

Métallographie pour la fabrication additive



DANISH
TECHNOLOGICAL
INSTITUTE

Struers
Ensuring Certainty

Application Notes

Fabrication additive : définition

Comme son nom l'indique, la fabrication additive consiste à produire des objets en procédant par ajout de matière. Ce terme, également connu sous le nom d'impression 3D, se rapporte à des technologies qui font évoluer des objets 3D par addition progressive de fines couches. Chaque couche successive se lie à la couche précédente de matière (partiellement) fondue de sorte à créer des composants, des pièces et même des produits entiers.

La fabrication additive (FA) est à l'opposé de la fabrication soustractive. Au lieu d'usiner des pièces à partir d'un large bloc de matière pour révéler la partie « dissimulée » interne, la FA repose sur l'assemblage de couches de matière sur une nouvelle pièce.

Avantages de la fabrication additive

Pour les prototypes et les modèles, l'avantage se veut évident. En effet, vous pouvez facilement réaliser une représentation 3D unique de votre design, ou même un prototype opérationnel pouvant être utilisé pour tester les performances du design. Côté financier, les coûts sont réduits à une fraction des dépenses occasionnées par les méthodes de fabrication traditionnelles pour une construction unique. Aujourd'hui, toutefois, les avantages de la FA pour certains produits et applications sont tellement notables que cette technique est privilégiée par rapport à la production en série de composants dans le cadre de la fabrication traditionnelle. Parmi les avantages en faveur de la FA, citons :

Amélioration du design

La FA permet de créer des pièces aux géométries complexes sous la forme d'un objet unique. Par conséquent, plusieurs pièces peuvent être intégrées sous une seule et même structure dans la phase de design, ce qui entraîne une amélioration de la robustesse et de la durabilité ainsi qu'une réduction du poids.

Pour les outils utilisés en production, la FA peut jouer un véritable rôle dans l'amélioration des processus de travail, avec un meilleur rendement et des pièces de qualité supérieure.



Figure 1. Outils et aides à la fabrication

L'outil de centrage de Danfoss illustré à la Fig. 1 constitue un bel exemple de la manière dont la réduction du poids a permis aux utilisateurs de réduire la charge à soulever au quotidien. Le cas de Marel, à la Fig. 3 illustre également l'amélioration du design d'un élément de support utilisé dans le cadre de la production industrielle de viande, avec à la clé de meilleures performances en matière de propriétés liées au contact avec les denrées alimentaires.

Le cas de DanSTAR à la Fig. 4 illustre également à la perfection l'utilisation de la FA pour améliorer le design et garantir des performances supérieures. La tuyère de fusée 3D tire profit de la liberté offerte par la FA en matière de design. Les améliorations du design sont également mises à l'honneur dans le cas d'Hydrauvision à la Fig. 5 en vue d'améliorer les performances pour un bloc hydraulique optimisé.

Économies d'argent

La production de pièces dont la forme finale est obtenue quasi instantanément, limite les

pertes de matières, ce qui est un avantage considérable pour les pièces de grande valeur. L'élimination d'outils coûteux propres à la fabrication traditionnelle et les économies sur la main-d'œuvre qui se consacre aux montages complexes en raison des besoins de consolidation de pièces, sont également synonymes d'économies financières dans le domaine de la FA.

En guise d'exemple de travail manuel caractérisé par un grand besoin en main-d'œuvre – que la FA pourrait prendre en charge – citons les opérations d'extrusion de cookies employées par Bühler-Meincke pour les machines à cookies, voir Fig. 6.

Réduction des délais

Grâce à la technologie de production directe de la forme finale, les pièces fabriquées sont prêtes à être utilisées dès qu'elles sortent de la machine ou après un traitement limité. Dans le cadre de la phase de conception, cette préparation facilite l'introduction rapide sur le marché, avec un processus de fabrication synonyme d'économies de temps et d'argent

Danfoss : outil de centrage

Danfoss s'est lancé dans l'impression 3D d'un outil de centrage destiné au montage d'un moteur électrique dans l'un des compresseurs de la marque. Derrière cette adoption de l'impression 3D se cache le désir d'éliminer tout matériau superflu en vue de réduire le poids et le prix, tout en conservant suffisamment de masse pour garantir la robustesse de l'outil.

Faits et économies dans le cadre de la reconception avec la FA :



Grâce à la FA, l'outil est devenu bien plus léger : de 1 100 g (aluminium) à 382 g (titane)



Conception avec une géométrie complexe pour réduire le poids



Impression 3D avec technologie de fusion sélective par laser (SLM) en poudre de titane



Le poids réduit facilite la tâche des opérateurs qui soulèvent l'outil 180 fois par jour



Prix d'origine : 5 500 DKK – Prix avec FA : 10 200 DKK – Avec une durée de vie significativement plus longue, et donc une réduction annuelle du prix de l'ordre de 63 %



ou de production de pièces uniques et de services de fin de vie, en adéquation avec une livraison des pièces détachées sans stockage à destination du service après-vente.

Histoire de la fabrication additive

On attribue la naissance de l'impression 3D à Hideo Kodama, inventeur du concept en 1981, lequel a été breveté en 1983 et commercialisé ultérieurement par Charles Hull. Tandis que les autres formes de fabrication classiques existent depuis bien avant la révolution industrielle – qui a accéléré la fabrication telle que nous la connaissons aujourd'hui –, la FA est la nouvelle venue dans le monde du numérique et talonne les précédents concepts.

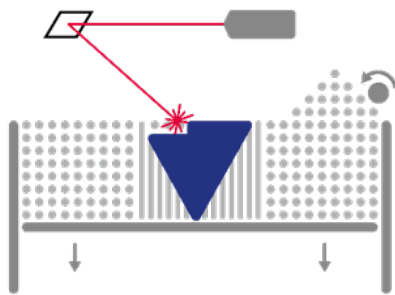


Figure 2. Fusion laser sur lit de poudre (L-PBF)

Les premières imprimantes 3D utilisaient la lumière pour activer les résines photopolymères, ce qui a conduit à la création des pièces polymères. La première imprimante 3D métal disponible sur le marché, le modèle EOSINT M250, a été lancé par EOS GmbH en 1994. Ses capacités étaient limitées au traitement par frittage d'un mélange de matières composé de bronze et de nickel. La FA, utilisée initialement comme outil de fabrication de modèles et de prototypes, s'est développée pour assurer la production à grande échelle de pièces en l'espace de quelques décennies. Aujourd'hui, les composants métalliques produits par FA assurent des fonctions hautement critiques, sous diverses formes : ressorts de torsion pour les véhicules F1, étriers de frein pour l'hypervoiture Bugatti Chiron et la plupart des véhicules Czinger C21, injecteurs de carburant et aubes de turbine sur les moteurs à réaction LEAP et GE9X, propulseurs de fusée SpaceX Dragon, implants médicaux et récemment, pièces du rover Perseverance qui s'est posé sur Mars. La FA métallique s'utilise dans le cadre d'applications critiques, où contrôle et



Marel : élément de support pour la coupe de viande industrielle

Pour un nouveau module de coupe en portions industriel, Marel avait besoin d'un élément de support en mesure d'arrêter le mouvement de la viande sur la courroie du convoyeur, de la maintenir en place pendant la coupe au couteau et de relancer le mouvement après la coupe. L'objectif était de réduire le poids et le nombre d'ensembles propices à l'accumulation des bactéries. La fabrication additive a été choisie dans le cadre de ce projet pour plusieurs raisons.

Faits et économies dans le cadre de la reconception avec la FA :

-  De 42 composants à un seul
-  De 45 ensembles à seulement six
-  Usinage en acier inoxydable 316L désormais imprimé en titane
-  Réduction du poids de 600 g à 250 g
-  Stabilité du prix

Figure 3. Pièce de machine approuvée pour le contact avec les denrées alimentaires

assurance qualité sont essentiels. Si la FA est utilisée pour les pièces critiques hautes performances, ce n'est toutefois pas son seul domaine d'application aujourd'hui. En effet, elle est également employée pour les outils et moules spécifiques, les pièces de machine, et les éléments de préhension pour les usages industriels, ainsi que les biens de consommation, comme les haut-parleurs d'enceintes et les roues de vélos de course.

Processus liés à la fabrication additive

Dans le domaine de la FA, les abréviations liées aux processus sont nombreuses. Cette multitude d'appellations découle principalement du fait que différents fabricants de machines ont attribué des marques différentes à des processus identiques. Si différents noms de marques et abréviations existent, la norme ISO/ASTM 52900:2017

définit une terminologie commune pour la fabrication additive ainsi qu'un cadre pour répartir les différents processus en sept principaux types de FA : la photopolymérisation en cuve, l'extrusion de matière, la stratification de matériau en feuille, la fusion sur lit de poudre, la projection de liant, la projection de matériau et le dépôt de matière sous énergie concentrée.

La présente note d'application se concentre sur la fusion laser sur lit de poudre (de l'anglais L-PBF), également connue sous les noms de procédé Direct Metal Laser Melting (DMLM) et de fusion sélective au laser (FSL). La technologie consiste essentiellement en un processus de soudage laser de particules de poudre métallique fine, une couche à la fois. Voir Fig 2.

La technologie L-PBF comprend d'innombrables paramètres de processus qui peuvent influencer les propriétés et la qualité du produit final.

Balayage laser

Initialement, une fine poudre métallique de particules sphériques, d'un diamètre de 15-60 μm , est répartie uniformément à travers une plateforme de base composée d'une matière compatible avec la poudre de fabrication. Lorsque la poudre a été répartie en une fine couche d'une épaisseur d'à peine 30-90 μm , le laser effectue une opération combinée de balayage, de chauffe et de soudage de la poudre, en parallèle d'un processus de soudage de la matière aux couches directement inférieures. Pour les quelques premières couches, l'opération consiste également à souder la pièce à la plateforme de fabrication. Après balayage laser de la couche, la plateforme est déplacée par incrémentation d'une couche vers le bas pour laisser place à la prochaine couche de fine poudre métallique, et ainsi de suite. Par conséquent, le processus est répété à de nombreuses reprises jusqu'à ce que des milliers de couches assemblées forment le produit final. Les paramètres tels que la puissance du laser, la vitesse de balayage, l'espacement du laser ou la distance entre les différents balayages, l'épaisseur de la couche de poudre et la stratégie de balayage, peuvent tous affecter la manière dont les couches se superposent dans le produit. Pour ajouter une quantité d'énergie suffisante et assurer une fusion totale, la puissance et la vitesse du laser peuvent être réglées. L'espacement entre les balayages laser est généralement réglé de sorte à être inférieur à la largeur de la cuve d'immersion pour garantir un chevauchement entre les différents passages du laser. L'épaisseur des couches est habituellement déterminée en fonction du diamètre de la poudre métallique et du besoin de pénétration complète de la cuve d'immersion avec le matériau sous-jacent.

Atmosphère

Le processus se déroule dans un compartiment clos caractérisé par un vide ou plus fréquemment une atmosphère protectrice d'azote ou d'argon, en fonction de la réactivité du matériau d'impression en cours de traitement. Le gaz protecteur est soufflé à travers la surface de fabrication pour contribuer à éliminer les scories et les projections de soudure du processus de



DanSTAR : impression 3D d'une tuyère de fusée

Les étudiants participant au projet DanSTAR ont imprimé en 3D une chambre de combustion en acier inoxydable pour une fusée conçue et développée de A à Z par leur soin. L'impression 3D s'est directement imposée pour la chambre de combustion, laquelle comprend des géométries internes particulièrement complexes quasiment impossibles à concevoir avec d'autres technologies de production.

Faits en matière de conception avec la FA :



Le seul et unique moteur de fusée à liquides opérationnel créé par des étudiants, en mesure d'atteindre une altitude d'environ 9 000 m.



Grâce à la liberté de conception, un design intelligent a vu le jour au sein duquel le combustible circule à travers le moteur monolithique fabriqué par FA dans des conduits acheminés à l'intérieur même de la paroi de charge de pression, avant toute injection dans la chambre de combustion



Impression 3D en acier inoxydable 316L d'un poids de 5,7 kg, sans besoin d'usinage après l'impression 3D et le post-traitement initial



La fabrication additive et le principe de refroidissement par régénération sont également utilisés par les grands fabricants de moteurs dans le domaine de l'aérospatial, tels que SpaceX et Orbex

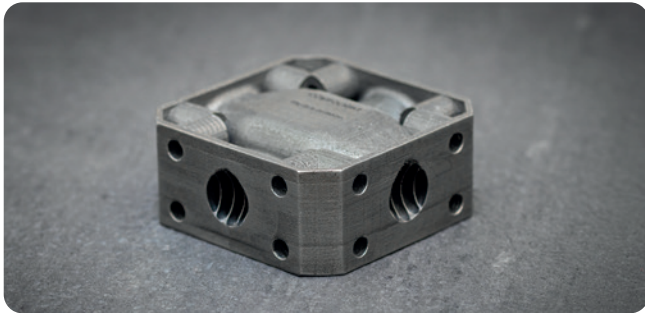
Figure 4. Lance-fusée pour un projet étudiant

soudage depuis la prochaine zone de soudage. La plateforme de fabrication est chauffée pour régler le taux de refroidissement du matériau pendant le soudage. Cette mesure contribue à contrôler la métallurgie formée dans la pièce au cours du processus d'impression et à réduire la formation de stress résiduel. À l'intérieur du compartiment de fabrication, les paramètres liés à l'atmosphère, comme le type de gaz inerte et son degré de pureté, la pression du compartiment et la température, peuvent généralement être contrôlés. Le processus de fabrication se déroule habituellement avec une légère surpression pour éviter toute oxydation en cas de fuite et pour stabiliser la cuve d'immersion.

Libération et traitement thermique

Au terme du processus de fabrication, les pièces sont souvent libérées sous environnement gazeux protégé durant

plusieurs heures. En l'absence de cette libération, certains matériaux et géométries risquent de se fissurer et de se déformer en raison du stress résiduel dès l'étape de tronçonnage depuis la plaque de fabrication. Comme les pièces fabriquées à partir de la technique L-PBF se présentent sous la forme d'une grande structure soudée, elles s'accompagnent par nature d'une microstructure ultrafine rapidement refroidie. Dans la majorité des cas, il en découle une pièce à haute résistance et à faible ductilité. Toutefois, par le biais du traitement thermique, les propriétés mécaniques des pièces fabriquées par L-PBF peuvent être adaptées sur mesure pour correspondre à des propriétés mécaniques spécifiques ou à un certain degré de résistance à la corrosion.



Hydrauvision : bloc hydraulique compact

Dans le cadre du projet Compolight, financé par l'UE, le Danish Technological Institute (DTI) a imprimé un bloc hydraulique compact optimisé pour l'entreprise néerlandaise Hydrauvision. Ce nouveau bloc hydraulique imprimé en 3D améliore le débit dans les systèmes hydrauliques, ce qui permet d'éviter d'importantes pertes d'énergie tout en réduisant de manière significative le poids et les dimensions.

Faits en matière de reconception avec la FA :



Réduction significative du poids et de la taille – de 20,15 kg et 230 x 230 x 54 mm à 0,95 kg et 80 x 80 x 50 mm



Gain de puissance avec une réduction de 25 % des pertes de pression – en limitant les pertes de pression dans le système, inutile de disposer d'un système hydraulique aussi grand qu'avant pour gérer les opérations



La liberté de la conception permet de créer une nouvelle solution sans angles droits et avec une construction bien plus complexe, pour un débit fluide d'huile et d'air à travers le système

Figure 5. Composant haute pression avec une résistance à l'écoulement inférieure



Bühler-Meincke : buses pour la production de cookies

Bühler-Meincke s'est lancé dans la fabrication additive métallique pour ses buses destinées à la production de cookies. Cette technique a permis à l'entreprise de jouir d'une réelle liberté de conception et de réaliser des géométries impossibles à réaliser avec des méthodes de fabrication traditionnelles. Avant, la production était manuelle et reposait sur un seul ouvrier qui soudait les buses ensemble à partir de plusieurs pièces.

Faits et économies dans le cadre de la reconception avec la FA :



Liberté de conception optimale – et reconception sans coûts importants liés aux outils



Absence de joints ou de soudures propices à l'accumulation des bactéries



Traçabilité totale tout au long de la chaîne de production et capacité d'impression dans divers matériaux, tous homologués pour le contact avec les denrées alimentaires



Simplification de la production et cohérence des résultats



Gain de rapidité en production à un prix réduit

Figure 6. Production en série de pièces complexes

Matériaux et fabrication additive

Aujourd'hui, le principal facteur limitant en matière de disponibilité des alliages pour la technique L-PBF réside dans les paramètres de traitement requis. Différents alliages doivent être traités par l'intermédiaire de divers paramètres sur mesure pour garantir des matériaux très denses, réduire au maximum l'accumulation de stress résiduel, atteindre les meilleures surfaces possibles et optimiser la vitesse de production pour limiter le temps de fonctionnement de la machine et ainsi réduire les coûts. Dans certains cas, les traitements thermiques sur mesure se révèlent également nécessaires pour atteindre les propriétés mécaniques et la microstructure finale désirées.

Dans d'autres cas, le matériel peut représenter un facteur limitant. Certains alliages nécessitent un compartiment de fabrication chauffé, des conditions atmosphériques

spécifiques ou une haute puissance laser pour pouvoir être fabriqués.

Les alliages métalliques disponibles provenaient initialement d'industries propices au développement de la FA, à savoir l'industrie automobile, l'industrie aéronautique et le secteur médical. Autrement dit, le développement initial des alliages et des paramètres de production dans le cadre de la fabrication additive se concentrait sur le TiGr5 pour l'utilisation aéronautique et sur le TiGr1 ou Gr23 pour les implants médicaux. D'autres matériaux ont également commencé à être utilisés en FA, à savoir le AlSi10Mg – alliage de moulage bien connu au sein de l'industrie automobile – les aciers à outils comme le H13, quelques variantes d'Inconel, et d'autres alliages à base de nickel, ainsi que l'acier inoxydable 316L. De nombreux nouveaux alliages repensés continuent de conquérir le marché. La base de données sur les matériaux Senvol rassemble

en 2021 plus de 1 200 entrées pour les alliages métalliques destinés à la technique L-PBF.

Caractéristiques des matériaux

En général, les propriétés mécaniques et la densité des pièces issues de la FA sont équivalentes voire supérieures à celles des pièces fabriquées par des méthodes traditionnelles.

La multitude de paramètres de processus en matière de L-PBF nécessite un contrôle et des ajustements minutieux pour éviter tout défaut et garantir une qualité des pièces finales optimale. Les défauts et écarts les plus couramment observés avec la technique L-PBF sont répartis et décrits dans trois groupes principaux :

Qualité de surface

En l'absence de traitement ultérieur, la rugosité supérieure de la surface des pièces fabriquées

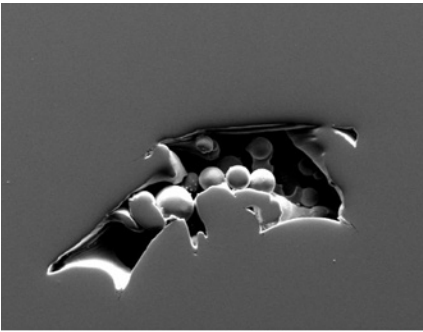
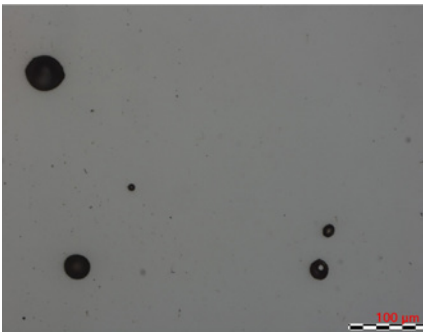


Figure 7. Tranche transversale polie d'une pièce L-PBF.
Exemple de porosité gazeuse (illustration ci-dessus).
Exemple d'une porosité par manque de fusion (illustration ci-dessous).

par FA constitue la différence la plus notable. La transformation de la surface par usinage, polissage, sablage de verre, etc., fait partie intégrante de la fabrication. Les défauts liés à la surface, comme la rugosité et la morphologie, sont grandement influencés par les paramètres en cours de processus et les spécifications du laser, notamment la vitesse et la stratégie de balayage, l'espacement du laser et les dimensions du point.

Géométrie et dimensions

Le retrait par refroidissement dû à la chauffe cyclique peut conduire à des écarts de dimensions par rapport au modèle de dessin assisté par ordinateur (DAO). Le retrait peut se produire dans les directions X, Y et Z et être réduit grâce à l'ajustement des paramètres, comme la puissance laser et la stratégie de balayage.

Défauts liés à la microstructure

Les porosités sont un défaut microstructural fréquent et bien connu en lien avec la technique L-PBF. La quantité, la taille et la forme des porosités affectent directement la densité et les propriétés mécaniques. Les types de porosités sont généralement classés comme manque de fusion ou porosité gazeuse. Le manque de fusion résulte souvent d'un déséquilibre entre les paramètres en cours de processus, comme la puissance du laser, la vitesse de balayage et l'espacement, lesquels conduisent à un trop faible apport en chaleur, à un manque de pénétration ou

à l'absence de chevauchement entre les balayages laser. Ces porosités affichent régulièrement une forme irrégulière et peuvent entraîner une accumulation de stress, avec comme conséquence des propriétés réduites de résistance à la fatigue, comme indiqué à la Fig. 7 (illustration ci-dessous). Les porosités gazeuses arborent une forme sphérique et peuvent généralement être liées à l'emprisonnement de gaz dans les particules de poudre métallique brute ou de gaz inertes au cours du processus de fabrication par L-PBF, comme indiqué à la Fig. 7 (illustration ci-dessus).



Figure 8. Variété d'échantillons métalliques créés par fabrication additive (processus de fusion au laser).

L'hétérogénéité peut survenir simultanément dans la microstructure à mesure que le matériau d'impression est soumis à des séquences cycliques de conduction thermique verticale, de fusion répétée et de solidification rapide. De plus, la géométrie de la pièce imprimée peut potentiellement affecter la condition de solidification, entraînant des écarts au sein de la microstructure. L'anisotropie développée par le processus L-PBF introduit des différences dans les propriétés mécaniques sous différents angles compte tenu de la direction de fabrication. Autrement dit, l'orientation de la pièce doit être considérée avant le lancement du processus d'impression.

Préparation métallographique pour examen microstructural des matériaux issus de la FA

Échantillons pour FA

Les poudres de matières premières font, dans certains cas, l'objet d'un examen de

la distribution des tailles des particules, de la forme ou de la structure.

La pièce imprimée finale n'est pas détruite et, par conséquent, les échantillons de test pour les analyses microstructurales sont des tiges, des barres ou des cubes de petite taille imprimé(e)s ensemble avec la pièce, pour refléter les conditions de fusion au laser et les propriétés microstructurales de chaque couche Figure 8.

Lorsque l'examen métallographique vise à analyser un pore, une fissure, une impureté ou tout autre attribut microscopique ou défaut, l'échantillon est qualifié d'échantillon cible.

Préparation de la fabrication additive : généralités

Pour les trois types d'échantillons pour FA, à savoir les poudres de matières premières, les pièces imprimées ou les échantillons cibles, les exigences sont telles que nous les connaissons : la surface doit être plane et exempte de rayures, tous les éléments structuraux doivent être clairement visibles et la microstructure après préparation doit être dépourvue de déformations et d'artefacts. Généralement, toutes les étapes issues de la fabrication traditionnelle s'appliquent et

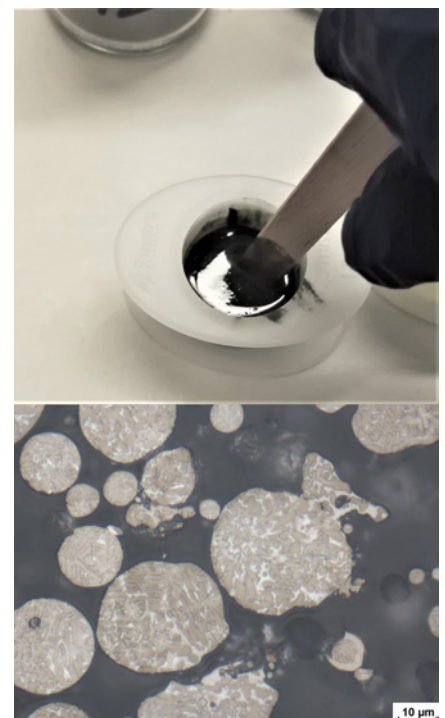


Figure 9. Poudre d'acier métallique mélangée dans l'équipement FixiForm avec CaldoFix-2 (illustration supérieure). Polissage et attaque avec réactif d'attaque de Klemm modifié (illustration inférieure). Fond clair.

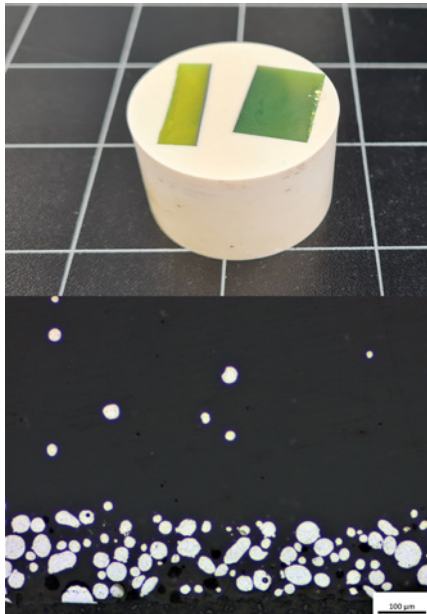


Figure 10. Tranche transversale à travers un enrobage avec poudre AlSiMg10 dans l'EpoFix, avec réenrobage dans DuroCit-3 (illustration ci-dessus). Échantillon poli avec distribution, taille et forme microscopiques des matériaux de la poudre (illustration ci-dessous).

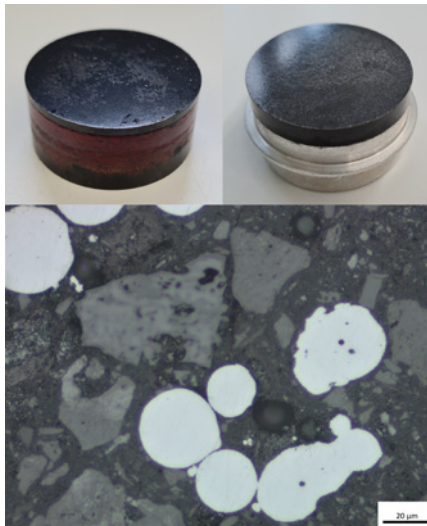


Figure 11. Plaque de poudre métallique enrichie de PolyFast, pressée dans CitoPress, collée temporairement sur l'échantillon factice MultiFast (illustration ci-dessus, à gauche). Plaque collée sur un bloc de support en métal (illustration ci-dessus, à droite) pour examen ultérieur par microscope électronique à balayage. Image microscopique de particules de poudre en acier (illustration ci-dessous) dans PolyFast. Fond clair.



Figure 12. Bridage d'un échantillon de titane par FA dans Secotom-60.

les règles de préparation métallographiques sont, comme toujours, déterminées par les propriétés des matériaux. Ces propriétés sont principalement la dureté, la ductilité et la résistance chimique.

Le processus métallographique suit la séquence traditionnelle suivante : tronçonnage, enrobage, prépolissage, polissage mécanique ou électropolissage et une attaque finale si besoin. Les étapes du processus auront une importance distincte en fonction du type d'échantillons et l'équipement utilisé sera sélectionné en fonction du type d'échantillon et de l'objectif de l'examen métallographique.

Préparation métallographique des poudres de matières premières

L'enrobage à froid des résines époxy constitue la meilleure méthode lorsqu'un examen des poudres est nécessaire. La poudre peut être lentement mélangée à la résine pour augmenter la quantité de matière à examiner (Fig. 9). En fonction de la taille des particules, de l'état d'agglomération, de la densité des matériaux et de la viscosité de la résine, les fractions de poudre les plus importantes peuvent couler sous forme de couche ou demeurer en équilibre. Lorsque l'immersion de fractions de poudres de petite taille ou de matériaux légers est souhaitée, la chauffe de la résine pendant quelques minutes facilite l'opération. Pour pouvoir examiner une distribution complète de taille de particules, il est utile de procéder au tronçonnage longitudinal à travers l'enrobage, puis de procéder au réenrobage à un angle de 90° (Fig. 10).

L'enrobage à chaud de poudres est possible et nécessite une résine sans charges métalliques à moins qu'une attaque additionnelle puisse aider à distinguer la poudre de la résine. Dans certains cas, il peut être utile d'exercer une pression sur une plaque de résine enrichie en poudre. La tablette en elle-même peut être collée temporairement à un échantillon factice ou à un bloc de support métallique de même diamètre (Fig. 11).

Préparation métallographique des échantillons de test pour la FA

La zone d'intérêt d'une pièce imprimée doit

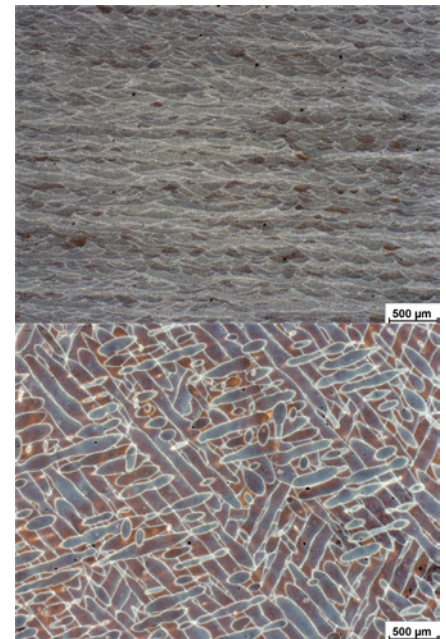


Figure 13. Tranche longitudinale (illustration ci-dessus) et tranche transversale (illustration ci-dessous) de l'alliage AlSi10Mg avec attaque par réactif de Fuss. Fond clair.

être réglée et définie avant le tronçonnage de l'échantillon.

La direction de dépôt des couches doit être prise en compte avant le début du tronçonnage. L'orientation la plus utilisée est parallèle à la direction des dépôts et peut être appelée « tranche longitudinale ».

Une autre vue importante dans la microstructure est perpendiculaire à la direction des dépôts et porte le nom de « tranche transversale » (Fig. 13)

Tous les autres angles définis dans le cadre du processus de dépôt sont possibles, mais peu fréquents. Dans un tel cas de figure, l'angle de tronçonnage doit être défini. Étant donné que les échantillons de test pour la FA sont de petites pièces représentant la grande pièce, un tronçonnage précis est nécessaire et, par conséquent, les tronçonneuses de précision sont privilégiées. La tronçonneuse doit également comprendre des outils de bridage pour les échantillons carrés, ronds ou longs, ainsi que des adaptateurs pour maintenir l'échantillon dans une position précise, par exemple, à un angle ou à une distance spécifique par rapport à la meule de tronçonnage. À la Fig. 12, Secotom-60 est illustrée avec une solution de bridage pour un positionnement précis de petites pièces. Le positionnement est assisté par une visée laser. L'équipement de tronçonnage de précision améliore la précision à l'aide d'une meule

de tronçonnage relativement petite et fine sélectionnée en fonction des matériaux et de leur dureté présumée. S'il s'avère nécessaire de procéder au tronçonnage d'échantillons de très petite taille ou caractérisés par une géométrie complète, le tronçonnage de l'échantillon après enrobage dans des résines époxy transparentes (EpoFix, CaldoFix-2) peut contribuer à la fixation et à la protection de l'échantillon. Pour les échantillons de test pour la FA, le processus d'enrobage n'est pas aussi important que pour les préparations ciblées ou les poudres. Les caractéristiques spéciales de la résine, comme la transparence ou la conductivité, figureront parmi les paramètres de sélection des résines, tout comme la dureté des matériaux.

Équipement :	LectroPol-5
Électrolyte :	A3
Taille du masque :	1 cm²
Température :	Température ambiante de 18-20 °C
Taux du flux :	10-15
Tension :	34-45 V
Durée :	20-30 s

Tableau 1. Méthode de préparation pour le polissage électrolytique du titane.

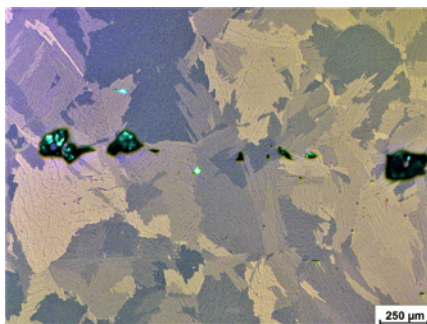


Figure 14. Échantillon de titane avec polissage final et pores. Polissage sur drap MD-Chem avec OP-S NonDry et additif, microstructure visible avec contraste de polarisation.

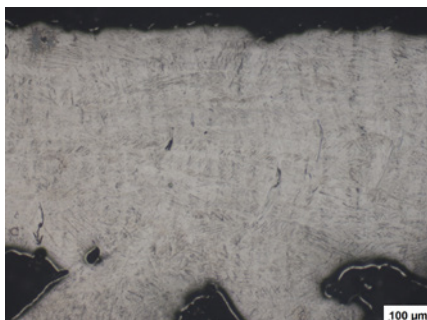


Figure 15. Alliage en titane en mode fond clair. Préparation électrolytique avec A3, en fonc clair sans enrobage.

En fonction des matériaux, de la taille et de la géométrie après le tronçonnage initial, les processus d'enrobage à chaud et à froid sont possibles. L'enrobage à froid est recommandé en présence d'échantillons fragiles, de petites tailles ou de formes complexes. La section suivante présente les méthodes de préparation de surface standard pour 4 groupes de matériaux typiquement utilisés en FA.

Titane

En raison de son extrême ductilité, le titane est vulnérable aux déformations mécaniques et aux

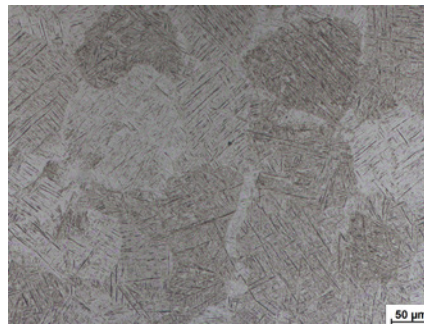


Figure 16. Alliage en titane par polissage électrolytique et attaque chimique avec réactif de Fuss. Fond clair.

rayures lors de la préparation métallographique. Le polissage diamanté doit être évité, tout particulièrement avec du titane pur, au risque de voir apparaître des rayures et des signes de beurrage. Une fois induite, cette couche de déformation est difficile à éliminer. Pour éviter cette problématique, un processus de polissage mécano-chimique peut être utilisé directement après le prépolissage fin et plan. La méthode en trois étapes du Tableau 2 est éprouvée et donne d'excellents résultats reproductibles pour le titane et les alliages en titane.

En guise d'option de déformation faible et rapide, particulièrement utilisée pour les alliages en titane moins alliés, citons l'électropolissage. L'échantillon peut être poli comme un miroir et prêt à être examiné en quelques secondes. Une méthode de polissage électrolytique est illustrée au Tableau 1. Avant de pouvoir réaliser le polissage électrolytique, une surface pré-polie est recommandée. Le temps requis pour effectuer le polissage électrolytique dépend de la rugosité de la surface. En effet, les surfaces plus fines nécessitent moins de temps. La méthode illustrée au Tableau 1 convient à des

Étape		PG	FG	OP
	Surface	MD-Mezzo	MD-Largo	MD-Chem
	Abrasif	Type	Diamant	Diamant
		Dimen-sions	#220	9 µm
	Suspension/Lubrifiant	Eau	DiaPro Allegro/Largo 9	OP-S*
	tr/min	300	150	150
	Force (N)/Échantillon	40***	30	15
	Durée (min)	Jusqu'à planéité	5	5**

Tableau 2. Méthodes de préparation de prépolissage et de polissage pour échantillons de titane de 30 mm sans extraction de l'enrobage de son moule.

* Mélange 70-90 % OP-S avec 10-30 % H2O2 (concentration à 30 %).

** La durée du polissage est fonction de la surface de l'échantillon. De très grands échantillons prennent plus longtemps à traiter que de petits échantillons.

*** Réduisez la pression à 25 N pour éviter l'apparition de formes de crayon lors de la préparation d'échantillons enrobés uniques.

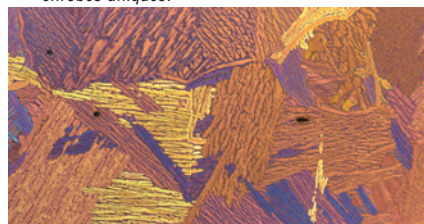


Figure 17. Alliage en titane après attaque avec réactif de Keller. Lumière polarisée.



équipements tels que Struers LectroPol-5. Une microstructure issue d'un échantillon électropoli d'un titane traité par fabrication additive est présentée à la Fig. 15. Pour obtenir des données plus spécifiques sur l'échantillon de titane, un processus d'attaque est nécessaire après la préparation électrolytique ou mécanique. Les caractéristiques de résistance chimique du titane nécessitent une attaque chimique agressive avec des réactifs d'attaque contenant de l'acide fluorhydrique. La quantité de cet acide varie et les réactifs les plus fréquemment utilisés sont connus sous le nom de « Keller », « Kroll » ou « Fuss » (Fig. 16). La lumière polarisée constitue une technique d'attaque optique spécialement adaptée à tous les matériaux à structure hexagonale, comme le titane. Elle peut être employée après le polissage aux oxydes, voir Fig. 14, ou après des méthodes d'attaque supplémentaires spéciales comme celle de l'attaque au réactif de Keller, voir Fig. 17.

Aluminium

L'aluminium est une matière généralement tendre, bien que les éléments d'alliage peuvent altérer grandement ses propriétés mécaniques. La préparation de l'aluminium se heurte au défi de l'introduction de déformations profondes

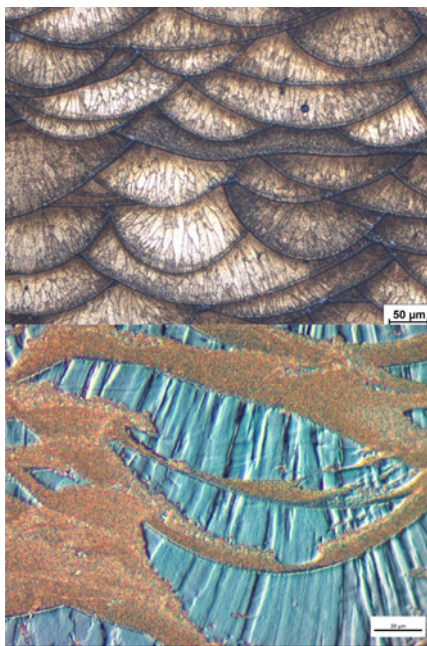


Figure 18. Différents alliages d'aluminium après attaque par réactif de Barker en fond clair (illustration ci-dessus) et contraste interférentiel, DIC, (illustration ci-dessous).

 Étape		 PG	 FG	 DP 1	 OP
	Surface	MD-Molto	MD-Largo	MD-Mol	MD-Chem
	Type	Diamant	Diamant	Diamant	Silice colloïdale
	Dimen- sions	#220	9 µm	3 µm	0,25 µm
	Suspension/ Lubrifiant	Eau	DiaPro Allegro/ Largo 9	DiaPro Mol R3	OP-S NonDry
	tr/min	300	150	150	150
	Force (N) / échantillon	25	30	25	15
	Durée (min)	Jusqu'à planéité	4	3	1

Tableau 3. Méthode de prépolissage et de polissage pour échantillons d'aluminium de 30 mm sans extraction de l'enrobage de son moule

pendant le prépolissage ou l'enrobage d'abrasifs durs dans le matériau à l'étape du prépolissage ou du polissage. Cela peut se produire si la surface de préparation choisie est trop dure ou agressive. La qualité du résultat de polissage représente également un défi pour l'aluminium étant donné qu'une surface bien polie est nécessaire pour créer un contraste suffisant à des fins d'analyse de la microstructure. Une méthode de préparation de l'aluminium est illustrée au Tableau 3. Un disque de prépolissage plan rigide, MD-Molto, a été spécialement conçu pour les alliages d'aluminium au-dessus de 50 HV1. MD-Molto offre un bon taux d'enlèvement de matière et élimine le risque d'arrondissement des bords observé lors de l'utilisation de papiers ou de Foils SiC. En matière de prépolissage fin, le disque MD-Largo avec une suspension diamantée de 9 µm (p. ex., DiaPro Allegro/Largo) convient à un éventail de matériaux et est choisi pour l'aluminium afin de résoudre les problèmes de déformation et

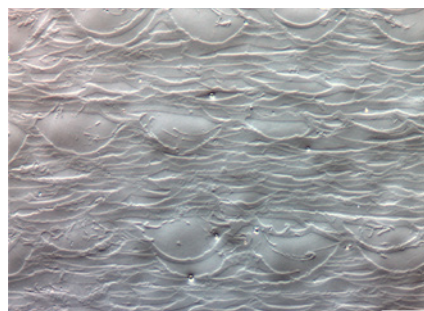


Figure 19. Surface avec polissage fin d'alliage d'aluminium. Polissage avec MD-Chem et OP-S. Contraste interférentiel, DIC, sans attaque.

de rayures et d'éliminer le risque d'intégration de diamants dans un matériau tendre. En revanche, cette solution de prépolissage fin en douceur affiche un taux d'enlèvement de matière plus faible et conduit dès lors à des opérations plus longues. Le besoin d'un processus de polissage minutieux de l'aluminium est comblé par la combinaison d'une étape de polissage aux oxydes et d'une étape de polissage diamanté. Un drap de polissage doux est employé, le MD-Mol, avec une suspension diamantée de 3 µm, suivi par une étape de polissage à la silice colloïdale, OP-U. Les suspensions de polissage final doivent être utilisées sur une surface comme MD-Chem. Pour une planéité et une netteté des bords supérieures, un autre drap d'une élasticité inférieure, tel que le MD-Nap peut également être utilisé.

Pour révéler davantage de détails ou des données plus spécifiques dans les structures en aluminium, les méthodes d'attaque chimique, électrochimique et optique peuvent



Figure 20. Équipement de préparation électrolytique Struers, LectroPol-5.

Étape	PG	FG	DP 1	OP
 Surface	MD-Alto	MD-Largo	MD-Dac	MD-Chem
 Abrasif	Type	Diamant	Diamant	Silice/Alumine
	Dimen- sions	9 µm	3 µm	0,25/0,01 µm
 Suspension/ Lubrifiant	Eau	DiaPro Allegro/ Largo 9	DiaPro Dac 3	OP-S NonDry / OP-A
 tr/min	300	150	150	150
 Force (N) / échantillon	25	40	20	15
 Durée (min)	Selon les besoins	5	4	2-3

Tableau 4. Méthode de prépolissage et de polissage pour échantillons d'acier inoxydable de 30 mm sans extraction de l'enrobage de son moule.

Équipement :	LectroPol-5
Électrolyte :	200 ml d'eau + 10 ml d'acide tétrafluoroborique (35 %) (réactif de Barker)
Taille du masque :	2 cm ²
Tension :	24 V
Taux du flux :	8
Durée :	1-2 min

Tableau 5. Méthode de préparation pour polissage électrolytique et attaque de l'aluminium.

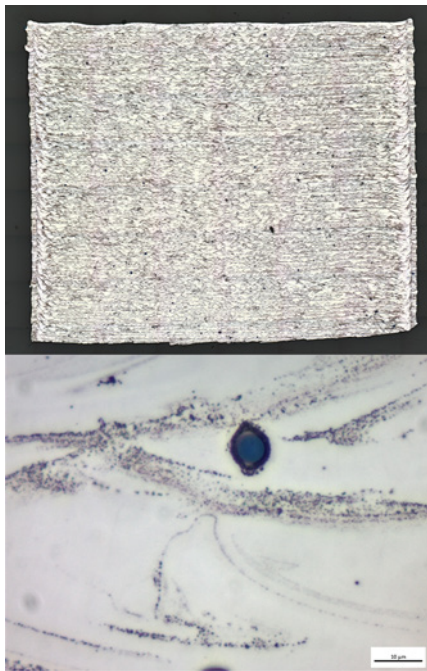


Figure 21. Vue d'ensemble d'un alliage d'aluminium par FA, attaque avec réactif de Barker (illustration ci-dessus). Vue détaillée de l'alliage d'aluminium, avec précipitation à fort grossissement (illustration ci-dessous). Fond clair.

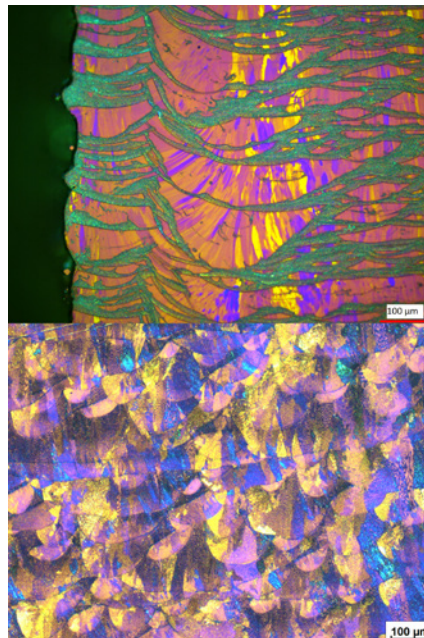


Figure 22 Alliage d'aluminium après attaque par réactif de Barker (illustration ci-dessus). Attaque Inconel avec Adler (illustration ci-dessous). Lumière polarisée.

être utilisées (ou bien ou une combinaison de ces méthodes). La Fig. 19 présente un échantillon poli par contraste interférentiel. Avec cette technique, les informations topographiques de la surface de l'échantillon sont mises en évidence. À la Fig. 18, des échantillons traités par attaque électrolytique avec un réactif de Barker sont illustrés. À la Fig. 22, un échantillon après une attaque avec un réactif de Barker est illustré à la lumière polarisée. Une méthode d'attaque électrolytique de l'aluminium avec un réactif de Barker est illustrée au Tableau 5. La méthode convient pour un équipement Struers LectroPol-5, voir Fig. 20.

Alliages à base de nickel et d'acier inoxydable

Les aciers inoxydables et les alliages à base de nickel sont souvent tendres et ductiles. Par conséquent, il convient d'éviter l'utilisation de surfaces de prépolissage très grossières et de pression élevée. Pour résoudre ce problème, un disque de prépolissage plan dédié, le MD-Alto, est utilisé (Tableau 4). Le prépolissage fin est effectué avec une suspension diamantée sur disque rigide (MD-Largo) ou, comme solution alternative pour certains types d'aciers inoxydables, sur un drap MD-Plan. Le prépolissage fin est suivi d'un polissage diamanté minutieux sur un drap moyennement tendre, le MD-Dac, et le polissage final avec de la silice colloïdale (OP-S), ou de l'alumine (OP-A) afin d'éliminer toutes les rayures fines. Cette étape doit être réalisée avec minutie et peut prendre plusieurs minutes. Un bon polissage final augmente les chances d'obtenir un meilleur contraste.

La méthode peut également être utilisée pour les échantillons par fabrication additive dont la porosité doit être évaluée. Dans ce cas de figure, l'étape de polissage aux oxydes finale est abandonnée, étant donné que le polissage de 3 µm sur un drap d'acétate moyen/dur MD-Dac révèle la véritable porosité sur l'échantillon, voir Fig. 23.

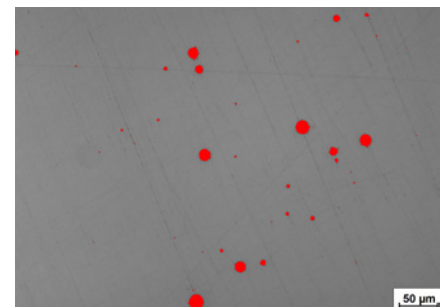


Figure 23. Mesure de la porosité de l'acier inoxydable par fabrication additive après étape de polissage sur 3 µm avec le drap MD-Dac, sans attaque, fond clair. Les rayures visibles proviennent de la suspension diamantée de polissage de 3 µm.

Équipement :	LectroPol-5
Électrolyte :	A3
Zone :	1 cm ²
Tension :	35 V
Taux du flux :	13
Durée :	25 s

Tableau 6. Méthode de préparation pour le polissage électrolytique des aciers inoxydables. Prépolissage initial sur feuille/papier SiC #320, #500 et #1000.



En guise de solution alternative au polissage mécanique, citons le polissage électrolytique, effectué avec un électrolyte à base d'acide perchlorique (A3). Une méthode pour l'équipement Struers LectorPol-5 est illustrée au Tableau 6.

Les aciers résistants à la corrosion et austénitiques ainsi que les superalliages à base de nickel peuvent être attaqués avec des acides comme la soude V2A, le réactif d'attaque Adler (Fig. 25) ou les réactifs d'attaque colorants (p. ex., Beraha II/III ou Lichtenegger et Bloech). De plus, l'attaque optique avec un filtre de contraste interférentiel (DIC) peut se révéler utile sur les aciers inoxydables. Consultez la Fig. 24 après le polissage aux oxydes et la Fig. 26 après l'attaque électrolytique.

La méthode d'attaque électrolytique, avec 10% d'acide oxalique dans l'eau, est très fréquente, voir la Fig. 26 et le Tableau 8. Pour les aciers duplex, l'attaque électrolytique avec du NaOH (20% dans l'eau) donne de bons résultats. La lumière polarisée est une méthode d'attaque optique pouvant être utilisée après une attaque additionnelle spéciale comme l'acide oxalique pour les aciers austénitiques, ou les réactifs d'Adler pour les superalliages à base de nickel, voir Fig. 25.

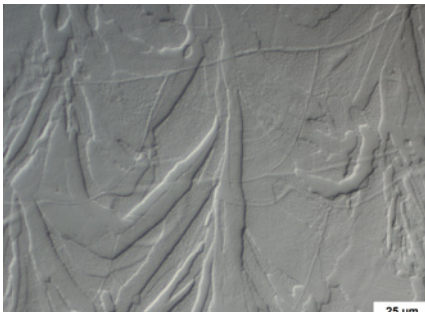


Figure 24. Acier austénitique après polissage avec OP-S sur MD-Chem. Structure visible sans attaque chimique. Contraste interférentiel, DIC.



Figure 25. Inconel 718, attaque avec réactif d'Adler. Fond clair.

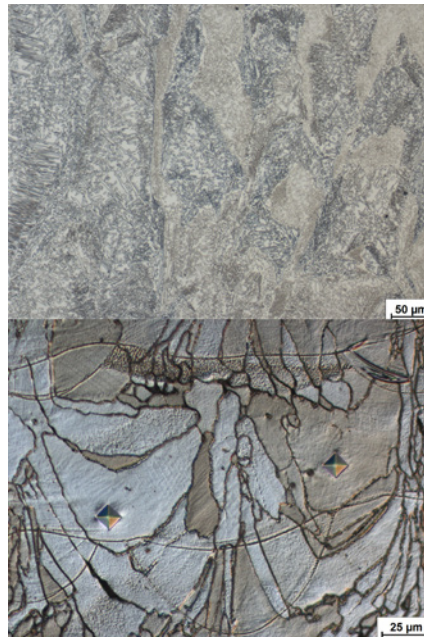


Figure 26. Acier duplex 1.4462 après attaque électrolytique avec acide oxalique (10 %). Fond clair (illustration ci-dessus). Acier duplex 1.4410 avec microempreintes de dureté, après attaque électrolytique avec 20 % de NaOH dans l'eau, DIC (illustration ci-dessous).

Étape		PG	FG	DP 1	DP 2	OP
	Surface	MD-Piano 220	MD-Allegro	MD-Dac	MD-Nap	MD-Chem
	Abrasif	Type	Diamant	Diamant	Diamant	Alumine
		Dimen-sions	#220	9 µm	3 µm	1 µm
	Suspension/ Lubrifiant	Eau	DiaPro Allegro/ Largo 9	DiaPro Dac 3	DiaPro Nap B 1	OP-A
	tr/min	300	150	150	150	150
	Force (N) / échantillon	35	35	35	25	15
	Durée (min)	Selon les besoins	9	6	1	1

Tableau 7. Méthode de prépolissage et de polissage pour échantillons d'acier à outils de 30 mm sans extraction de l'enrobage de son moule.



Figure 27. Acier à outils 1.2709 après attaque avec réactif de Klemm modifié (10/3) et ajout de HCl.

Équipement :	LectorPol-5
Électrolyte :	10 % d'acide oxalique aqueux
Tension :	15 V
Durée :	60 s

Tableau 8. Méthode de préparation pour attaque électrolytique de l'acier inoxydable.

Aciers à outils

Les aciers à outils sont des aciers fortement alliés contenant de grandes quantités d'éléments d'alliage tels que le chrome, le nickel, le vanadium, le tungstène ou le molybdène. La principale difficulté lors du prépolissage et du polissage des aciers à outils fortement alliés est de veiller à la préservation des carbures et des inclusions non métalliques. En fonction de l'état de la microstructure, les carbures peuvent soit se fracturer pendant le prépolissage ou être extraits de la matrice plus tendre pendant le prépolissage ou le polissage.

Pour ces types de métaux ferreux, aucune ductilité ou propension au beurrage et aux rayures ne doit être prise en compte, voir

Tableau 7. Des disques de prépolissage plan diamantés à haut taux d'enlèvement de matière, comme le MD-Piano, peuvent être utilisés. Pour l'étape de prépolissage fin, un disque diamanté avec liant métallique, le MD-Allegro, avec une suspension diamantée de 9 µm, est utilisé avant les étapes de polissage diamanté.

Pour les aciers à outils fortement alliés, un réactif d'attaque de Klemm modifié peut être utilisé. (voir Fig. 27)

Préparation ciblée

Pour les matériaux caractérisés par une fabrication additive, il est particulièrement intéressant d'étudier les attributs microscopiques de la microstructure. Ces cibles peuvent être des pores, des fissures ou des inclusions issu(e)s du processus de frittage laser, ainsi que des impuretés provenant de différents matériaux de matières premières, comme les poudres, voir Fig. 29. Si des porosités et des fissures ouvertes sur la surface sont visibles, l'utilisation de résines époxy avec poudres fluorescentes enrobées sous vide constitue une solution utile, voir Fig. 28.

Le fait de chauffer les résines époxy à 50-60°C pour augmenter la viscosité et d'utiliser le refroidissement actif pendant le durcissement confère un bon taux d'imprégnation et un risque nettement moindre de formation de fentes et de retrait. Le recours à des colorants fluorescents nécessite une fonctionnalité spéciale au microscope.

Avant la détection par rayons X de la cible, l'échantillon cible est fixé dans un porte-échantillons spécial, voir Fig. 31.

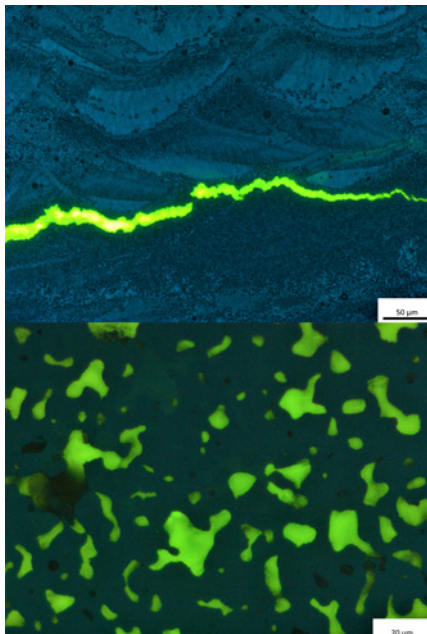


Figure 28. Remplissage d'une fissure dans un alliage d'aluminium avec de la résine fluorescente (illustration ci-dessus). Porosité ouverte dans l'acier austénitique (illustration ci-dessous).

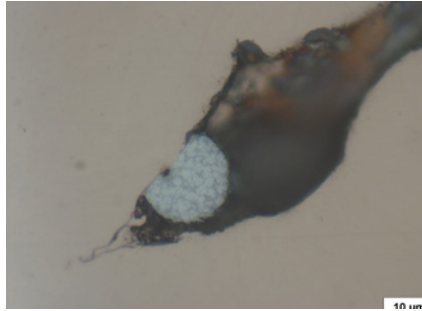


Figure 29. Contamination de particule de poudre AISi dans l'échantillon CuCrZr1. Fond clair.

La machine de prépolissage et de polissage (Fig. 30) utilise la position de la cible et une méthode spéciale de polissage à base de consommables avec enlèvement de matière constant pour atteindre le point d'intérêt souhaité, voir Fig. 32.



Figure 30. Struers Target Master pour enlèvement de matière contrôlé.

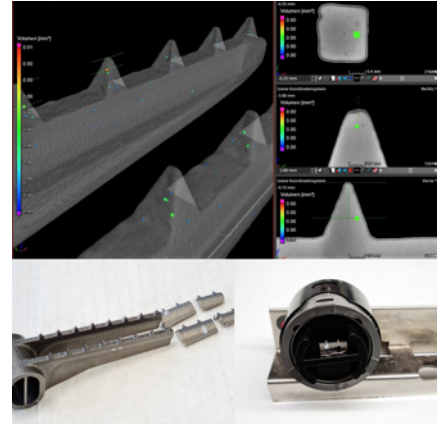


Figure 31. Haut : Détection aux rayons X du pore de plus grand volume (illustration ci-dessus). Échantillon découpé de la pièce fixée dans un Target Grip et prêt pour la préparation (illustration ci-dessous).

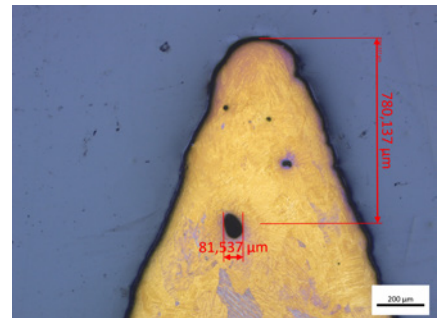


Figure 32. Image de microscope optique du pore le plus grand dans l'alliage en titane, préparation avec Target System. L'échantillon a été attaqué avec un réactif de 100 ml d'eau, de 10 g de NaOH et de 10 ml de H₂O₂.



Struers ApS

Pederstrupvej 84
DK-2750 Ballerup,
Danemark
Téléphone +45 44 600 800
Télécopie +45 44 600 801
struers@struers.dk
www.struers.com

Note d'application

Métallographie pour matériaux créés par fabrication additive

Nikolaj Kjelgaard Vedel-Smith, Danish Technological Institute, Aarhus, Danemark

Søren Jepsen Mark, Danish Technological Institute, Aarhus, Danemark

Holger Schnarr, Struers GmbH, Willich, Allemagne

Ólafur Magnús Ólafsson, Struers ApS, Ballerup, Danemark

Remerciements/crédits

1. Remerciements : M. Bärtl, M. Palm (Airbus München), M. Binczycki (FHG ILT Aachen), M. Hengsbach (University Paderborn), M. Mark (Dansk Teknologisk Institut, DTI) pour la fourniture des matériaux.
2. Les cas des Figures 1, 3, 4, 5 et 6 sont fournis par le Danish Technological Institute.
3. Toutes les images de microstructure sont fournies par le Dr Holger Schnarr, Struers GmbH