

European Regional Development Fund



D 2.1. Rapport des matériaux pour la FAM

www.additool.eu



INDEX

1.		3
0	BJECTIF	3
2.	DESCRIPTION	3
3.	RESULTATS	3
	Pilote FR1-LAUAK	4
	Pilote PT1-MOLDETIPO	
	Pilote SP1-MEUPE/INESPASA	
	Pilote FR2-SOMOCAP	
	Pilote PT2-VIDRIMOLDE	70
4.	CONCLUSIONS	76
5.	REFERENCES	



1. INTRODUCTION

Le Work Package 2 (WP2) du projet ADDITOOL, intitulé « Transfert de technologie des procédés de fabrication additive métallique au secteur de l'outillage » concerne le développement et la fabrication de 5 pilotes en vue de transférer les technologies des procédés de fabrication additive aux PME du secteur de l'outillage dans le SUDOE. Ce rapport synthétise la description de la fabrication et les résultats de la caractérisation des matières premières, des tests de fabrication 3D, et des post-traitements. Il regroupe les résultats des caractérisations menées dans le cadre de la tâche 2.1 « Matériaux pour la fabrication additive métallique » et de la tâche 2.2 « Fabrication, post-traitement et caractérisation de démonstrateurs ».

OBJECTIF

L'objectif principal de ce livrable est de présenter les résultats de la caractérisation des différents matériaux utilisés pour la réalisation des cinq pilotes.

2.DESCRIPTION

		CARACTERISATION					
PILOTES	Matériaux bruts	Microstructure	Propriétés mé- caniques	Conductivité thermique	Conductivité électrique	Dilatométrie &ATD	Tomographie
FR1 LAUAK	CEIT	ENIT & LORTEK	ENIT & LORTEK				
PT1 MOLDETIPO	CEIT	ENIT	ENIT			ENIT	
SP1 MEUPE/INESPASA		CEIT & ENIT		CEIT	ENIT		
FR2 SOMOCAP	ENIT & LORTEK	CEIT & ENIT	LORTEK & ENIT			ENIT	FADA-CATEC & UPV/EHU
PT2 VIDRIMOLDE	CEIT						

Tableau 1 : Type de caractérisation effectuée par les partenaires pour chaque pilote.

3.RESULTATS

L'étude sera basée sur la caractérisation des matières premières ainsi que les propriétés microstructurales, chimiques et mécaniques des matériaux bruts et également après posttraitements. Celle-ci sera réalisée pour chaque pilote. En outre, les propriétés de conductivité thermique et électrique seront analysées pour le pilote SP1 MEUPE/INESPASA et des essais non destructifs seront effectués au moyen d'analyses tomographiques pour plusieurs pilotes.



Pilote FR1-LAUAK

Caractérisation de la matière première

Le matériau utilisé à l'origine (40CMD8) n'est pas soudable ce qui le rend inapproprié aux procédés de fabrication additive par fusion. Un matériau avec des propriétés mécaniques similaires soudable et disponible sous la forme de poudre et de fil a été sélectionné.

Table 2 : Propriétés mécaniques de différents matériaux

	Designation	Re (Mpa)	Rm (Mpa)	A5 (%)
Original	40CMD8 (40CrMnMoS8-6)	850	1000	11
Proposal	EN4334 (15CrMnMoV5-4-9-3) // AIR 9117 : 15CDV6	930	1080 - 1280	10

Un lot de 10 kg de poudre 15CDV6 (AIR 9117) a été atomisé au gaz sur l'installation pilote d'atomisation du CEIT. La poudre a été tamisée afin d'obtenir la gamme de taille de poudre requise pour le procédé DED Powder Laser, +44-106 μ m avec une taille moyenne de 73 μ m (Tableau 3). La poudre présente une forme sphérique avec une sphéricité élevée (proche de 1) et une très faible quantité de satellites, ce qui la rend adaptée aux technologies de fabrication additive, (cf Figure 1, Figure 2).



Figure 1 : Images FEG-SEM de la poudre 15CDV6 atomisée.

Tableau 3 : Distribution de la taille et de la sphéricité de la poudre 15CDV6.

Dv(10) (μm)	49.00	S (10)	0.74
Dv(50) (μm)	73.31	S (50)	0.84
Dv(90) (μm)	107.68	S (90)	0.93







Figure 2 : Distribution de la taille des particules (en haut) et du facteur de forme (en bas) en fonction de la taille des particules de la poudre 15CDV6.

Les propriétés physiques de cette poudre telles que la fluidité et la densité, étaient également dans les fourchettes attendues (Tableau 4).

Tableau	4 :	Physical	properties	of 15CDV6	nowder
rubicuu	- ·	i nysicui	properties	0,130000	powaci

Ecoulement (s/50g)	Densité apparente (g/cm ³)	Densité tassée (g/cm³)	Densité (pycnomètre) (g/cm³)
0.33	4,31	4,54	7,68

Des micrographies de la poudre ont été analysées selon une coupe transversale (Figure 3). Il n'y avait pas de présence de pores internes dû au gaz et les particules étaient enrichies en Si, V, Mo et Mn.







Figure 3 : Micrographies FEG-SEM et analyse EDS de la poudre 15CDV6 atomisée.



La composition chimique des éléments majeurs de la poudre a été déterminée par ICP et la teneur en interstitiel par LECO. Les résultats sont rassemblés dans le Tableau 5 : Tableau 5.

Tahleau 5	· Composition	chimique de	la noudre	15CDV6
rubicuu J	. composition	ciningue ue	iu pouure	130000

Element	Mn	Si	Cr	Мо	V	Р	С	0	S	N	Fe
(%wt.)	1.01	0.150	1.57	0.94	0.287	N.D.	0,122	0,0126	0,0049	0,0014	95.8
Min-Max	0.8-1.1	Max. 0,2	1,25-1,50	0,80-1,00	0,20-0,30	Max. 0,02	0,12-0,15	-	Max.0.0015	-	-

Caractérisation microstructurale

Matériaux produits par DED laser-fil (WLAM)

L'état métallurgique et les propriétés mécaniques de quatre murs obtenus DED-Wire ont été étudiés (Figure 4).



Figure 4 : Coupes métallographiques des différentes murs réalisés par procédé WLAM en alliage 15CrMoV6.

La composition des murs a été déterminée par spectrométrie UV à étincelles. Plusieurs zones dans la hauteur des murs ont été analysées (Figure 23). Les résultats des analyses sont présentés dans le Tableau 5. La composition des parois est homogène, elle correspond bien à un bas alliage standard de 15CrMoV6.





Figure 5 : Localisation des différentes zones d'analyses (échantillon 1).

Tableau 5 : Composition des différentes zones mesurée par spectrométrie UV à étincelles.

	Fe	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Мо	Ni	v
Zone 1	95,92	0,127	0,162	0,85	0,006	-	1,4	0,92	0,187	0,246
Zone 2	95,99	0,12	0,148	0,85	0,006	-	1,397	0,91	0,182	0,237
Zone 3	95,94	0,127	0,149	0,85	0,006	-	1,401	0,92	0,183	0,24
Zone 4	95,99	0,131	0,147	0,85	0,006	-	1,394	0,91	0,185	0,24
Zone 5	95,99	0,113	0,15	0,85	0,006	-	1,403	0,91	0,188	0,243
Zone 6	95,97	0,121	0,148	0,84	0,005	-	1,398	0,91	0,185	0,241
Zone 7	95,99	0,123	0,142	0,837	0,006	-	1,404	0,89	0,187	0,238
Zone 8	95,95	0,127	0,149	0,85	0,0061	-	1,426	0,9	0,205	0,241
316L	Bal.	<0,03	<0,75	<2	<0,045	<0,03	16-18	2-3	10-14	
15CrMoV6		0.12-	0.2	0.8-1	<0.02	<0.015	0.25-	0.8-1		0.2-0.3
		0.18					1.5			

La microstructure des murs a été analysée par microscopie optique suivant la direction de construction. Les Figure 6 et Figure 7 montrent les différentes micrographies obtenues pour l'échantillon 1. Aucun défaut de santé du matériau (porosité, fissures) n'a été observé. La structure fine correspond à de la martensite revenue voire de la bainite. Aucune évolution de la microstructure le long de la direction de construction n'a été remarquée.



Figure 6 : Observations microstructurales réalisées par microscopie optique du sommet du mur 1 (1/2).



Figure 7 : Observations microstructurales réalisées par microscopie optique du sommet du mur 1 (2/2).

La microstructure à l'interface entre la paroi en acier faiblement allié 15CrMoV6 et le substrat en acier inoxydable 316L est représentée sur la Figure 24. Des zones de contrastes différents, après attaque au réactif Nital, composent cette interface, comme le corroborent les micrographies de la Figure 24.



Figure 8 : Observations microstructurales réalisées par microscopie optique de l'interface entre la paroi (15CrMoV6) et le substrat (316L).

Elles correspondent à des zones ayant des compositions chimiques différentes (Figure 9 et Figure 10). Les zones sombres et claires correspondent à des régions dont les compositions sont respectivement celle de l'acier 15CrMoV6 et celle de l'acier inoxydable 316L.





area richer in iron and less rich in chromium and nickel



Figure 9 : Cartographies EDS des zones interfaciales entre le mur et le substrat.

Figure 10 : Analyses EDS des zones interfaciales entre le mur et le substrat.

Matériaux produits par DED arc-fil (WAAM)

La géométrie et la santé matière des cordons de soudure ont été vérifiées afin de sélectionner les meilleurs paramètres de soudage (Figure 11). Pour cela, les sections transversales des cordons de soudure ont été analysées au microscope optique. Le cordon de soudure sélectionné avait une largeur totale de 7,08 mm et une hauteur de 2,5 mm.





Figure 11 : Micrographie du cordon de soudure sélectionné pour la fabrication du 15 CrMoV6 WAAM.

En outre, les sections transversales des pièces ont également été analysées afin de sélectionner les meilleures stratégies de construction. Les murs réalisés par deux cordons de soudure juxtaposés et les stratégies de contournage ont été analysés.



Figure 12 : Macrostructure des murs en coupe transversale. A gauche : deux cordons de soudure juxtaposés. A droite : un seul cordon de soudure par contournage.

Comme on peut l'observer sur la micrographie, une microstructure quasi homogène a été observée sans grains colonnaires quelle que soit la stratégie (Figure 12). Cependant, les zones affectées thermiquement avec la stratégie des deux cordons de soudure juxtaposés présentent des formes plus complexes qu'avec la stratégie en contournage.



À des grossissements plus élevés, la microstructure attendue a été observée pour les deux stratégies. Elle est composée de petits grains équiaxes.



Figure 13 : Microstructure du 15CrMoV6 déposé par WAAM.

Caractérisation des propriétés mécaniques

Matériaux produits par DED laser-fil (WLAM)

Plus d'une centaine de mesures de dureté Vickers HV10 ont été effectuées suivant la hauteur du mur. La dureté varie entre 300 et 350 HV10. Ces valeurs correspondent à celles d'une structure bainitique ou d'une martensite revenue. Aucune évolution de la dureté sur la hauteur de l'échantillon n'a été constatée. Des mesures de dureté à des charges plus faibles ont été effectuées à l'interface (Figure 14 et Figure 15). Un gradient de dureté est observé entre la paroi et le substrat. Ce gradient de dureté entre les zones riches en 15CrMoV6 et en acier inoxydable 316L peut également être observé.





Figure 14 : Évolution de la dureté à l'interface mur/substrat.



Figure 15. Valeurs de dureté des zones de différentes compositions chimiques à l'interface.

Le comportement en traction du matériau constitutif du mur a également été déterminé par des essais de traction. Les essais ont été réalisés à température ambiante à une vitesse de déplacement imposée de 2 mm/min. Les courbes de traction conventionnelles sont présentées à la Figure 16.





Figure 16 : Courbes de traction des éprouvettes verticales prélevées dans les murs en 15CrMoV6 DED-Wire

Les valeurs de la limite d'élasticité, de la résistance maximale et de l'allongement à rupture sont indiquées dans le Tableau 6.

Tableau 6 : Pro	priétés mécania	ues des murs e	n acier 150	rMoV6 DED-Wire.
100100001110	prices meeting			

	Re (MPa)	Rm (MPa)	A%
Mur 1	747	936	13
Mur 2	782	966	9

Les champs de déformation des éprouvettes pendant l'essai de traction ont également été mesurés par corrélation d'images. La déformation maximale de l'éprouvette apparaît dans une zone de reprise de la fabrication du mur après un arrêt volontaire de la fabrication (Figure 17).



Figure 17 : Champs de déformation e_{yy} déterminés par corrélation d'images sur éprouvettes de traction en 15CrMoV6 DED-Wire.

Les observations fractographiques des zones rompues confirment les fortes élongations à la rupture. Les surfaces de fracture présentent de nombreuses cupules, qui attestent d'un comportement ductile (Figure 18).





Figure 18 : Observations fractographiques d'éprouvettes de traction en 15CrMoV6 DED-W après rupture.

Matériaux produits par DED arc-fil (WAAM)

Caractérisation des propriétés mécaniques

Des éprouvettes de traction ont été extraites des grands murs dans deux orientations différentes (Figure 19). Leur géométrie obéit à la norme ASTM E8.





Figure 19 : Position et géométrie des éprouvettes de traction ASTM E8 extraites du mur WAAM.

Les propriétés mécaniques obtenues lors des essais de traction à température ambiante sont présentées dans le Tableau 7.

Orientation	Re (MPa)	Rm (MPa)	A% (%)
Vertical	777, 8 ± 8,5	1005,8 ± 7,5	12,3 ± 2,4
Horizontal	774,4 ± 5,9	1031,8 ± 11,4	11,9 ± 3,7

Tableau 7 : Propriétés mécaniques obtenues à partir de l'essai de traction.

Aucune anisotropie n'a été détectée entre les orientations. Par rapport aux spécifications du matériau (15CrMoV6) et à celles du matériau d'origine de la pièce réalisée avec des procédés conventionnels (40CMD8), les résultats obtenus étaient très proches.

Tahleau & · Pro	nriétés mécania	ues obtenues	à nartir d	de l'essai de	traction
IUDIEUU 0. PIO	prietes metuniq	ues obtenues	α ραττή τ	ie i essui ue	truction.

	Designation	Re (Mpa)	Rm (Mpa)	A5 (%)
Original	40CMD8 (40CrMnMoS8-6)	850	1000	11
Proposal	EN4334 (15CrMnMoV5-4-9-3) // AIR 9117 : 15CDV6	930	1080 - 1280	10

En ce qui concerne la microdureté, une transition attendue a été trouvée entre la base métallique et la pièce en WAAM. La pièce en WAAM a une dureté moyenne de 330 HV1, qui pourrait être améliorée par un traitement thermique postérieur. Les oscillations sont dues aux différences entre les couches et les cordons de soudure.



Figure 20. Micrographie du mur avec la filiation de microdureté HV1 mesurée du substrat à la paroi.

L'évolution de la dureté à l'interface entre le substrat et la paroi a été confirmée par des essais de dureté à faible charge (Figure 21 et Figure 22).





Figure 21 : Micrographie du mur avec la filiation de microdureté HV1 mesurée du substrat à la paroi.







Figure 22. Evolution de la microdureté à l'interface entre le substrat et le mur (deux cordons de soudure juxtaposés)

Pilote PT1-MOLDETIPO

Caractérisation du matériau brut

Les propriétés physiques et la composition chimique de la poudre W360, avec une taille de +20-45 µm sont rassemblées ci-dessous (Tableau 9 et Tableau 10).

Tableau 9 : Propriétés physiques de la poudre W360.

Ecoulement (s/50g)	Densité apparente (g/cm³)	Densité tassée (g/cm ³)	Densité (pycnomètre) (g/cm³)
Aucun	3.78	4.43	7.74

Elements	С	S	Mn	Cr	Мо	V	0	Ν	C	S
(%wt.)	0,50	0,20	0,20	4,50	3,00	0,55	0.280	0.004	0.481	0.0007

Tableau 10 : Composition chimique de la poudre W360.

Les images de microscopie électronique (MEB) montrent une poudre typique atomisée par gaz, de forme généralement sphérique avec la présence de plusieurs satellites et de quelques « splat » (Figure 23).





Figure 23 : Images FEG-SEM de la poudre W360. Morphologie sphérique montrant quelques satellites.

Des micrographies en coupe transversale de la poudre polie ont été analysées. Il n'y a pas de présence de porosité interne et les analyses EDS montrent une distribution homogène de S, V, Mo et Mn (Figure 24).



Figure 24 : Micrographies MEB FEG et analyse EDS (en bas) de la poudre W360.

La distribution de la taille des particules et la sphéricité de la poudre ont été mesurées à l'aide d'un Sympatec QIPIC/LO2 avec Rodos et Vibri comme modules de dispersion. Les résultats sont rassemblés dans la Figure 25 et le Tableau 11. On peut affirmer que les deux produits remplissent les conditions pour être déposés par LPBF (sphéricité proche de 1) avec une taille moyenne des particules de poudre de 32 µm.

Tableau 11 : Distribution de la taille des particules et sphéricité de la poudre de W360.

Dv(10) (μm)	21.25	S (10)	0.66
Dv(50) (μm)	32.05	S (50)	0.81
Dv(90) (μm)	45.77	S (90)	0.90





Figure 25 : Distribution de la taille des particules (en haut) et facteur de forme (en bas) en fonction de la taille des particules de la poudre de W360.

Caractérisation microstructurale

Dans cette partie, les défauts de production seront étudiés avec la rugosité de surface et l'analyse des défauts internes, puis la macro et la microstructure seront analysées.

Méthodes

La rugosité de surface a été mesurée à l'aide d'un microscope numérique (Keyence) avec le mode de cartographie 3D. Pour la caractérisation de la santé du matériau et de la microstructure, les sections transversales des échantillons ont été observées à l'aide d'un microscope optique Olympus PMG3 et d'un microscope électronique à balayage (MEB) ZEISS EVO HD15LS couplé à détecteur à dispersion d'énergie X (EDX ; Oxford). La préparation des échantillons s'est faite en plusieurs étapes, commençant par un polissage mécanique automatique (Mecatech 334) et se terminant par des papiers à grains SiC P4000. Les étapes finales de polissage ont été réalisées à l'aide de solutions de diamant colloïdal (3 μ m, 1 μ m) et de solutions de polissage aux oxydes (OPS). Un réactif d'attaque Nital (97 ml d'éthanol, 3 ml d'acide nitrique) a permis de révéler la microstructure. L'analyse quantitative des images a été réalisée à l'aide du logiciel d'analyse d'images Fiji [1]. Les spectres DRX ont été enregistrés à l'aide d'une machine Philips X'PERT, utilisant la radiation Cu-K α avec une longueur d'onde de 1,540598 Å et un détecteur (PSD) (acquisition dans un angle circulaire de 8°). Les échantillons ont été balayés de 20° à 90° avec un pas de 0,022° et 2000 s par pas.

Résultat : Composition



La composition de l'échantillon tel que construit a été mesurée par un spectromètre OES Foundry Master Spark (Oxford). Six mesures ont été effectuées, et le résultat est présenté dans le Tableau 12. A l'exception de la présence de tungstène, la composition est conforme à celle donnée par Böhler.

(w%)	Fe	С	Si	Mn	Cr	Мо	V	W
Poudre (Böhler)	Bal.	0.5	0.2	0.25	4.5	3	0.55	/
Isobloc (Böhler)	Bal.	0.5	0.2	0.25	4.5	3	0.6	/
Ac huilt I DBE (ovn)	91.05 ±	0.459 ±	0.181 ±	0.207 ±	4.42 ±	2.83 ±	0.582 ±	0.128 ±
AS-DUIL LPDF (exp)	0.02	0.004	0.003	0.002	0.02	0.01	0.002	0.004

Tableau 12 : Composition des matériaux (pourcentage massique).

Résultat : Santé matière

<u>Rugosité</u>

Les échantillons ont été construits avec une stratégie de balayage en damier. Un exemple de la mesure de la rugosité sur un îlot (couche supérieure) est montré à la Figure 26. Les résultats donnent une moyenne de rugosité arithmétique moyenne de 17.4 μ m. Cette valeur se situe dans la fourchette supérieure de la littérature et peut être diminuée en changeant de stratégie et en optimisant les paramètres laser [2]–[6].



Figure Micrographie de la surface (à gauche), analyse de surface 3D (à droite).

Analyse des défauts

Les surfaces polies ont été observées pour étudier la santé matière. Le résultat de cette étude est présenté à la Figure 26. Certains pores sont visibles dans la partie massive, et d'autres sont alignés dans les directions de construction. Ces derniers peuvent être expliqués par une stratégie de contournement [7][8]. En outre, quelques microfissures sont observées dans la zone supérieure, notamment dans la dernière couche. Les aciers à outils, tels que AISI M2 et AISI M50, dont les compositions sont proches du W360, sont bien connus pour être sujets à la fissuration. Pour éviter la fissuration, il faut réduire le gradient thermique en préchauffant la plaque de construction [9]–[11]. Les fissures observées dans la dernière couche peuvent résulter d'une



histoire thermique différente de celle de la zone principale. En raison de l'effet de surépaisseur, ces défauts seront éliminés par usinage ; ils ne devraient donc pas être nuisibles.



Figure 26 : Micrographie optique mettant en évidence les pores (à gauche), Micrographie MEB de la section transversale de la surface supérieure. Les flèches rouges mettent en évidence les microfissures (à droite).

Une analyse quantitative a également été réalisée. Environ 22 mm² dans chaque plan ont été analysés, et seuls les défauts dont le diamètre équivalent était supérieur à 0,7 µm ont été pris en compte. Les résultats statistiques sont résumés dans le En conclusion, certains défauts classiques du LPBF sont détectés. Cependant, la densité élevée et le petit diamètre des défauts prouvent l'excellente santé du matériau, conformément aux résultats de la littérature LPBF.

Tableau 13, prouvant l'excellente santé du matériau. Les défauts anguleux conduisent à une concentration de contraintes qui favorise l'initiation de fissures ; par conséquent, les défauts ont été séparés en défauts circulaires (circularité > 0,9) et non circulaires. La répartition de ces défauts en fonction de leur taille est représentée sur la Figure 27. 99 % des défauts circulaires ont un diamètre moyen inférieur à 15 μ m, alors que seulement 80 % des pores non circulaires présentent cette taille. Les défauts non circulaires sont moins abondants mais ont un diamètre équivalent plus important.

En conclusion, certains défauts classiques du LPBF sont détectés. Cependant, la densité élevée et le petit diamètre des défauts prouvent l'excellente santé du matériau, conformément aux résultats de la littérature LPBF.

Densité surfacique moyenne	99.86 ± 0.06 %
Diamètre moyen des défauts	5 ± 6 μm

Tableau 13 : Analyse statistique de la population des défauts.



Diamètre maximum des défauts	76 μm
Nombre de défauts circulaires/non circulaires	1092/647



Figure 27 : Répartition des défauts en fonction de leur taille.

Résultats : macro et microstructure

La macrostructure des échantillons a été observée par microscopie optique (Figure 28). Les bains de fusion peuvent être facilement distingués. Cette macrostructure est typique de celle attendue pour des échantillons LPBF. Le zoom sur la couche supérieure montre qu'elle diffère du cœur de l'échantillon. Cette différence d'attaque chimique prouve une différence dans la microstructure ou la composition de cette dernière couche. Aucune raison spécifique ne peut expliquer une composition différente dans la dernière couche. En revanche, l'absence de refonte et de traitement thermique ultérieur provoquée par la construction de la couche supérieure implique une histoire thermique différente de cette couche ce qui peut conduire à une microstructure différente.





Figure 28 : Macrostructure des échantillons en présence du bain de fusion suivant les différents plans d'observation. Les images du bas correspondent au zoom sur la couche supérieure.

Les dimensions du bain de fusion ont été mesurées à partir de cette dernière couche. Les résultats sont présentés dans le Tableau 14. Les bains de fusion sont isotropes, et le rapport hauteur/largeur important témoigne d'un mode de fusion en « *keyhole* » [12][13]. Le mode *keyhole* est dû à une densité d'énergie élevée qui peut conduire à une porosité au bas du bain de fusion [12][13]. Habituellement, le mode de conduction est considéré comme préférable ; cependant, dans ce cas précis, une bonne santé du matériau a été constatée ; par conséquent, le mode *keyhole* n'a pas d'impact négatif sur la production.

	XZ plan	YZ plan
Hauteur du bain	190 ± 20 μm	186 ± 15 μm
Largeur du bain	86 ± 9 μm	96 ± 10 μm
Ratio hauteur/demi-largeur	~4.4	~3.9

Tableau 14 : Dimensions des bains de fusion.

À plus fort grossissement, les bains de fusion révèlent une microstructure cellulaire. Cette microstructure est typique de la plupart des échantillons LPBF. Cependant, l'acier martensitique LPBF peut présenter une structure soit cellulaire, soit en forme d'aiguille. La structure en forme d'aiguille peut être due à un traitement thermique *in situ* conduisant à une structure plus homogène [10], [14]. Comme illustré sur la Figure 29, les cellules près des limites du bain de fusion ou près du bord de l'échantillon n'ont pas une taille homogène. Pour un alliage donné, la taille des cellules est liée aux vitesses de refroidissement pendant la solidification. Cette différence dans la taille des cellules implique des vitesses de refroidissement différentes [15]. La taille moyenne des cellules est de $0,7 \pm 0,3$ µm ce qui est en accord avec les valeurs mentionnées dans la littérature pour différents alliages. Ces petites tailles de cellules ne nous permettent pas de mesurer le gradient de composition impliqué par la structure cellulaire. Mais une observation



attentive des cœurs de cellules a révélé des éléments en forme d'aiguilles ou de lattes, typiques des microstructures martensitiques.



Figure 29. Micrographie MEB de la microstructure cellulaire. Les lignes pointillées correspondent à une modification de la microstructure à la limite du bassin de fusion (à gauche) ou au bord de l'échantillon (effet de contour, à droite).

La diffraction des rayons X a permis d'étudier la structure cristallographique de cet alliage (Figure 30). Le W360 est un acier martensitique. Aucune austénite résiduelle n'a été détectée avec cette technique. La présence du double pic pour le plan (110) suggère la présence des phases ferrite et martensite. Un schéma similaire a été observé pour l'acier AISI M50 tel que construit (avec une composition proche de W360) [11]. La phase martensite tétragonale peut être transformée *in situ* en ferrite cubique centrée et en carbures par la chaleur induite par la construction des couches supérieures. Une autre hypothèse est la ségrégation chimique aux bords des cellules qui peut conduire à une structure cristallographique différente, indéterminée pour le moment.



Figure 30 : Spectre DRX : la phase est indexée comme cubique centrée.

En conclusion, une excellente santé matière ainsi qu'une microstructure conforme à la littérature ont été observées.

Caractérisation des propriétés mécaniques

Interreg Sudoe

Cette partie permettra d'étudier les propriétés mécaniques à température ambiante et à des températures élevées. La dureté, la traction et le comportement au choc seront étudiés.

Méthodes

La dureté Vickers macro et micro a été mesurée à l'aide de l'équipement Zwick/Roell ZHV2.5 avec une charge de 10 kg (HV₁₀) et de 0,2 kg (HV_{0.2}). Tous les essais ont été réalisés selon la norme EN ISO 6507-1. La dureté globale a été mesurée avec 30 empreintes (microdureté), tandis que 300 empreintes sur chaque plan ont été enregistrées pour la microdureté. Les essais de traction ont été réalisés à l'aide d'une machine de traction électromécanique Instron 5892 avec un mode de contrôle du déplacement de la traverse (2 mm/min conduisant à une vitesse de déformation approximative de 2×10^{-3} s⁻¹) sur une éprouvette en forme d'altère d'une longueur de 35 mm et d'une section transversale de 5×3 mm². Avant les essais de traction, les échantillons ont été polis avec du papier SiC P600 pour éliminer les rugosités excessives et permettre une mesure fiable des sections transversales des échantillons. La mesure de la contrainte a été effectuée avec un extensomètre vidéo numérique. Les contraintes élastiques ne sont pas faciles à déterminer ; la transition élastoplastique a été déterminée en utilisant une contrainte à 0,2% de déformation. Les essais de résilience Charpy ont été réalisés sur des échantillons bruts de 2,5 x 10 mm, entaillés en V, à l'aide d'un équipement Zwick HIT 50P avec un pendule de 50 Joules.

Résultats : dureté

Différentes mesures de dureté ont été effectuées, comme indiqué dans le Tableau 15. Une filiation d'indents a été effectuée, et aucune variation près du bord ou dans l'épaisseur de l'échantillon n'a été remarquée. Une valeur de macro-dureté élevée a été mesurée. Cependant, cette valeur à l'état brut est légèrement inférieure à celle attendue après le traitement thermique (590-630 HV) indiqué par le fournisseur de la poudre [16]. Une faible anisotropie entre les plans verticaux et horizontaux a été mesurée, indiquant un comportement mécanique macroscopique isotrope. Un effet *upskin* explique la valeur plus élevée mesurée dans la première couche. Cette première couche n'a été ni refondue ni retraitée thermiquement. Le fournisseur suggère que le traitement thermique pourrait améliorer la valeur de la dureté globale.

	Plan XY	Plan XZ	Plan YZ		
Macro-dureté		$550 \pm 30 \text{ HV}_{10}$			
Micro-dureté	678 ± 41 HV _{0.2}	648 ± 31 HV _{0.2}	644 ± 47 HV _{0.2}		
Couche supérieure	/	819 ± 54 HV _{0.2}			

Tableau 15 : Mesures de dureté.

Résultats : Essais de traction

Les propriétés de traction ont été étudiées à température ambiante sur des échantillons bruts de fabrication. La direction de la construction a un impact important sur la surface de l'échantillon, comme illustré sur la Figure 31. Les échantillons construits horizontalement

Interreg Sudoe

présentent une rugosité de surface qui n'est pas homogène : la surface inférieure est plus rugueuse que la surface supérieure. Des courbes de contrainte-déformation conventionnelles ont été enregistrées (cf. Figure 32), montrant une très faible ductilité. Les propriétés ont été extraites des courbes et sont présentées dans le Tableau 16. Contrairement à la dureté, où une faible anisotropie a été enregistrée, les propriétés en traction sont anisotropes et plus faibles pour les échantillons construits horizontalement. La forte rugosité de surface de ces derniers peut influencer les propriétés. Même si la limite d'élasticité et la résistance en traction sont élevées, elles sont légèrement inférieures à celles données par Böhler [16]. Cependant, les valeurs de référence sont mentionnées pour des échantillons traités thermiquement ; par conséquent, en considérant les propriétés telles que construites, les échantillons LPBF devraient atteindre les propriétés visées après traitement thermique.



Figure 31 : Courbes de contrainte-déformation d'échantillons construits verticalement et horizontalement (à gauche), image d'éprouvettes de traction (à droite).

Tableau 16 : Propriétés de traction des éprouvettes brutes, extraites des	s courbes de la Figure 31. Une comparaison
des propriétés mécaniques atteignables de l'échantillon LPBF traité ther	rmiquement selon Böhler [16] est donnée.

	Re exp (MPa)	Re Böhler (MPa)	Rm exp (MPa)	Rm Böhler (MPa)	А% ехр	A% Böhler
Vertical	1189 ± 52	1500- 1670	1552± 52	1970- 2010	2,4±1,6 %	6,6-8,1%
Horizontal	940 ±61		1140±61		1,5±1,7 %	

Des essais de traction ont aussi été réalisés à 300°C sur des éprouvettes produites verticalement. Les échantillons ont été testés sur des éprouvettes brutes de fabrication (non traitées thermiquement et non usinées/polies). Les essais sont reproductibles et ont donné un Re = 1235±54 MPa, Rm = 1665±2 MPa, A% = 2.4±0.9%. Les propriétés mécaniques obtenues à température ambiante sont donc conservées à 300°C.

Résultats : Propriétés d'impact mesurées par essai Charpy.

Les propriétés d'impact ont été mesurées à température ambiante sur un échantillon brut par essai d'impact Charpy. Comme pour les propriétés de traction, les échantillons horizontaux



présentent des valeurs plus faibles. Il est essentiel de noter que ceux-ci ne respectent pas parfaitement les dimensions théoriques. Les échantillons verticaux ont presque atteint les propriétés théoriques. Par conséquent, les propriétés devraient être atteinte après les traitements thermiques. Les images MEB après la rupture (Figure 32) ont révélé un comportement fragile et la surface de rupture semble influencée par les limites de bains de fusion.

 Tableau 17 : Valeurs de résilience des éprouvettes brutes. Une comparaison de la résilience atteignable de l'échantillon LPBF traité thermiquement donnée par Böhler [16] est réalisée.

	Vertical	Horizontal	TT Böhler [16]
Géométrie	ASTM róduito 2 5 v 1	ASTM 10 x 10 mm,	
d'éprouvette	ASTIVITEDUILE 2.5 X 1	entaille en V	
Résilience (J/mm²)	9.52 ± 1.08 J/cm ²	7.79 ± 1.06 J/cm ²	10-17 J/cm ²



Horizontal samples

Vertical samples

Figure 32 : Fractographies des éprouvettes de résilience.

Etude des possibilités de traitements thermiques

Dans cette partie, l'influence des traitements thermiques sera étudiée par analyse thermique différentielle et dilatométrie. Le diagramme des transformations en refroidissement continu sera établi et comparé à celui donné par Böhler pour le W360 conventionnel.

Méthodes

Les transformations de phase ont été étudiées pour examiner l'influence de la microstructure initiale (LBPF) par rapport au matériau conventionnel sur le traitement thermique. Un diagramme de transformation à refroidissement continu a été établi par dilatométrie. Ces expériences ont été réalisées sur une machine DIL L78 Q (Linseis) sur des cylindres de 4 mm de diamètre et de 10 mm de longueur. Avant la mesure, l'atmosphère du four a été purgée deux fois jusqu'à 2x10⁻² mbar, puis remplie d'Argon. La température a été contrôlée à l'aide d'un thermocouple de type K soudé sur l'échantillon. La rampe de chauffage est de 15 °C/min, et les échantillons ont été homogénéisés à 1050 °C pendant 30 min, puis refroidis à différentes



vitesses de refroidissement (de 0,7 à 360 °C/min). En outre, des mesures d'analyse thermique différentielle (ATD) ont été effectuées avec une vitesse de chauffage et de refroidissement égale (5 °C et 15 °C, en maintenant 1050 °C pendant 30min) sous un flux d'argon de 40 ml/min sur des échantillons d'environ 80 mg.

Résultats : Dilatométrie

Pendant la mesure dilatométrique, la variation de longueur est enregistrée (courbe bleue). Un exemple de résultat (segment de chauffage) est présenté sur la Figure 34. La transformation de phase apparaît comme une « vague » sur la courbe, tandis que les autres modifications microstructurales correspondent à une modification de la pente. Pour les détecter, on peut utiliser la dérivée (courbe orange). Lors du chauffage de la phase martensite, des carbures η -Fe₂C peuvent apparaître entre 100 et 200 °C, les carbures ϵ -Fe₂C peuvent apparaître seuls jusqu'à 250 °C puis simultanément avec les carbures θ -Fe₃C (cémentite), et au-dessus de 450 °C seul les carbures θ -Fe₃C demeurent. Les précipitations à plus haute température correspondent à des carbures non ferreux [17]–[20]. La température de Curie peut également être mesurée par dilatométrie [21]. Ces transformations sont également capturées par notre mesure (Figure 33).



Figure 33 : Exemple d'analyse de la courbe de dilatométrique.

Pendant les segments de refroidissement, plusieurs transformations de phase ont été observées en fonction des vitesses de refroidissement. Les courbes avec les transformations de phase et les micrographies associées sont présentées dans la Figure 71.


Figure 34 : Courbes dilatométriques pour différentes vitesses de refroidissement et leurs micrographies associées.

A partir de ces courbes, un diagramme TRC modifié est dessiné et comparé à celui fourni par Böhler pour les matériaux conventionnels (Figure 36). La dureté à chaque vitesse de refroidissement a été mesurée et comparée aux données de Böhler (pour les matériaux corroyés conventionnels) dans le Tableau 31. L'étape d'austénitisation des échantillons LPBF a été réalisée dans les conditions indiquées par le diagramme TRC de Böhler. Les échantillons LPBF présentent un décalage des transformations de phase vers la gauche par rapport au matériau conventionnel. Cela peut s'expliquer par l'étape d'homogénéisation peut-être pas adaptée aux échantillons LPBF (structure cellulaire) et/ou par la légère différence de composition. Les échantillons martensitiques présentent une dureté plus faible que les échantillons conventionnels. La dureté aux autres vitesses de refroidissement est également plus faible, mais la différence dans les proportions des phases peut l'expliquer.





Figure 35. Diagramme TRC. Lignes noires : Données de Böhler [22], lignes colorées : mesures expérimentales.

	Dureté (HV5)	Dureté (HV10)
	Expérimental	Böhler [22]
360°C/min (6°C/s)	703 ±16 HV	750 HV
180°C/min (3°C/s)	676 ± 4 HV	750 HV
60°C/min (1°C/s)	645 ± 24 HV	740 HV
8°C/min	492 ± 12 HV	580 HV
1,5°C/min	348 ± 20 HV	500 HV
0,67°C/min	212 ± 8 HV	450 HV

Tableau 18. Valeurs de dureté obtenues pour différentes vitesses de refroidissement.

Résultats : Analyse thermique différentielle (ATD)

À partir de la différence de température entre un échantillon et la référence (creuset vide), le flux thermique peut être calculé par ATD pendant le chauffage et le refroidissement. Diverses transformations de phase ont été enregistrées, comme décrit dans la Figure 36.



Figure 36 : Courbes d'ATD pour différentes vitesses de chauffage/refroidissement.

Résultats : Comparaison des deux méthodes

Les transformations de phase mesurées par ATD et dilatométrie (15 °C/min) pendant le chauffage ont été comparées. Des méthodes similaires ont été appliquées pour le refroidissement avec l'ATD (5 et 15 °C/min) et la dilatométrie (8 °C/min). Les résultats sont donnés dans le Tableau 19 et sont comparés aux résultats théoriques de la littérature [17]–[20] pour le chauffage et au diagramme TRC pour le refroidissement [22]. Même si les mêmes transformations ont été détectées pour les deux méthodes, la dilatométrie rend la température de transformation du refroidissement plus précise. En considérant la température de transformation de la phase au chauffage, les courbes d'ATD montrent un certain bruit pour les



basses températures (moins de 250 °C), ce qui correspond à des difficultés à suivre la température de consigne. En revanche, pour les températures plus élevées, l'écart-type est plus faible que celui de la dilatométrie. L'ATD semble donc ici plus précise. En conclusion, les deux méthodes sont cohérentes entre elles et avec les valeurs de référence.

Transformation	ATD	Dilatométrie	Références
Précipitation des carbures η/ϵ (chauffage)	/	282±17°C	100-250°C
Décomposition de l'austénite résiduelle (chauffage)	/	/	~280°C
Précipitation des carbures θ (Fe₃C) (chauffage)	313±17°C	419±53°C	250-450°C
Précipitation des carbures K ₁ (chauffage)	729±1°C	704±6°C	?
Température de Curie (chauffage)	766±2°C	760±11°C	~750-760°C
Austénitisation (chauffage)	842±9°C	846±7°C	835±25°C
Température de Curie (refroidissement)	756 ± 4°C	758°C	~750-760°C
Perlite (refroidissement)	/	/	Х
Bainite (refroidissement)	400 ± 35°C	382	~370°C
Martensite (refroidissement)	325 ± 86°C	175	180°C

Tableau 19 : Comparaison des transformations de phase mesurées par ATD et dilatométrie avec les références
(littérature pour le chauffage, diagramme TRC pour le refroidissement).

Conclusions et perspectives

L'acier W360 a été produit par le procédé LPBF. Des échantillons directement as-built ont été analysés. Une excellente santé matière a été mesurée avec une densité très élevée (>99,8 %). Certains défauts, tels que des fissures et des pores, sont liés à la stratégie de contournage et à l'effet upskin et seront éliminés lors de l'usinage de la pièce finale. Une microstructure cellulaire a été observée avec des cellules très fines (environ 0,7 µm). Cette microstructure submicronique devrait être étudiée par TEM à l'avenir pour obtenir plus de détails, notamment sur la ségrégation des éléments. En ce qui concerne les propriétés mécaniques, les propriétés de traction et d'impact des échantillons bruts sont déjà élevées. Elles n'atteignent pas les propriétés des pièces usinées et post-traitées thermiquement mais sont très prometteuses. À l'avenir, les propriétés mécaniques des échantillons traités thermiquement devraient être étudiées. Enfin, les possibilités de traitement thermique ont été explorées par ATD et dilatométrie. Un diagramme TRC modifié a été établi, et les domaines de transformation semblent déplacés vers des vitesses de refroidissement plus élevées. Par conséquent, le traitement thermique standard (pour les matériaux conventionnels) semble inapproprié pour les matériaux LPBF. Plus spécifiquement, dans une future étude, une attention particulière devrait être portée sur l'étape d'homogénéisation : la microstructure cellulaire initiale peut nécessiter une température plus élevée ou une étape plus longue pour disparaître.

Pilote SP1-MEUPE/INESPASA



Pour le développement de ce pilote, deux alliages d'aluminium différents ont été étudiés : l'AlSi10Mg et le Scalmalloy.

Caractérisation du matériau brut

Les poudres utilisées pour ce pilote n'ont pas été caractérisés dans leur forme brute. En effet, l'objectif principal est de caractériser et d'optimiser les propriétés électriques et thermiques des deux matériaux à l'état massif. Les fiches matières délivrées par le fabriquant de poudre (écoulement, distribution de taille de particules...) ont été utilisées. Le Scamalloy a été produit par Toyal et l'AlSi10Mg par LPW.

Caractérisation microstructurale

Dans cette partie, les analyses de microstructure de deux alliages d'aluminium, AlSi10Mg et Scalmalloy, fabriqués par LPBF seront présentées.

Tous les échantillons d'AlSi10Mg présentaient une faible porosité (moins de 0,5 %). Ce même résultat a été obtenu pour la première fabrication du Scalmalloy. Cependant, après avoir effectué une seconde production avec des paramètres de procédé optimisés, la teneur en porosité du Scalmalloy a été réduite avec des valeurs proches de 0,1 % (Tableau 20).

	Matériau	Traitement thermique	Porosité (%)	Dureté (HV 0.2)
	AlSi10Mg	Non	0,43	
	AlSi10Mg	325 °C /4h	0,39	
	Scalmalloy	Non	0,34	
	1	325 °C /4h	0,56	

Tableau 20 : Porosité dans les deux alliages AlSi10Mg et Scalmalloy.



	Scalmalloy	Non	0,13	113
	2	325 °C /4h	0,10	173

Une étude microstructurale de chaque matériau a été réalisée avec des échantillons LPBF bruts et traités thermiquement. La structure dendritique (cellulaire) de l'AlSi10Mg brut disparait après le traitement thermique et forme des particules équiaxes, plus grandes en taille et avec une morphologie sphérique (Figure 37). Ce changement est généralement motivé par la formation de phases de Mg2Si [23].



Figure 37 : Microstructures FEG-SEM de l'ALSi10Mg à l'état brut (gauche) et traité thermiquement (droite).

Le Scalmalloy brut présente une microstructure très fine et homogène (Figure 38). Le Scalmalloy brut a une structure de grains fine comprenant des grains équiaxes ultrafins ainsi que des grains colonnaires plus raffinés par rapport aux autres alliages d'aluminium [24]. Le Scalmalloy présente une structure cristalline FCC comme on peut le voir sur le diffractogramme (Figure 39).

Après traitement thermique, des précipités enrichis en Mg, Sc et Zr sont formés sur les bords et à l'intérieur des grains (Figure 38 et Figure 39). D'autres auteurs ont également trouvé des particules nanométriques de Al₃Sc et des précipités Al₃Sc après traitement thermique du Scalmalloy [24].





Figure 38 : Microstructures FEG-SEM de l'alliage Scalmalloy brut de fabrication (à gauche) et traité thermiquement (à droite).



Figure 39 : X Diffractogramme à rayons X du Scalmalloy brut de fabrication (en haut) et traité thermiquement (en bas).

La microstructure est bimodale ou duplex, constituée de régions de grains très fins situées aux bords des bains et à leurs bases, (Figure 40 et Figure 41). Cette structure bimodale est une caractéristique des alliages d'aluminium dont la chimie a été modifiée par l'ajout d'éléments Sc ou Zr [25], [26], [35], [27]–[34]. Les grains très fins ont une géométrie plutôt équiaxe et sont de taille sub-micrométrique. Les grains plus gros sont de forme colonnaire. En effet, dans une coupe XZ, ils sont allongés dans le sens de la fabrication, et dans une coupe XY, ils ont une section équiaxe avec un diamètre de l'ordre du micromètre. Les grains étant très petits, l'analyse EBSD n'a pas permis une indexation totale de la structure, notamment dans les zones où les grains sont les plus fins.



Figure 40 : Analyse EBSD du Scalmalloy brut obtenu par procédé LPBF.



Figure 41 : Analyse EBSD du Scalmalloy obtenu par procédé LPBF et traité thermiquement.

Caractérisation des propriétés mécaniques

Des essais de microdureté (HV0.1) ont été réalisés sur des alliages AlSi10Mg et Scalmalloy traités et non traités. A l'état non traité, l'alliage AlSi10Mg a une dureté plus élevée en partie due à son réseau cellulaire. À l'état non traité, le matériau présente une structure cellulaire constituée de cellules d'aluminium entourées d'un eutectique riche en silicium. La solution solide est sursaturée en Si. Cependant, après traitement thermique, le Scalmalloy (Al-Mg-Mn-Sc-Zr) est beaucoup plus dur en raison de la formation des précipités durcissants.





Figure 42 : Valeurs moyennes de dureté obtenues pour l'AlSi10Mg et le Scalmalloy.

Analyses de la conductivité électrique et thermique

> Conductivité électrique

La méthode d'essai a été adaptée de la norme suivante IEC 468 (1974) "Méthode de mesure de la résistivité des matériaux métalliques". Les mesures ont été effectuées à une température de 20 °C \pm 2 °C, et à 50 \pm 10 % d'humidité relative. La méthode de mesure est la méthode à 4 fils.



Figure 43 : Mesure de la résistance de l'éprouvette par la méthode des 4 fils.

Le diamètre des éprouvettes a été mesuré en 12 points sur leur longueur afin de calculer leur section transversale moyenne. Cependant, en raison de la rugosité du matériau et de la méthode de mesure, les valeurs mesurées correspondent à une mesure "pic à pic" du diamètre. Par conséquent, la section transversale des spécimens est indubitablement surestimée. Cette surestimation de la section transversale conduira mathématiquement à une surestimation de la résistivité et à une sous-estimation de la conductivité.

Les diamètres ont été mesurés pour les différentes éprouvettes. Le Tableau 21 présente les résultats pour les échantillons AlSi10Mg traités thermiquement.

Tableau 21 : Diamètres des échantillons AlSi10Mg traités thermiquement.


Nombre	Spécimen	Spécimen 2	Spécimen 3
1	1,086	1,096	1,08
2	1,13	1,102	1,126
3	1,065	1,162	1,165
4	1,127	1,143	1,122
5	1,079	1,11	1,121
6	1,157	1,135	1,187
7	1,168	1,109	1,127
8	1,094	1,164	1,105
9	1,109	1,08	1,127
10	1,194	1,174	1,113
11	1,104	1,104	1,162
12	1,048	1,038	1,119
Moyenne (mm)	1,11	1,12	1,13
Médiane (mm)	1,11	1,11	1,12
Ecart type (mm)	0,04	0,04	0,03

La résistance électrique de chaque éprouvette est mesurée par la méthode des 4 fils. Un courant fixe (1A) passe à travers l'échantillon, et la différence de potentiel générée est mesurée entre deux points de l'échantillon, éloignés des prises de courant. La mesure est effectuée à l'aide d'un micro-ohmmètre AOIP OM 21. L'équipement de mesure calcule automatiquement la résistance. Le courant est appliqué en mode alternatif : le sens du courant est alterné, et la valeur mesurée est la résistance moyenne pour les deux sens de circulation du courant. Cela permet d'éviter les courants parasites (courants thermoélectriques, etc.). Le courant est envoyé en mode pulsé pour limiter l'échauffement de l'éprouvette. La distance entre les deux prises de potentiel est mesurée à l'aide d'une règle.

$$\rho = R \times \frac{S}{l}$$

ρ : résistivité [Ω.m]

R : résistance mesurée [Ω]

S : aire de la section des éprouvettes [m²].

I : longueur standard [m].

Les résultats des mesures de résistance électrique par la méthode des 4 fils sur les quatre références de matériaux sont donnés dans le Tableau 22. La conductivité électrique des matériaux est indiquée dans le Tableau 23.

	Spécimen	Longueur standard (longueur entre deux mesures) (mm)	Résistance mesurée (mΩ)
AlSi10Ma traitá	1	85,5	4,805
thormiquomont	2	79	4,420
thermiquement	3	78	4,301
AlSi10Mg	1	80	5,99
	2	74,5	5,659



	3	74	5,620
Scalmallov traitá	1	78	7,423
thermiquement	2	71,5	6,917
thermiquement	3	71,5	6,866
Scalmalloy	1	78	9,27
	2	71,5	8,47
	3	71	8,402

Tableau 23 : Valeurs de résistivité et de conductivité de l'alliage AlSi10Mg et du Scalmalloy.

Spécimen	Spécimen	Résistivité (Ohm.m)	Conductivité (S.cm ⁻¹)
	1	5,47,10 ⁻⁸	1,83,10 ⁵
	SpecimenSpecimenraité thermiquement123Moyenne123Moyenne123Moyenne3123Moyenne312353Moyenne333Moyenne33Moyenne333Moyenne333Moyenne3	5,49,10 ⁻⁸	1,82,10 ⁵
AlSi10Mg traité thermiquement	3	5,53,10 ⁻⁸	1,81,10 ⁵
	Moyenne	5,5,10 ⁻⁸	1,82,10 ⁵
	1	7,13,10 ⁻⁸	1,40,10 ⁵
	2	7,37,10 ⁻⁸	1,36,10 ⁵
AlSi10Mg	3	7,24,10 ⁻⁸	1,38,10 ⁵
	Moyenne	7,3,10 ⁻⁸	1,38,10 ⁵
	1	9,73,10 ⁻⁸	1,03,10 ⁵
	2	1,00,10 ⁻⁸	1,00,10 ⁵
Scalmalloy traité thermiquement	3	9,87,10 ⁻⁸	1,01,10 ⁵
	Moyenne	9,9,10 ⁻⁸	1,01,10 ⁵
	1	12,1,10 ⁻⁸	0,83,10 ⁵
	2	12,1,10 ⁻⁸	0,83,10 ⁵
Scalmalloy	3	12,1,10 ⁻⁸	0,83,10 ⁵
	Moyenne	12,1,10 ⁻⁸	0,83,10 ⁵

> Conductivité thermique

Les analyses de la conductivité thermique d'AlSi10Mg et de Scalmalloy effectuées entre la température ambiante et 200 °C sont présentées à la Figure 44. La conductivité des deux alliages d'aluminium augmente après le traitement thermique. Dans le cas de l'AlSi10Mg, la conductivité (K) est constante, mais le K du Scalmalloy augmente linéairement avec la température. La solidification rapide dans les procédés de FAM produit une structure cellulaire de taille nanométrique et un réseau sursaturé qui donnent une diffusivité thermique et une conductivité thermique relativement faibles, mais lors du traitement thermique, une grande quantité de précipités riches en Sc et en Zr réduisent les propriétés de transfert de chaleur des échantillons produits par FAM [36]. En comparant les deux alliages d'aluminium, on peut observer que l'AlSi10Mg a une conductivité plus élevée que le Scalmalloy, ce qui est lié à la microstructure plus homogène de l'AlSi10Mg due à un nombre inférieur d'éléments d'alliage.





Figure 44 : Conductivité thermique pour l'AlSi10Mg et le Scalmalloy bruts et traités thermiquement.

L'effet de l'orientation de fabrication sur les propriétés thermiques a été analysé. Dans la Figure 45, on peut voir que la conductivité est isotrope car elle reste constante quelle que soit la direction de fabrication (Z ou XY).



Figure 45 : Conductivité thermique pour le Scalmalloy brut et traité thermiquement dans les deux orientations de fabrication, direction de construction (Z) et perpendiculaire à la direction de construction (XY).

Enfin, l'effet de la porosité du matériau a été analysée (Figure 47). Les échantillons avec moins de porosité (seconde production) présentent une conductivité plus élevée en raison de centres de dispersion plus bas et donc d'un transfert de chaleur plus élevé.





Figure 46 : Résultats de la conductivité thermique pour des échantillons de Scalmalloy provenant de deux lots, DoE 1 (1^{ère} production) avec une porosité élevée et DoE 2 (2nd production) avec une faible porosité.

Analyses des propriétés mécaniques

Plusieurs plateaux ont été fabriqués afin d'obtenir assez d'éprouvettes afin de caractériser les propriétés mécaniques des deux matériaux (Figure 48). Afin d'analyser l'influence de l'état de Surface (rugosité), des éprouvettes brutes de fabrication et usinées ont été testées. L'influence d'un traitement thermique a aussi été étudié.



Figure 48. (gauche) vue schématique des plateaux d'éprouvettes de traction et fatigue (haut droite) plateau de Scalmalloy (bas droite) plateau d'AlSi10Mg.

La Figure 49 montre les résultats des tests de traction réalisés sur l'AlSi10Mg. En définitif 20 échantillons ont été analysés : as-built non traité thermiquement (TT) (x5), as-built TT (x5), usiné non TT (x5), usiné TT (x5). On peut noter que le TT adoucie le matériau : il améliore la ductilité mais diminue la résistance. Concernant l'état de Surface, l'usinage permet une légère amélioration des propriétés comparées aux échantillons sablés.





Figure 49. Propriétés mécaniques de l'AlSi10Mg traité et non traité thermiquement.

Concernant les échantillons de Scalmalloy (Figure 50), seuls des échantillons traités thermiquement ont été testés. Si on compare les propriétés pour deux états de Surface (sablé et usiné), il semblerait que la rugosité entrainerait une légère diminution des propriétés mécaniques.



Figure 50. Propriétés mécaniques du Scalmalloy® traité thermiquement

De plus les propriétés en fatigue du Scalmalloy (puisqu'il parait prometteur pour cette application grâce à sa faible conductivité thermique et ses meilleures propriétés mécaniques statiques) ont aussi été analysées. Sur la Figure 51 est tracée la courbe de fatigue (SN) de ce matériau pour deux conditions de surface usinée et sablée. Aucune grande variation n'est détectée entre les deux conditions de Surface. Les résultats sont reproductibles et la limite en fatigue a été mesurée à 220 MPa.





Figure 51. Courbe de fatigue du Fatigue curve of Scalmalloy® traité thermiquement

Simulation thermique et essais expérimentaux

L'UPV/EHU en collaboration avec FADA CATEC ont effectué des simulations thermiques de différentes géométries. Afin d'assurer la conformité des résultats, à l'état initial, le comportement thermique et la capacité à dissiper la chaleur ont été évalués expérimentalement. Ses résultats ont permis de définir le coefficient convectif des différentes surfaces.



Figure 52. Vues 3D des différentes géométries étudiées.

Comme montré sur la Figure 53, la température de chaque composant est mesurée grâce à une caméra thermique. Le composant est chauffé par l'arrière au moyen d'une lampe et le temps pour que le composant atteigne 85°C est mesuré ainsi que le temps de refroidissement.





Figure 53. Champs thermique expérimental mesuré durant le chauffage et le refroidissement.

Toutes les simulations ont été réalisées avec le logiciel Ansys Workbench 2021-R2 avec le module thermique transitoire. La chaleur induite par la lampe est définie comme une constante d'entrée pour toutes les simulations (3 200 W/m²). Les coefficients de convection et de dissipation de chaleur ont été déterminés expérimentalement. Les coefficients de convection obtenus sont synthétisés dans la Figure 54 et la comparaison entre l'expérimental et la simulation est montré dans la Figure 54.

Situation	Convection coefficient [W·m ⁻² K ⁻¹]
External natural	10
External Gyroid	4
Internal natural	1
Internal Forced	100

Figure 54. Coefficients de convection employés dans les simulations.



Figure 55. Comparaison entre le comportement expérimental et simulé des différents composants.

Conclusion et perspectives

- Le Scalmalloy semble mieux convenir aux exigences du pilote car ses propriétés mécaniques sont plus importantes tout en ayant une moins bonne conductivité thermique. En effet, la chaleur produite par le moteur aura plus de difficultés à atteindre la surface et donc à brûler l'opérateur.
- AlSi10Mg a la meilleure conductivité thermique et électrique. Cette conductivité thermique est diminuée par la présence de pores qui limitent le transfert thermique.
- Les résultats des simulations thermiques des différentes géométries sont en accord avec les résultats expérimentaux. Cette procédure sera utilisée pour le re-design de la pièce en fabrication additive définitive. Une simulation thermique sera réalisée pour valider cette procédure.

Pilote FR2-SOMOCAP

Caractérisation de la matière première

Tout d'abord, les fils polymère-métal ont été analysés.

Méthode

Les filaments fournis par Markforged ont été soumis à la même procédure de polissage que les échantillons massifs. Cependant, en raison de la petite taille des particules de poudre métallique dans les filaments, une étape supplémentaire de polissage avec une solution colloïdale

Interreg Sudoe

contenant des particules de silice de 0,25 μ m (OPS) a été ajoutée au processus. Les 12 micrographies optiques des échantillons de filaments ont été acquises aléatoirement à l'aide d'un microscope optique PMG3 d'Olympus à un grossissement de x20 et ont été capturées à l'aide du logiciel Archimed. Ces images ont ensuite été traitées à l'aide du logiciel libre de traitement d'images ImageJ [1] afin de déterminer la taille et le rapport de surface des particules métalliques qui sont liées au polymère. Les micrographies représentent une surface totale de 1,55 mm² analysée, et seules les particules métalliques d'un diamètre minimum de 0,2 μ m ont été prises en compte lors du traitement des images.

Résultats

Les poudres métalliques des filaments 17-4 PH et H13 étaient sphériques, avec une sphéricité moyenne de 0,79 \pm 0,26. Le filament 17-4 PH présentait des particules métalliques relativement plus petites, avec un diamètre moyen de 3,6 µm, par rapport au filament H13, qui était d'environ 4,6 µm. Les poudres métalliques sont visibles sur la Figure 47 et la Figure 48 sous forme de particules grises, tandis que la matrice polymère est visible en noir. Il est essentiel d'aborder l'interprétation des résultats de la taille des particules métalliques avec prudence, car la technique de préparation de la section métallographique peut ne pas représenter complètement la forme de la particule. Cette limitation peut entraver la capacité à effectuer une analyse approfondie de la charge métallique. Bien que l'élimination de la matrice par déliantage chimique ou thermique puisse être bénéfique, il n'était pas possible d'effectuer cette procédure en toute sécurité avec les équipements de laboratoire disponibles.



Figure 47 : Micrographies optiques du filament métal-polymère 17-4 PH fourni par Markforged a) avant attaque chimique b) après attaque chimique.

En outre, le rapport poudre métallique/polymère était plus élevé dans les filaments d'alliage H13 (46,2 \pm 0,7 %) que dans les filaments de 17-4 PH (41,2 \pm 0,7 %) d'après le traitement des micrographies optiques. Comme les deux familles d'acier, 17-4 PH et H13, sont des aciers martensitiques, les particules métalliques dans les échantillons de filaments ont présenté une microstructure similaire à la martensite après attaque chimique (Figure 47 and Figure 48).



Figure 48 : Micrographies optiques du filament métal-polymère H13 fourni par Markforged a) avant attaque chimique b) après attaque chimique.

Santé matière

Méthode

La préparation des échantillons a consisté en un enrobage à froid dans une résine et en une série de polissages à l'aide de papiers en carbure de silicium (SiC), du grain 800 au grain 4000. Cette opération a été suivie d'un polissage avec une solution comprenant des particules de diamant de 3 et 1 µm et d'un nettoyage par ultrasons pendant au moins 10 minutes. Après ces étapes, les échantillons ont été attaqués au réactif Kalling's No 2 ou Nital 3 % pendant environ 30 secondes pour révéler leur microstructure. Le réactif Kalling's No. 2 est une solution de chlorure de cuivre (CuCl₂), d'acide chlorhydrique (HCl) et d'éthanol (C₂H₆OH) qui est utilisée pour les aciers rapides et les aciers inoxydables (17-4 PH dans ce cas). En revanche, le Nital 3 % est une solution d'acide nitrique (HNO₃, pur à 68 %) diluée dans de l'éthanol (C₂H₆OH) compatible avec le H13, moins riche en chrome. Les échantillons frittés ont également été observés de manière similaire à l'aide d'un microscope optique et d'un logiciel de traitement d'images, comme mentionné ci-dessus. Cependant, cette fois, l'accent a été mis sur la détermination de la porosité et de la taille des pores plutôt que sur la densité du métal. Les images optiques capturées à un grossissement de x20 ont été converties en niveaux de gris (0-255 étant l'intensité du noir au blanc). La porosité a été définie pour un seuil compris entre 40 et 125. Lors du traitement des images pour la mesure de la porosité, les pores ayant une surface sphérique inférieure à un μm² n'ont pas été pris en compte dans l'analyse ; ils étaient trop petits pour être détectés de manière adéquate, et ces minuscules pores ont un impact négligeable sur les propriétés mécaniques.

Résultats

L'analyse de la surface des échantillons d'acier 17-4 PH et H13 frittés a révélé la présence de pores et de plusieurs cavités, comme illustré sur la Figure 49. Les problèmes de porosité et de dépôt, tels qu'observés ici, sont typiques des procédés de fabrication additive par extrusion de fils. Ils sont probablement causés par une sous-extrusion du matériau, ce qui signifie que



l'extrudeuse ne fournit pas assez de filament ou que les paramètres procédés sont inappropriés [37].



Figure 49 : Images optiques montrant la porosité et les cavités pour les aciers a) 17-4 PH et b) H13 dans le plan XY.

Dans les échantillons 17-4 PH, la porosité était principalement dominée par de minuscules pores mesurant environ 3 μ m de diamètre. Un pourcentage important (environ 85 %) des pores avaient une taille inférieure à 20 μ m, comme le montre la Figure 51. De plus, la plupart des pores étaient de forme sphérique avec une circularité moyenne de 0,85. L'analyse a été réalisée sur une surface de 6,5 % et 12 % des sections disponibles de 40 et 13 mm².

Dans les échantillons H13, les pores d'un diamètre de 2 à 4 μm étaient les plus répandus, avec environ 97 % des pores mesurant moins de 12 μm, comme le montre la Figure 51. Ces pores étaient de forme circulaire, avec une circularité moyenne de 0,86. Les pores dont la circularité est comprise entre 0,2 et 0,6 pourraient être liés à des cavités, car ils ont également été pris en compte dans l'analyse de la porosité. Si ces cavités n'avaient pas été prises en compte, le pourcentage de porosité et la circularité auraient été améliorés. Un résumé des résultats est donné dans le Distribution de la taille des pores et distribution de la circularité des échantillons frittés.

Tableau 24. En comparant ces résultats à la référence, on peut déduire que les pourcentages de porosité déterminés dans cette étude sont similaires à ceux rapportés dans [38], où une porosité relative de 4,08-6,48 % sur la face XY et de 2,22-3,07 % sur la face XZ dans l'échantillon 17-4 PH et dans [37], où une porosité relative de 6 % dans 17-4 PH et de 5 % dans H13 sur la face XY a été trouvée.

Interreg Sudoe



Figure 50 : Distribution de la taille des pores et distribution de la circularité des échantillons frittés.

Samples	17-4	↓ PH	H	13
Direction	XY plane	XZ plane	XY plane	XZ plane
Property	Value	Value	Value	Value
Diameter of pores	3.2 μm	2.3 μm	4.2 μm	3.7 μm
Circularity	0.85 ± 0.14	0.86 ± 0.14	0.86 ± 0.13	0.85 ± 0.14
Porosity	4.8 % ± 2.1	2.1 % ± 0.8	5.6 % ± 2	4.5 % ± 1.5

Caractérisation microstructurale

Le CEIT et l'ENIT ont réalisé la caractérisation d'échantillons de H13 et de 17-4PH fabriqués par le procédé Fused Filament Fabrication (FFF). Le 17-4PH a été fabriqué à l'aide de l'équipement FFF de Markforged tandis que les échantillons de H13 ont été fabriqués avec deux équipements différents : la machine ouverte Lynxter avec le filament NANOE et l'équipement Markforged.

Méthodes

L'analyse par diffraction des rayons X a été réalisée à l'aide d'une machine Philips X'PERT, utilisant le rayonnement Cu-K α de longueur d'onde de 1,540598 Å. Les échantillons ont été scannés à une tension de 40 kV et un courant de 50 mA, en utilisant un diamètre de faisceau de 0,5 mm, sur une plage de 30° à 125° avec un dispositif sensible à la position (PSD) incurvé qui couvre un arc circulaire de 8° avec une taille de pas de 0,012° et 30,05 s par pas. De plus, un échantillon H13 a été scanné entre 43° et 46° avec un pas de 0,01° et 1000 s par pas pour une analyse plus détaillée du pic dans cette gamme. L'identification de la phase a été déterminée en



analysant les spectres DRX à l'aide du logiciel X'pert High Score et de la base de données JCPDS, qui comprenait des phases potentielles telles que la ferrite, la martensite et l'austénite de l'acier.

Les échantillons ont été préparés comme expliqué dans les parties santé du matériau. La microstructure des échantillons tels que frittés et traités thermiquement a été examinée à l'aide d'un microscope optique PMG3 d'Olympus. Des analyses supplémentaires sur les échantillons frittés ont été effectuées à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) ZEISS EVO10HD15 équipé d'un canon LaB6. Le MEB était équipé d'un détecteur d'électrons secondaires (SE) et d'électrons rétrodiffusés (BSE). Un spectromètre à dispersion d'énergie X (EDS, X-MaxN 50 XMX1003 d'Oxford Instruments) a été utilisé pour mettre en évidence la concentration des éléments d'alliage dans les zones micro-ségrégées et déterminer leur composition. Une tension d'accélération de 15 kV et une distance de travail de 10 mm ont été utilisées lors de cette analyse MEB.

Résultats

Alliage 17-4 PH

La microstructure de l'acier 17-4 PH à température ambiante est représentée sur la Figure 51. Elle comprend des pores et des lattes de martensite disposés en paquets de tailles variables. Il n'est pas exclu qu'une petite quantité d'austénite résiduelle soit présente, car la quantité peut être si faible qu'elle est presque impossible à observer par microscopie optique. Des recherches antérieures menées par Wu et al. [39] suggèrent que le frittage de l'acier inoxydable 17-4 PH audessus de 1220 °C peut former de la ferrite delta au joint de grain. Des points noirs plus grands que les pores (mentionnés dans la section précédente) ont pu être observés après l'attaque de l'échantillon. Au microscope optique, il était impossible de conclure si cette caractéristique était un précipité révélé ou dissous par l'attaque ou des pores. En résumé, la microstructure de l'acier 17-4 PH est plus proche de celle de l'acier inoxydable 17-4 PH corroyé décrit par Sabooni et al. [40] que de la microstructure des pièces LPBF 17-4 PH telles que construites rapportées par Yeon et al. [41]. Des analyses par microscopie électronique à balayage (MEB) et par diffraction des rayons X (DRX) ont été réalisées pour mieux comprendre les composants microstructuraux. L'analyse SEM révèle que les points sombres observés par OM après la gravure chimique sont des pores et que la composition correspond à la norme pour le 17-4 PH.





Figure 51 : Micrographie optique après attaque chimique (à gauche) et images MEB (à droite) de l'acier inoxydable 17-4 PH fritté.

L'analyse des phases de l'échantillon a été effectuée par DRX, et les spectres recueillis pour le 17-4 PH sont présentés à la Figure 52. Contrairement au LPBF [42], la comparaison de ces spectres au fichier de diffraction des poudres (PDF) du JCPDS a révélé qu'aucune phase telles que l'austénite ou les carbures n'ont été détectées dans les échantillons frittés. En raison de la faible quantité de carbone dans ces alliages, la martensite quadratique présente une distorsion minimale du réseau. Par conséquent, il n'est pas possible de différencier la ferrite cubique centré et la martensite quadratique par la seule DRX. Dans ce cas, la convention standard pour les aciers est appliquée, dans laquelle les deux phases sont considérées comme ayant la structure cubique centré et donc, indiquées par la phase α (représentant la phase α -/ δ -ferrite et martensite).



Figure 52 : Spectre DRX d'un échantillon d'acier inoxydable 17-4 PH fritté.

Dans le spectre DRX du 17-4 PH, le pic (110) à un angle 20 d'environ 44,51° a une intensité plus élevée que les autres pics de structure CC à 64,63° et 82,13°. Comme le 17-4 PH est un acier inoxydable martensitique durci par précipitation, l'échantillon est probablement composé de phases multiples, la martensite étant la phase dominante et potentiellement un peu de ferrite. Cependant, les positions des pics expérimentaux ne correspondent pas parfaitement aux pics théoriques en raison de la présence de quantités différentes de carbone et d'éléments d'alliage dans l'échantillon par rapport à la référence. Néanmoins, ils sont plus proches des pics caractéristiques de la martensite que de la ferrite (Tableau 25). De plus, l'intensité relative des pics (200) et (211) montre une tendance similaire à celle des pics du spectre DRX de l'échantillon 17-4 PH délianté thermiquement, rapportée par Schroeder et al [43]. Les deux pics restants (220) à 99,26° et (310) à 117,07° ont été difficiles à distinguer du bruit créé par le diffractomètre. Le schéma de diffraction est généralement conforme au schéma de diffraction standard, ce qui indique qu'il n'y a probablement pas d'orientation préférentielles ou de texture. En conclusion, la microstructure est martensitique et correspond à celle décrite dans la littérature.



		Sam	ples				Pha	se refere	nce		
	17-4	PH	H1	.3	Marte	ensite1	Ferr	ite ²		Austenite	e ¹
hkl	20	I (%)	20	I (%)	20	Ι _{α'} (%)	20	l _α (%)	hkl	20	Ir (%)
110	44.51	100.0	44.63	100.0	44.652	100	44.674	100	111	43.695	100
200	64.63	14.3	64.97	61.0	64.817	11.6	65.023	20	200	50.794	42.5
211	82.13	17.1	82.22	9.3	82.095	17.4	82.335	30	220	74.739	17.8
220	99.26	-	98.75	8.0	98.711	4.5	98.949	10	311	90.629	16.6
310	117.07	-	116.44	6.7	115.83	6.2	116.39	12	222	95.98	4.6

Tableau 25, Les angles de diffraction pour chaque pic dans les deux aciers et les données de référence pour les phases de l'acier ¹ et ² correspondent respectivement aux données de la référence [43] et à la norme JCPDS n° 00-006-0696.

Alliage H13

La microstructure de l'acier H13 à température ambiante est illustrée à la Figure 53. Elle présente une combinaison de pores et de joints de grains d'austénite antérieurs. Les lattes de martensite qui devraient être présentes dans la matrice n'ont pas pu être observées, ce qui laisse penser que la microstructure est principalement composée de phases ferrite/perlite. Les joints de grains semblaient présenter des zones de ségrégation avec de fortes concentrations d'éléments d'alliage. Par conséquent, la microscopie électronique à balayage (MEB) a été réalisée pour mieux comprendre les composants microstructuraux. La composition déterminée par les spectres de rayons X à dispersion d'énergie suggère qu'elle est similaire à la composition standard ASTM A681 de H13.







Figure 54 : Vue zoomée des deux lignes EDS et de la composition.

Enfin, pour confirmer la composition des zones de ségrégation aux joints de grains, une analyse EDS en mode ligne a été effectuée dans ces zones, comme le montre la Figure 54. Les résultats indiquent que ces zones sont riches en carbone, chrome, molybdène et vanadium, avec des concentrations supérieures à celles typiquement présentes dans la matrice.



Figure 55 : Spectres DRX du spécimen H13 fritté dans le plan XY.

En ce qui concerne l'analyse DRX, comme pour l'acier 17-4 PH, seuls des pics de la phase cubique centrée sont observés dans les spectres DRX H13 (illustrés dans la Figure 55), et aucune austénite retenue n'a été détectée. Le premier pic (110) à 44,63° présente l'intensité la plus forte. Cependant, le second pic (200) à 64,97° a également une intensité notable par rapport au diagramme de diffraction H13 standard [44]. Cela suggère qu'une texture peut être présente dans la direction (200), mais une analyse EBSD supplémentaire serait nécessaire pour le confirmer. Les deux autres pics (211) à 82.22° et (220) à 98.75° ont une intensité minimale, et le dernier pic (310) est difficile à distinguer du fond continu. La valeur de dureté de l'échantillon



H13 fritté était significativement inférieure à la valeur attendue donnée par la fiche technique [45], ce qui soulève des inquiétudes quant à la présence de phases ferritiques dans les échantillons frittés.

Comparaison (Markforged vs Nanoe Filament) et bilan de la caractérisation

Les Tableau 26 et Deux températures de frittage (1350 et 1400 °C) ont été utilisées afin de densifier l'alliage H13 fabriqué avec le filament Nanoe. Le frittage à 1400 °C a généré une plus grande densification et une microstructure différente, avec la présence de brûlures des joints de grain, comme le montre la

Figure 57. Les canaux liquides apparaissent parce que la température est légèrement supérieure au solidus [46]. En outre, l'échantillon fritté à une température plus élevée présente une dureté plus élevée en raison de la formation à l'intérieur des grains d'une structure lamellaire.

Tableau 27 montrent les valeurs de densité et de dureté obtenues pour les aciers H13 et 17-4PH après différentes températures de frittage et de traitements HIP. Dans tous les cas, densité et dureté ont augmenté après le traitement HIP à 1150 °C et 150 MPa.

FFF	Traitament thermique	Densité	Dureté	Dureté	
Technologie	fraitement thermique	(%DT)	(HV1)	(Conversion HRC)	
	Fritté avec les paramètres Mark-	92	169	6	
Markforged	forged	52	105	0	
	HIP 1150 °C/1h	96	645	58	
lypytor +	HT 1400 °C / 2h	85	725	62	
Lynxter +	HT 1350 °C / 2h	81	510	50	
mont	HT 1400 °C / 2h + HIP 1150 °C/1h	97	817	65	
ment	HT 1350 °C / 2h + HIP 1150 °C/1h	93	701	61	

Tableau 26 : Valeurs de densité et de dureté pour l'acier H13.

Deux températures de frittage (1350 et 1400 °C) ont été utilisées afin de densifier l'alliage H13 fabriqué avec le filament Nanoe. Le frittage à 1400 °C a généré une plus grande densification et une microstructure différente, avec la présence de brûlures des joints de grain, comme le montre la

Figure 57. Les canaux liquides apparaissent parce que la température est légèrement supérieure au solidus [46]. En outre, l'échantillon fritté à une température plus élevée présente une dureté plus élevée en raison de la formation à l'intérieur des grains d'une structure lamellaire.

Technologie	Traitement thermique	Densité (%DT)	Dureté (HV1)	Dureté (HRC _(conversion))	
Markforged	Fritté	94	368	38	
	HIP 1150 °C/1h	98	392	41	



Le traitement HIP est capable de fermer la plupart des porosités (seules les porosités ouvertes dans le contour n'ont pas pu être fermées) et donc la densité des échantillons a augmenté (Figure 56,

Figure 57 and Figure 58),



Figure 56 : Micrographies optiques et FEG-SEM de Markforged H13 brut de fabrication (à gauche) et après HIP (à droite).

De plus, après le HIP, la microstructure change en formant une structure lamellaire dans l'acier H13 qui conduit à une augmentation significative de la dureté (Figure 56 and

Figure 57),





Frittage @1400 °C + HIP

Figure 57 : Micrographies optiques de l'acier H13 FFF-Nanoe après frittage (gauche) et après HIP (droite).





Figure 58 : Micrographies optiques et FEG-SEM du Markforged 17-4PH brut de fabrication (à gauche) et après HIP (à droite).

Les microstructures présentent une plus faible quantité de précipités après les traitements HIP dans les deux matériaux. Cela pourrait être lié à la vitesse de refroidissement plus élevée utilisée dans le cycle HIP par rapport à la vitesse de refroidissement lente du traitement de frittage. Les Figure 59 et Figure 60 montrent les analyses EDS des différents alliages après frittage et après traitement HIP. D'une part, l'acier H13 présente des précipités aux joints de grains enrichis en V, Mo, Cr et Mn. D'autre part, l'acier 17-4PH présente des précipités de Cu le long de la microstructure et des précipités de Cr ou Nb au joint de grain.





Figure 59 : Analyse EDS de l'acier H13 FFF après traitement de frittage.



Figure 60 : Analyse EDS de l'acier 17-4PH après traitement HIP.

Caractérisation des propriétés mécaniques

Méthodes

L'essai de macro-dureté a été réalisé selon la méthode Vickers avec une charge de 1 kgf (HV1) et de 5 kgf (HV5) sur un duromètre Zwick/Roell ZHV2.5, conformément à la norme ISO 6507-1. Au moins cinq empreintes ont été réalisées sur la section centrale de l'échantillon. Les résultats de l'essai de macro-dureté pouvant être affectés par la porosité des échantillons FFF, des essais de micro-dureté ont également été réalisés à l'aide d'un microduromètre Zwick/Roell Durascan 70 avec une charge de 100 gf (HV0.1) afin d'obtenir une compréhension plus détaillée de la dureté de l'échantillon. Les profils de microdureté choisis sont représentés sur la Figure 61 par des lignes pointillées. Sur chaque profil, 100 empreintes ont été réalisées avec une distance de 77 µm entre elles sur l'échantillon 17-4 PH et 87 µm entre elles sur l'échantillon H13. La distance entre les deux empreintes a été fixée à plus de trois fois la valeur de la diagonale des empreintes. Le logiciel TestXpert fourni par Zwick/Roell a été utilisé pour les mesures de dureté. Une fois encore, le duromètre Zwick/Roell ZHV2.5 a été utilisé pour déterminer la dureté Vickers des échantillons traités thermiquement sur le plan XY, avec une charge de 1 kgf (HV1) conformément à la norme ISO 6507-1. Vingt-cinq empreintes ont été réalisées sur la partie



centrale de chaque échantillon dans le plan XY, et la distance entre chaque empreinte était de $300 \ \mu m$.



Figure 61 : Plan des essais de microdureté

Résultats

Les résultats de l'essai de macrodureté sur l'échantillon 17-4 PH fritté ont indiqué des valeurs de dureté plus élevées dans le plan XZ (valeur moyenne 331 ± 12 HV1) que dans le plan XY (valeur moyenne 318 ± 4 HV1). Cependant, les valeurs HV5 de l'échantillon 17-4 PH présentaient la tendance inverse, la moyenne étant plus élevée dans le plan XY (324 ± 4 HV5) que dans le plan XZ (306 ± 30 HV5). Les échantillons H13 avaient des valeurs de dureté moyennes de 164 ± 3 HV5 dans le plan XY et de 163 ± 1 HV5 dans le plan XZ. Dans l'ensemble, les résultats n'ont pas permis de tirer une conclusion claire sur l'anisotropie mécanique causée par le procédé de fabrication. Par conséquent, une vérification supplémentaire a été nécessaire par le biais de tests et d'analyses de microdureté pour confirmer cette observation. Cependant, il convient de noter que les valeurs de macro-dureté des échantillons 17-4 PH et H13 étaient cohérentes dans les plans XY et XZ, ce qui indique un degré d'anisotropie plus faible dans cet échantillon.

Les résultats de microdureté des échantillons de 17-4 PH sont illustrés dans la Figure 62. Comme attendu, les valeurs de dureté Vickers HV0.1 dans les deux plans XY et XZ ont montré une dureté homogène sur l'ensemble de l'échantillon (valeur moyenne de 348 ± 17 HV0.1 sur la face XY et 344 ± 13 HV0.1 sur la face XZ), à l'exception de quelques indentations que les pores peuvent avoir impactées. La différence entre les valeurs de dureté sur chaque surface est négligeable, ce qui indique que les échantillons de 17-4PH frittés ont un très faible degré d'anisotropie ou une dureté presque isotrope, même si une légère anisotropie a été observée dans la porosité. La macrodureté est généralement utilisée pour évaluer la résistance globale du matériau à l'usure. En revanche, la microdureté est utilisée pour évaluer la dureté de régions ou de phases microstructurales spécifiques ou pour examiner les gradients de propriétés à l'échelle mésoscopique.

La Figure 62 montre aussi les variations de microdureté dans la direction de construction (plan XY) et dans la direction radiale (plan XZ) de l'échantillon FFF H13 fritté. Les résultats indiquent que la microdureté de l'échantillon est cohérente et uniformément distribuée dans la direction de construction (plan XY) et dans la direction radiale (plan XZ), avec des valeurs moyennes similaires de 177 HV_{0.1} et 176 HV_{0.1} respectivement, et des écarts types relativement faibles de 11 et 12. Les résultats fournis dans la littérature [37] pour les composants en acier 17-4 PH fritté montrent une valeur de 34 HRC, à peu près équivalente à 320 HV, et une valeur de dureté pour les composants en acier H13 fritté de 37 HRC, qui est presque égale à 351 HV. Ces auteurs ont

Interreg Sudoe

présenté la valeur comme une moyenne, et par conséquent, il est nécessaire de disposer de plus d'informations sur les variations de valeur dans différentes directions. La valeur de référence fournie par le fournisseur est de 30 HRC (~285 HV) pour le PH 17-4 fritté [47] et de 40 HRC (~388 HV) pour le H13 fritté [45]. Il est évident que les valeurs de macro et microdureté des échantillons d'acier H13 fritté sont significativement inférieures aux données de référence [37] et à la valeur donnée par le fournisseur [45]. Cette divergence peut être attribuée à plusieurs facteurs, tels que les conditions de frittage, la composition de la poudre utilisée, ou la vitesse de refroidissement de l'échantillon. D'autre part, les valeurs de macro et microdureté des échantillons de 17-4 PH sont supérieures à la valeur du fournisseur [45] dans les deux plans et supérieures aux données de référence [37] dans le plan XY. Puisque les diagrammes TRC du 17-4 PH conventionnel [48] etH13 [49] indiquent que la dureté du 17-4 PH est moins affectée par la vitesse de refroidissement que celle du H13.



Figure 62 : Profils de microduretés des échantillons 17-4 PH (en haut) et H13 (en bas) frittés dans (a) le plan XY et (b) le plan XZ.

Etude des possibilités de traitements thermiques

Méthodes

Pour étudier les transformations de phase, des échantillons cylindriques d'un diamètre de 4 \pm 0,1 mm et d'une longueur de 10 \pm 0,3 mm ont été utilisés. Ces échantillons ont été placés dans un dilatomètre de trempe DIL L78 Q de Linseis. Avant la mesure, l'atmosphère du four a été mise deux fois sous vide jusqu'à 2 x 10⁻² mbar, puis remplie d'Argon. Les dilatations des échantillons ont été mesurées à l'aide de poussoirs en Alumine (Al₂O₃) et en Quartz sous vide ou sous

Interreg Sudoe

atmosphère d'Argon (Ar) La température a été contrôlée à l'aide d'un thermocouple de type K soudé par points à la surface de l'échantillon. La température de la mise en solution pour les échantillons de 17-4 PH a été décidée à partir de la littérature et de l'analyse ATD. Elle a été fixée à 1100 °C et le temps de maintien était de 30 min, selon les recherches précédentes de Rowolt et al [48]. Pour les échantillons H13, elle a été fixée à 1040 °C et le temps de maintien était de 30 min, selon les recherches effectuées par Deirmina et al. [50]. Les transformations de phase ont été analysées par un chauffage continu à 10 K/min (ou 0,167 K/s) et un refroidissement à différentes vitesses. Pour détecter les températures de transformation de phase ou les événements de précipitation, les données dilatométriques ont été différenciées en fonction de la température, comme recommandé dans [50]. Le logiciel Linseis Evolution a créé des diagrammes de transformation par refroidissement continu (TRC) pour les deux alliages. Les températures de transformation ont également été déterminées par analyse thermique différentielle (ATD) avec un instrument Setsys Evolution (Setaram). Un creuset en alumine de 4 mm de diamètre a été utilisé, et il a été chargé de différents spécimens coupés dans les échantillons cylindriques, ayant 40 à 70 mg. Les transformations ont été étudiées de 20 à 1100 °C (dans les échantillons 17-4 PH) et de 20 à 1040 °C (dans les échantillons H13) par chauffage et refroidissement continus à différentes vitesses sous un flux d'argon de 40 ml/min pour éviter l'oxydation. La ligne de base a été obtenue en effectuant un deuxième balayage dans des conditions similaires mais sans échantillon. La soustraction des signaux permet d'identifier toute transformation de phase ou tout phénomène de précipitation pendant le chauffage, ainsi que toute transformation martensitique pendant le refroidissement.

Résultats

Analyse des courbes.

Le résultat d'un essai de dilatométrie sur l'acier 17-4PH est illustré à la Figure 63 ; il montre la déformation de dilatation (courbe noire), et la déformation dérivée (courbe rouge) lorsque l'acier est chauffé de la température ambiante à 1100 °C. Le premier pic de contraction peut être observé autour de 500 °C, associé à une précipitation de Cu dans une étude récente menée [48]. La réversion austénitique (de α' -martensite à γ -austénite) entraîne une réduction de volume importante lors du chauffage de l'acier. La température à laquelle commence cette transformation (Ac1) est d'environ 678 °C, mais la détermination précise de la fin de cette transformation (Ac3) n'est pas claire. Ac3 est typiquement le point où la déformation de dilatation redevient presque linéaire, ce qui dans ce cas est approximativement 728 °C. Cependant, un petit pic de contraction est encore observé à environ 980 °C, qui a été relié à la fin de la formation de l'austénite par Christien et al. dans [51]. Ils auraient observé la présence de la phase martensite à 930 °C sur le diagramme de diffraction neutronique *in situ* de l'acier 17-4 PH, indiquant une austénitisation incomplète.



Figure 63 : Courbes de déformation de dilatation et de déformation dérivée pendant le chauffage des échantillons FFF 17-4 PH frittés.

Rowolt et al. [48] ont effectué un chauffage par étapes d'échantillons en 17-4 PH conventionnels jusqu'à différentes températures de mise en solution allant de 700 à 1100 °C. L'absence d'un pic de précipitation de Cu lors du réchauffage sur la courbe DSC a été observée lorsque l'échantillon a été chauffé à une température de 800 °C, reliant le phénomène à l'absence de dissolution. En revanche, la surface maximale du pic de précipitation a été observée lorsque l'échantillon a été chauffé à une température de 1000 °C. Donc le dernier pic observé lors du chauffage a été associé à la dissolution finale de phase riche en Cu.



Figure 64 : Courbes de déformation de dilatation et de déformation dérivée lors du refroidissement des échantillons FFF 17-4 PH frittés.

Cependant, d'après les analyses dilatométriques conduites sur les aciers M350 et 13-8 PH par Kapoor et al. [52] ce pic serait dû à une seconde étape d'austénitisation. Mais ce pic dans cette étude n'a pas été détecté pour des échantillons en 17-4 PH. En conclusion, l'attribution de ce pic reste controversée dans la littérature.

La Figure 64 illustre la déformation de dilatation qui se produit de 1100 °C à la température ambiante pendant le processus de refroidissement. L'expansion du volume causée par la transformation martensitique est évidente. La température du début de formation de la martensite, ou Ms, peut être déterminée par la méthode des tangentes à 170 °C. La méthode des tangentes permet de déterminer la température de transformation que la pente de la courbes dilatométriques. La méthode des tangentes est basée sur l'observation que la pente de la courbe dilatométrique qui change à la température de transformation a été observé autour de 100 °C, ce qui est considéré comme la température de fin de la transformation martensitique (Mf). Cela suppose que la transformation martensitique est en voie d'achèvement. Cependant, l'exactitude de la température Mf ne peut être confirmée dans cette étude car la courbe de dilatation ne redevient pas linéaire.



Figure 65 : Signal ATD de l'échantillon FFF 17-4 PH fritté pendant le chauffage.

La courbe ATD lors du chauffage de l'échantillon 17-4 PH fritté est présentée à la Figure 66. Le pic exothermique initial observé pour l'échantillon 17-4 PH s'est produit à une température de 484 °C. Ce pic est censé être causé par la formation de carbures $M_{23}C_6$ riches en Cr et de précipités riches en Cu, selon Lashgari et al. [53]. Cette courbe est cohérente avec les résultats obtenus par l'analyse dilatométrique expliquée précédemment. Le deuxième événement thermique, un pic endothermique, a été trouvé autour de 642 °C, qui peut être attribué à la fois à la transition de Curie (transition ferromagnétique -> paramagnétique) et à l'austénitisation. Le dernier pic exothermique observé à environ 753 °C pourrait être causé par la précipitation de



carbures de NbC dans la matrice ou aux joints de grains [53]. Cependant, la température précise à laquelle la transformation de la ferrite en austénite commence (Ac1) a été difficile à déterminer en raison du bruit du signal ATD et des phénomènes multiples dans une petite gamme de température.

Une analyse thermique similaire a été réalisée sur l'échantillon H13. La courbe de dilatométrie de l'échantillon H13 fritté montre une expansion linéaire pendant le chauffage de l'échantillon jusqu'à 700 °C, ce qui correspond à l'expansion thermique attendue. La déformation dérivée confirme cette tendance. Une contraction est observée entre 700 et 750 °C qui pourrait être liée à la transition de Curie, suivie d'une autre contraction entre 845 °C (Ac1) et 887 °C (Ac3), qui est due à la transformation de la ferrite en austénite (α - γ). Comme déjà montré précédemment, les transformations de phase du H13 ont été mesurées par la méthode des tangentes pendant le refroidissement.

Création des diagrammes TRC

Les courbes de dilatométrie ont été enregistrées et analysées pour plusieurs vitesses de refroidissement. Quelle que soit la vitesse de refroidissement, les échantillons de 17-4 PH trempés ont révélé une microstructure martensitique, comme illustré dans la Figure 66. Une vitesse de refroidissement plus rapide (35 K/s) conduit à une microstructure plus homogène en raison de la réduction du temps de précipitation.



Figure 66 : Microstructure des échantillons de 17-4 PH trempés à différentes vitesses de refroidissement : 35 K/s, 0,25 K/s et 0,005 K/s.

En revanche, l'effet du taux de refroidissement sur H13 est significatif, comme le montre la Figure 68. Seule la martensite est observée à des vitesses de refroidissement élevées, tandis qu'à des vitesses de refroidissement plus faibles, des transformations bainitiques et perlitiques sont visibles. Les trois microstructures, en fonction de la vitesse de refroidissement, sont présentées dans la Figure 68.





Figure 67 : Influence de la vitesse de refroidissement sur les courbes de déformation.

Avec la vitesse de refroidissement la plus rapide de 35 K/s, une microstructure martensitique fine avec des ex-joints de grains d'austénite s'est formée. À la vitesse de refroidissement de 0,5 K/s, la formation de bainite et de martensite a été remarquée avec leurs pics se chevauchant à environ 350 °C sur la courbe de déformation dérivée. La vitesse de refroidissement la plus lente de 0,03 K/s a entraîné la formation d'une nouvelle phase perlitique, comme le montre la microstructure de la Figure 69.



Figure 68 : Microstructure des échantillons H13 trempés à différentes vitesses de refroidissement : 35 K/s, 0,5 K/s et 0,03 K/s.

La vitesse de trempe a un impact sur la dureté de l'acier. Des vitesses de trempe plus rapides entraînent une dureté plus élevée en raison de la martensite plus homogène qu'elles génèrent. Les échantillons qui contiennent de la bainite ont une dureté inférieure à celle de la martensite, mais une dureté supérieure à celle des échantillons qui contiennent de la perlite. La relation établie entre les valeurs de dureté moyennes (HV1) et les vitesses de refroidissement pour les échantillons 17-4 PH et H13 est tracée à la Figure 69. L'évolution de la dureté pour l'acier 17-4 PH peut être expliquée par la précipitation du Cu [48]. Ces informations sur la microstructure



et les valeurs de dureté des échantillons trempés sont ensuite incorporées dans le diagramme de transformation par refroidissement continu des deux nuances d'acier présentées à la Figure 70. Ces diagrammes TRC sont cohérents avec la littérature correspondant aux matériaux conventionnels. Par conséquent, le procédé FFF a un faible effet sur la microstructure et la transformation de phase, et le traitement thermique standard est adapté à ces matériaux.



Figure 69 : Evolution de la dureté en fonction de la vitesse de refroidissement pour les deux aciers.





Figure 70 : Diagramme de transformation à refroidissement continu des aciers 17-4 PH et H13 obtenus par procédé FFF.

Propriétés mécaniques des échantillons produit par la Markforged Metal X à l'état frittés ou traités par CIC.

	R _{p0,2} (Mpa)		Rm (MPa)	A200 (%)	
Matériau	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type
H13	263	10,2	583	10,7	16,4	0,7
H13 HIP	1439	13,9	1896	98,4	2,4	1
17,4-PH	707	7,6	1065	9,1	4,8	0,1

Tableau 28 : Propriétés mécaniques en traction de chaque matériau

Contrôle non destructif

Tous les spécimens ont été analysés en utilisant les paramètres suivants :



Settings	Colors	Defects	Statistics	Feature plot	al variability	Direction
Preset sele	ection					
Select an	entry from t	he list				
Accuracy						
Mode			Subvoxel			-
Analysis pa	arameters					
Algorithm			Relative			Ŧ
Air gray va	lue		Automatic		6	308.000
Air gray va Contrast [9	alue 6)		Automatic 25		6	308.000 : ‡
Air gray va Contrast [9 Local area	alue %] size [vox]		Automatic 25 10		6	308.000 ; ‡ ; ‡
Air gray va Contrast [9 Local area Analysis ar	ilue %] size [vox] ea		Automatic 25 10 Overall close	ing	€ ▼ 5	308.000 ; † ; † ; †
Air gray va Contrast (9 Local area Analysis ar Surface dis	elue %] size [vox] ea stance [vox]		Automatic 25 10 Overall clos	ing	6 ▼ 5	308.000 2 1 2 1 2 1 2 1 2 1
Air gray va Contrast (% Local area Analysis ar Surface dis Defect refi	alue %] size [vox] ea stance [vox] nement		Automatic 25 10 Overall close 1	ing	6 • 5	308.000 2 1 2 1 2 1 2 1 2 1 2 1
Air gray va Contrast [9 Local area Analysis ar Surface dis Defect refin Refinemen	alue %] size [vox] ea stance [vox] nement t search disl		Automatic 25 10 Overall close 1 0.090	ing ∶† mm	6 ▼ 5	308.000 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1

Figure 71 : Paramètres utilisés pour les analyses de CND.

Résultats :



Figure 72 : H13 Nanoe.





Figure 73 : Markforged H13.



Figure 74 : Markforged 17-4PH







Figure 75 : H13 HIP NAnoe.

Conclusions et perspectives

Les conclusions suivantes peuvent être tirées de cette étude :

- Les niveaux de porosité de l'étude étaient comparables aux valeurs prédites par les spécifications du fournisseur et les références bibliographiques. Les deux échantillons d'acier ont montré une légère anisotropie de la porosité, le H13 ayant une porosité plus élevée et des pores plus grands mais une anisotropie moindre par rapport au 17-4 PH.
- Le filament présentait un rapport métal-polymère inhabituel de 40-60 % au lieu des 60-40 % recommandé. Une technique de calcination de la matrice mieux adaptée qu'une analyse d'image 2D pourrait être envisagée pour confirmer ce résultat. Malgré cet écart, la porosité était comparable aux valeurs rapportées dans la littérature, ce qui indique que le rapport métal-polymère inférieur n'a pas eu d'impact négatif sur la santé matière.
- Malgré la légère anisotropie de la porosité, aucune anisotropie dans la dureté n'a été mesurée. La microstructure observée était plus proche des alliages corroyés que des alliages obtenus par L-PBF, ce qui suggère que les propriétés mécaniques pourraient être comparables à celles des alliages fabriqués de manière conventionnelle plutôt qu'à celles des alliages produits par d'autres procédés de fabrication additive qui impliquent une fusion.
- Les diagrammes TRC de l'étude correspondent à ceux trouvés dans la littérature pour les matériaux conventionnels, ce qui suggère que le processus FFF a un impact limité sur les transformations de phase. Il convient de mentionner que les valeurs de dureté sont légèrement inférieures, ce qui pourrait être dû à la santé du matériau. Le H13 reçu a montré une faible dureté, mais elle peut augmenter d'un facteur 3 après la trempe.

Les perspectives de ce travail pourraient être :

- Déterminer les propriétés mécaniques globales des matériaux bruts et traités thermiquement, en se concentrant sur la réalisation d'essais de traction supplémentaires pour confirmer l'absence d'anisotropie dans les propriétés mécaniques.
- Étudier le processus de vieillissement du 17-4 PH, qui est un acier durci par précipitation.



Pilote PT2-VIDRIMOLDE

Caractérisation de la matière première

Les propriétés physiques, les éléments interstitiels et la composition théorique de la poudre d'acier inoxydable CX avec une granulométrie comprise entre +20-60 µm sont rassemblés cidessous (Tableau 29, Tableau 30, Tableau 31).

Ecoulement	Densité apparente	Densité	
	(g/cm ³)	(g/cm ³)	(pycnomètre)
(s/50g)			(g/cm³)
0,326	3,619	4,347	7,550

Tahlagu 20 · Dropriátác i	nhuciauac da la naudra	d'acier inevudable CV
IUDIEUU 23. FIODIIELES	pilysiques de la poudre	u uclei illoxyuuble c_{Λ} .

Tableau 30 : Éléments interstitiels de la poudre d'acier inoxydable CX,

0	N	С	S
(%)	(%)	(%)	(%)
0,0261	0,0075	0,0113	0,0030

Tableau 31 : Composition théorique de la poudre d'acier inoxydable CX.,							
Éléments	С	Cr	Ni	Мо	Al	Mn	Si
(%massique)	0,05	11,00-13,00	8,40- 11,00	1,10-1,30	1,20-2,00	0,40	0,40

D'une part, sur la Figure 76, les micrographies obtenues par microscopie électronique à balayage (MEB) montrent une poudre typique atomisée par gaz, de forme généralement sphérique et avec la présence de nombreux satellites et de quelques « splats ».



Figure 76 : Images FEG-SEM de la poudre d'acier inoxydable CX.

D'autre part, des micrographies en coupe transversale de la poudre polie ont été analysées. La Figure 77 montre qu'il n'y a pas de présence de porosité interne. De plus, les analyses EDS montrent une distribution homogène de Cr, Ni, Mo, Al et Mn et des zones enrichies en Si.



Figure 77 : Micrographies FEG-SEM et analyse EDS (en bas) de la poudre d'acier inoxydable CX.

Enfin, la distribution de la taille des particules et la sphéricité de la poudre ont été mesurées en utilisant un Sympatec QIPIC/L02 avec Rodos et Vibri comme modules de dispersion et les résultats sont rassemblés dans le Tableau 32 et la Figure 78. On peut affirmer que les deux produits remplissent les conditions pour être déposés par LPBF (sphéricité proche de 1) avec une taille moyenne des particules de poudre de 38 µm.

Dv(10) (μm)	24,17	S (10)	0,80
Dv(50) (μm)	37,77	S (50)	0,86
Dv(90) (μm)	58,33	S (90)	0,94

Tableau 32 : Distribution de la taille des particules et sphéricité de la poudre d'acier inoxydable CX.



Figure 78 : Distribution de la taille des particules (en haut) et facteur de forme (en bas) en fonction de la taille des particules de la poudre d'acier inoxydable CX.

Caractérisation microstructurale

L'hybridation entre les procédés DED-Laser et fusion laser sur lit de poudre (LPBF) a été étudié. L'objectif de ce travail est de déterminer les paramètres procédés suivants :

- L'épaisseur de couche permettant de couvrir la surface interne de la structure lattice. Ce travail a pour but de réduire cette épaisseur tout en prévenant la création de défauts dans la structure.
- Déterminer les paramètres DED-laser (puissance laser (P), vitesse d'avance (F), écoulement de la poudre (Q).

Cette étude a été réalisée en deux étapes. Tout d'abord des **monocordons** ont été réalisés en combinant différents sets de paramètres mentionnés dans la Table 33 pour des substrats de différentes épaisseurs : 6,1 and 0.7 mm. Les cordons ont une longueur de 25 mm et ont été centrés dans une surface de 15 x 32 mm².


N.	Test type	Parameter set	Substrate thickness (mm)
1	Single bead	Ref.	6
2	"	Reduced	6
3	"	Ref.	1
4	"	Reduced	1
5	"	Reduced	0.7

Tableau 33. Plan d'expérience des monocordons

Puis, des **couches** tests ont été réalisées en utilisant les paramètres réduits sur des substrats de 2 et 1 mm. Ces couches sont formées par 5 cordons juxtaposés, déposés avec une distance de 1 mm entre chaque cordon. Pour simuler un plus large dépôt (conditions réelles de fabrication), un temps de pause de 5 s est appliqué après chaque dépôt de cordon.

Tableau 34. Plan d'expérience du dépôt de couches.							
N.	Test type	Parameter set	Substrate thickness (mm)				
6	Layer	Reduced	2				
7	"	Reduced	1				

RESULTATS

Monocordons

Deux lignes distinctes qui distinguent une discontinuité dans le substrat, suivant la ligne de dilution ont été observées sur la Figure 80. Cela pourrait indiquer la formation de micro-fissures dans le substrat.







Figure 80. Section du monocordon n°4.

Tableau 35. Dimensions de la ZAT.

N.	Substrate thickness (mm)	HAZ Measurements (mm)	
4	1	2.89	
5	0.7	3.88	

Couches

Les sections des couches fabriquées sur des substrats de respectivement 2 mm et 1 mm d'épaisseur sont présentés sur la Figure 81.



Figure 81. Cross-sections des couches (a) n°6 and (b) n°7.

Les paramètres optimaux de dépôt DED laser sur un substrat LPBF sont indiqués dans le Tableau 36.



	P (W)	F (mm/min)	Q (g/min)	P/F
Ref.	600	525	5.5	1.143
Reduced	500	525	5.5	0.952

Tableau 36. Paramètres DED-laser.

La fabrication sur un substrat fin (1 mm) est possible mais une déformation importante du substrat est notée comme il est possible de voir dans la figure suivante.



Figure 82. Mesures des déformations dans les échantillons n°4 and n°5.

En conclusion de ce travail réalisé dans le cadre du pilote Vidrimolde, les paramètres procédés optimaux ont été définis dans le cas de dépôt sur des substrats fins : puissance laser : 500W, vitesse d'avance 525 mm/min et écoulement de la poudre 5.5g/min. Avec ces paramètres, le dépôt est possible dès 0.7 mm d'épaisseur de substrat lors de la fabrication de monocordons.



4.CONCLUSIONS

Les matériaux utilisés dans les cinq projets pilotes ont été caractérisés en termes de microstructure, de propriétés mécaniques et d'autres caractéristiques pertinentes. Dans tous les cas, les matériaux ont été choisis en fonction des exigences de chaque application et, après le travail intensif de caractérisation effectué dans Additool, il est possible de confirmer que tous les matériaux ont satisfait aux exigences.

5.REFERENCES

- [1] J, Schindelin *et al*,, "Fiji: an open-source platform for biological-image analysis," *Nat*, *Methods*, vol, 9, no, 7, pp, 676–682, Jul, 2012,
- [2] Mirko Sinico; Ann Witvrouw; Wim Dewulf, "Influence of the particle size distribution on surface quality of Maraging 300 parts produced by Laser Powder Bed Fusion," Nantes, France, pp, 1–4, 2019,
- J, P, Kruth, L, Froyen, J, Van Vaerenbergh, P, Mercelis, M, Rombouts, and B, Lauwers, "Selective laser melting of iron-based powder," *J, Mater, Process, Technol*,, vol, 149, no, 1–3, pp, 616–622, Jun, 2004,
- [4] J, Šafka, M, Ackermann, and L, Voleský, "Structural properties of H13 tool steel parts produced with use of selective laser melting technology," *J, Phys, Conf, Ser,*, vol, 709, p, 012004, Apr, 2016,
- [5] G, Kasperovich, R, Becker, K, Artzt, P, Barriobero-Vila, G, Requena, and J, Haubrich, "The effect of build direction and geometric optimization in laser powder bed fusion of Inconel 718 structures with internal channels," *Mater, Des.*, vol, 207, p, 109858, Sep, 2021,
- [6] L, Cao, J, Li, J, Hu, H, Liu, Y, Wu, and Q, Zhou, "Optimization of surface roughness and dimensional accuracy in LPBF additive manufacturing," *Opt, Laser Technol.*, vol, 142, p, 107246, Oct, 2021,
- [7] A, du Plessis, "Effects of process parameters on porosity in laser powder bed fusion revealed by X-ray tomography," *Addit, Manuf,*, vol, 30, p, 100871, Dec, 2019,
- [8] T, Reiber, J, Rüdesheim, M, Weigold, E, Abele, J, Musekamp, and M, Oechsner, "Influence of contour scans on surface roughness and pore formation using Scalmalloy[®] manufactured by laser powder bed fusion (PBF-LB)," *Materwiss, Werksttech.*, vol, 52, no, 4, pp, 468–481, Apr, 2021,
- [9] K, Kempen, B, Vrancken, S, Buls, L, Thijs, J, Van Humbeeck, and J,-P, Kruth, "Selective Laser Melting of Crack-Free High Density M2 High Speed Steel Parts by Baseplate Preheating," *J, Manuf, Sci, Eng.*, vol, 136, no, 6, Dec, 2014,
- [10] J, Saewe, C, Gayer, A, Vogelpoth, and J, H, Schleifenbaum, "Feasability Investigation for Laser Powder Bed Fusion of High-Speed Steel AISI M50 with Base Preheating System," BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte, vol, 164, no, 3, pp, 101–107, Mar, 2019,

- [11] S, Qin, S, Herzog, A, Kaletsch, and C, Broeckmann, "Effects of Pressure on Microstructure and Residual Stresses during Hot Isostatic Pressing Post Treatment of AISI M50 Produced by Laser Powder-Bed Fusion," *Metals (Basel),*, vol, 11, no, 4, p, 596, Apr, 2021,
- [12] M, Balbaa, S, Mekhiel, M, Elbestawi, and J, McIsaac, "On selective laser melting of Inconel 718: Densification, surface roughness, and residual stresses," *Mater, Des.*, vol, 193, p, 108818, Aug, 2020,
- [13] L, Scime and J, Beuth, "Melt pool geometry and morphology variability for the Inconel 718 alloy in a laser powder bed fusion additive manufacturing process," *Addit, Manuf*,, vol, 29, p, 100830, Oct, 2019,
- [14] J, Kunz, J, Saewe, S, Herzog, A, Kaletsch, J, H, Schleifenbaum, and C, Broeckmann, "Mechanical Properties of High-Speed Steel AISI M50 Produced by Laser Powder Bed Fusion," steel Res, Int., vol, 91, no, 5, p, 1900562, May 2020,
- [15] T, DebRoy *et al*,, "Additive manufacturing of metallic components Process, structure and properties," *Prog, Mater, Sci*,, vol, 92, pp, 112–224, Mar, 2018,
- [16] BÖHLER, "W360 AMPO," [Online], Available: https://www.bohler,fr/fr/products/w360ampo-2/ (accessed February 23, 2023),
- [17] C, M, Fang, M, H, F, Sluiter, M, A, van Huis, C, K, Ande, and H, W, Zandbergen, "Origin of Predominance of Cementite among Iron Carbides in Steel at Elevated Temperature," *Phys, Rev, Lett.*, vol, 105, no, 5, p, 055503, Jul, 2010,
- [18] F, Wang, D, Qian, L, Xie, Z, Dong, and X, Song, "Microstructure Evolution and Tempering Transformation Kinetics in a Secondary Hardened M50 Steel Subjected to Cold Ring Rolling," *ISIJ Int.*, vol, 61, no, 1, pp, 361–371, Jan, 2021,
- [19] C, K, Ande and M, H, F, Sluiter, "First-Principles Calculations on Stabilization of Iron Carbides (Fe3C, Fe5C2, and η-Fe2C) in Steels by Common Alloying Elements," *Metall, Mater, Trans, A*, vol, 43, no, 11, pp, 4436–4444, Nov, 2012,
- [20] E, , Morra, P,V,, Böttger, A,J, & Mittemeijer, "Decomposition of Iron-based Martensite, A kinetic analysis by means of differential scanning calorimetry and dilatometry," *J, Therm, Anal, Calorim,*, vol, 64, pp, 905–914, 2001,
- [21] A, Verma, M, Sundararaman, J, B, Singh, and S, A, Nalawade, "A new method for determining the Curie temperature using a dilatometer," *Meas, Sci, Technol.*, vol, 21, no, 10, p, 105106, Oct, 2010,
- [22] V, B, E, ¬Co KG, "Hot Work Tool Steel, BÖHLER W360 ISOBLOC,"
- [23] P, Yang *et al*,, "Effect of thermal annealing on microstructure evolution and mechanical behavior of an additive manufactured AlSi10Mg part," *J, Mater, Res.*, vol, 33, no, 12, pp, 1701–1712, Jun, 2018,
- [24] P, D, Nezhadfar, S, Thompson, A, Saharan, N, Phan, and N, Shamsaei, "Structural integrity of additively manufactured aluminum alloys: Effects of build orientation on microstructure, porosity, and fatigue behavior," *Addit, Manuf,*, vol, 47, p, 102292, Nov, 2021,



- [25] M, Buttard *et al*,, "Multi-scale microstuctural investigation of a new Al-Mn-Ni-Cu-Zr aluminium alloy processed by laser powder bed fusion," *Materialia*, vol, 18, p, 101160, Aug, 2021,
- [26] J, R, Croteau *et al*,, "Microstructure and mechanical properties of Al-Mg-Zr alloys processed by selective laser melting," *Acta Mater*, vol, 153, pp, 35–44, Jul, 2018,
- [27] C, Galera-Rueda, M, L, Montero-Sistiaga, K, Vanmeensel, M, Godino-Martínez, J, Llorca, and M, T, Pérez-Prado, "Icosahedral quasicrystal-enhanced nucleation in Al alloys fabricated by selective laser melting," *Addit, Manuf*, vol, 44, p, 102053, Aug, 2021,
- [28] S, Griffiths, M, D, Rossell, J, Croteau, N, Q, Vo, D, C, Dunand, and C, Leinenbach, "Effect of laser rescanning on the grain microstructure of a selective laser melted Al-Mg-Zr alloy," *Mater, Charact,*, vol, 143, pp, 34–42, Sep, 2018,
- J, H, Martin, B, D, Yahata, J, M, Hundley, J, A, Mayer, T, A, Schaedler, and T, M, Pollock,
 "3D printing of high-strength aluminium alloys," *Nature*, vol, 549, no, 7672, pp, 365–369,
 Sep, 2017,
- [30] R, Mertens, L, Baert, K, Vanmeensel, and B, Van Hooreweder, "Laser powder bed fusion of high strength aluminum," *Mater, Des, Process, Commun*, vol, 3, no, 5, Oct, 2021,
- [31] R, A, Michi *et al.*, "Microstructural evolution and strengthening mechanisms in a heattreated additively manufactured Al–Cu–Mn–Zr alloy," *Mater, Sci, Eng, A*, vol, 840, p, 142928, Apr, 2022,
- [32] A, B, Spierings *et al*,, "Microstructural features of Sc- and Zr-modified Al-Mg alloys processed by selective laser melting," *Mater, Des*,, vol, 115, pp, 52–63, Feb, 2017,
- [33] P, J, Spierings, A, B,, Dawson, K,, Voegtlin, M,, & Palm, F,, Uggowitzer, "Microstructure and mechanical properties of as-processed scandium-modified aluminum using selective laser melting," *CIRP Ann, Manuf, Technol,*, vol, 65, pp, 213–216, 2016,
- [34] K, V, Yang, Y, Shi, F, Palm, X, Wu, and P, Rometsch, "Columnar to equiaxed transition in Al-Mg(-Sc)-Zr alloys produced by selective laser melting," *Scr. Mater.*, vol, 145, pp, 113– 117, Mar, 2018,
- [35] H, Zhang, H, Zhu, X, Nie, J, Yin, Z, Hu, and X, Zeng, "Effect of Zirconium addition on crack, microstructure and mechanical behavior of selective laser melted Al-Cu-Mg alloy," Scr, Mater,, vol, 134, pp, 6–10, Jun, 2017,
- [36] P, Yang, L, A, Deibler, D, R, Bradley, D, K, Stefan, and J, D, Carroll, "Microstructure evolution and thermal properties of an additively manufactured, solution treatable AlSi10Mg part," J, Mater, Res,, vol, 33, no, 23, pp, 4040–4052, Dec, 2018,
- [37] J, Costa, E, Sequeiros, M, T, Vieira, and M, Vieira, "Additive Manufacturing," *U,Porto J, Eng*,, vol, 7, no, 3, pp, 53–69, Apr, 2021,
- [38] T, C, Henry, M, A, Morales, D, P, Cole, C, M, Shumeyko, and J, C, Riddick, "Mechanical behavior of 17-4 PH stainless steel processed by atomic diffusion additive manufacturing," *Int, J, Adv, Manuf, Technol,*, vol, 114, no, 7–8, pp, 2103–2114, Jun, 2021,
- [39] C, S, Y, Wu, R,M, German, D, Blaine, B, Marx, "Effects of residual carbon content on



sintering shrinkage, microstructure and mechanical properties of injection molded 17-4 PH stainless steel," *J. Mater, Sci.*, vol, 37, pp, 3573–3583, 2002,

- [40] S, Sabooni *et al.*, "Laser powder bed fusion of 17–4 PH stainless steel: A comparative study on the effect of heat treatment on the microstructure evolution and mechanical properties," *Addit, Manuf,*, vol, 46, p, 102176, Oct, 2021,
- [41] S,-M, Yeon *et al*,, "Normalizing Effect of Heat Treatment Processing on 17-4 PH Stainless Steel Manufactured by Powder Bed Fusion," *Metals (Basel)*, vol, 12, no, 5, p, 704, Apr, 2022,
- [42] L, Zai *et al,*, "Laser Powder Bed Fusion of Precipitation-Hardened Martensitic Stainless Steels: A Review," *Metals (Basel),*, vol, 10, no, 2, p, 255, Feb, 2020,
- [43] J, Schröder *et al*,, "On the influence of heat treatment on microstructure and mechanical behavior of laser powder bed fused Inconel 718," *Mater, Sci, Eng, A*, vol, 805, p, 140555, Feb, 2021,
- [44] M, Ozer, "Influence of heat treatments on microstructure and wear behavior of AISI H13 tool steel," *Kov, Mater, Mater,*, vol, 60, no, 6, Nov, 2022,
- [45] "Markforged_H13_V1,1_fr,pdf," 2023,
- [46] P, Nandwana, R, Kannan, and D, Siddel, "Microstructure evolution during binder jet additive manufacturing of H13 tool steel," *Addit, Manuf,*, vol, 36, p, 101534, Dec, 2020,
- [47] "17-4PH-v2-SS-Datasheet,pdf," 2023,
- [48] C, Rowolt, B, Milkereit, A, Springer, C, Kreyenschulte, and O, Kessler, "Dissolution and precipitation of copper-rich phases during heating and cooling of precipitation-hardening steel X5CrNiCuNb16-4 (17-4 PH)," J, Mater, Sci,, vol, 55, no, 27, pp, 13244–13257, Sep, 2020,
- [49] "SITHERM 2344 Steel (Mat,No, 1,2344, DIN X40CrMoV51, AISI H13)," 2023,
- [50] F, Deirmina, N, Peghini, B, AlMangour, D, Grzesiak, and M, Pellizzari, "Heat treatment and properties of a hot work tool steel fabricated by additive manufacturing," *Mater, Sci, Eng,* A, vol, 753, pp, 109–121, Apr, 2019,
- [51] F, Christien, M, T, F, Telling, and K, S, Knight, "A comparison of dilatometry and in-situ neutron diffraction in tracking bulk phase transformations in a martensitic stainless steel," *Mater, Charact,*, vol, 82, pp, 50–57, Aug, 2013,
- [52] R, Kapoor and I, S, Batra, "On the α' to γ transformation in maraging (grade 350), PH 13-8 Mo and 17-4 PH steels," *Mater, Sci, Eng, A*, vol, 371, no, 1–2, pp, 324–334, Apr, 2004,
- [53] H, R, Lashgari, C, Kong, E, Adabifiroozjaei, and S, Li, "Microstructure, post thermal treatment response, and tribological properties of 3D printed 17-4 PH stainless steel," *Wear*, vol, 456–457, p, 203367, Sep, 2020,





n Regional Development

www.additool.eu