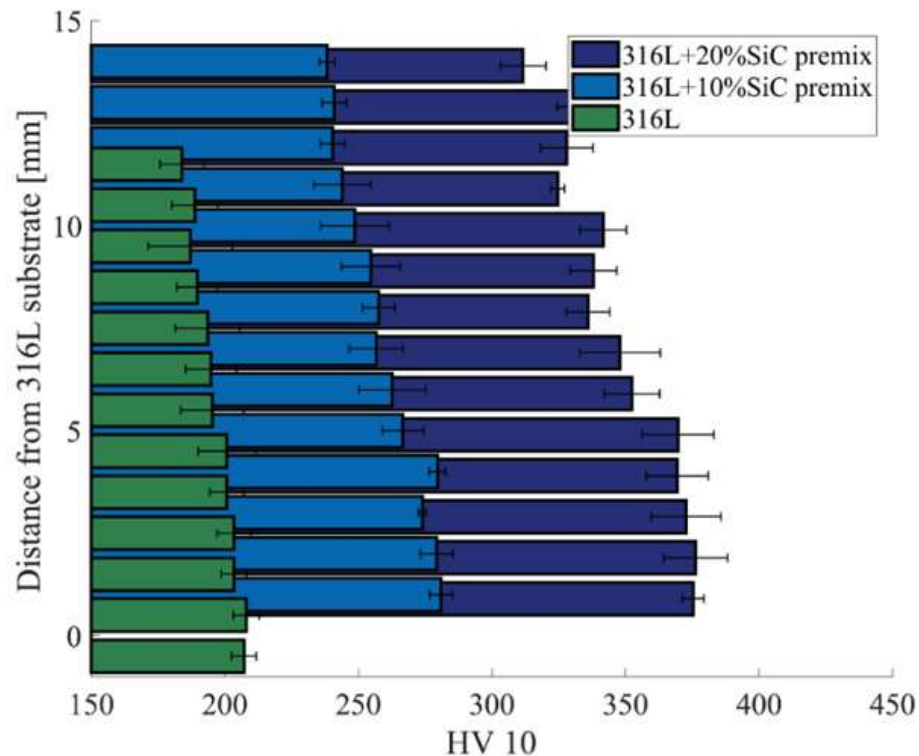
# Cas 2: Modifications d'un acier inoxydable

- Acier inox à haute teneur en Si par DED d'inox 316L + SiC  
 → SiC se dissout complètement pendant le DED



# Cas 2: Modifications d'un acier inoxydable

- Acier inox à haute teneur en Si par DED d'inox 316L + SiC  
→ SiC se dissout complètement pendant le DED



Change in hardness between 10%SiC and 20%SiC can be ascribed to changes in the balance between solid solution strengthening by Si, Cr and Mo elements, and precipitation hardening by  $M_{23}C_6$  alloyed carbides

# En résumé

- Les vitesses de refroidissement et de solidification élevées, caractéristiques de la fabrication additive par fusion laser, permettent d'obtenir des compositions d'alliage inaccessibles par les méthodes conventionnelles.
- En particulier, on peut "piéger" certains éléments dans des solutions qui devraient être instables et à partir de là
  - soit garder ces éléments en solution (durcissement de solution solide)
  - soit effectuer des post-traitements pour optimiser la microstructure et les propriétés (pex par un durcissement de précipitation comme dans le "scalmalloy")