

### Séminaire du 24 Février 2023



Fabrication Additive

### Etude de l'influence de la ségrégation chimique sur la sensibilité à la fissuration à la solidification d'un superalliage base nickel élaboré par L-PBF

Elisa Borges Mendonça<sup>a</sup>, Sylvain Dépinoy<sup>a</sup>, Christophe Colin<sup>a</sup>, Nicolas Leriche<sup>b</sup>, Marie-Hélène Berger<sup>a</sup>.

<sup>a</sup>Mines Paris, Université PSL, Centre des Matériaux (CMAT), CNRS UMR 7633 BP 87, F-91003 Evry Cedex, FR. <sup>b</sup> Safran Additive Manufacturing Campus, Rue de Touban, 33185 Le Haillan, FR

Les superalliages base nickel, et en particulier l'Inconel 738, sont utilisés en aéronautique pour garantir le bon fonctionnement mécanique des pièces à très hautes températures. Dans le but d'améliorer les rendements, Safran vise une augmentation de la température en service ainsi qu'une réduction de la masse des moteurs rendue possible par l'optimisation topologique et le procédé de fabrication additive par fusion laser sur lit de poudre (L-PBF). Cependant, les vitesses de refroidissement élevées engendrées par le procédé accentuent la sensibilité à la fissuration lors de la solidification de l'Inconel 738 [1].

Dans la littérature, la ségrégation chimique lors de la solidification d'éléments tels que le bore, le zirconium, ou encore le silicium, est souvent présentée comme une cause possible de cette fissuration [2], [3]. Néanmoins, la majorité de ces études sont réalisées sur des pièces massives ayant subies de multiples cycles thermiques lors de leur construction. Il est donc difficile de discriminer les enrichissements chimiques dus à la ségrégation lors de la solidification et ceux dus à la diffusion des éléments, activée thermiquement, à l'état solide. Pour se défaire de ce biais, la présente étude est effectuée sur des monocordons n'ayant par définition pas subis de cycles de chauffage-refroidissement post-consolidation ce qui permet la caractérisation fine des microstructures de solidification. Deux de ces monocordons ont été réalisés sur substrat froid avec des paramétries très différentes, menant à des densités de fissuration différentes dans une pièce massive. Les deux autres monocordons ont été lasés sur la dernière couche d'une pièce, respectivement à 10 mm et 30 mm de hauteur de construction, impliquant un lasage de monocordon sur un substrat chaud. En effet, il a été constaté une réduction de la densité de fissures avec l'augmentation de la hauteur des pièces, due à l'augmentation de la température de la pièce qui engendre des gradients thermiques moins élevés.

La démarche proposée se base sur des caractérisations métallurgiques au MET. La microstructure comporte les mêmes phases en présence pour tous les échantillons, soit une matrice  $\gamma$  sous forme de dendrites submicrométriques sans bras secondaires, ainsi que des carbures et des oxydes d'aluminium localisés préférentiellement aux espaces interdendritiques. Aucun précipité  $\gamma'$  n'est observé, confirmant le caractère hors équilibre de la solidification. Les profils de ségrégation chimique ont été déterminés par analyses STEM-EDX à l'aide d'un protocole de reconstruction adapté [4],[5]. La variation de ces différents paramètres microstructuraux (taille de dendrites, état de précipitation, profils de ségrégation) en fonction des conditions de fabrication est discutée.

#### Références:

[1] M. Cloots, P. J. Uggowitzer, et K. Wegener, « Investigations on the microstructure and crack formation of IN738LC samples processed by selective laser melting using Gaussian and doughnut profiles », *Materials & Design*, vol. 89, p. 770-784, janv. 2016, doi: 10.1016/j.matdes.2015.10.027.

- [2] H. Gruber, E. Hryha, K. Lindgren, Y. Cao, M. Rashidi, et L. Nyborg, « The effect of boron and zirconium on the microcracking susceptibility of IN-738LC derivatives in laser powder bed fusion », *Applied Surface Science*, vol. 573, p. 151541, janv. 2022, doi: 10.1016/j.apsusc.2021.151541.
- [3] A. Després *et al.*, « On the variety and formation sequence of second-phase particles in nickel-based superalloys fabricated by laser powder bed fusion », *Materialia*, vol. 15, p. 101037, mars 2021, doi: 10.1016/j.mtla.2021.101037.
- [4] M. Ganesan, D. Dye, et P. D. Lee, « A technique for characterizing microsegregation in multicomponent alloys and its application to single-crystal superalloy castings », *Metall and Mat Trans A*, vol. 36, n° 8, p. 2191-2204, août 2005, doi: 10.1007/s11661-005-0338-2.
- [5] S. Dépinoy, M. Sennour, L. Ferhat, et C. Colin, « Experimental determination of solute redistribution behavior during solidification of additively manufactured 316L », *Scripta Materialia*, vol. 194, p. 113663, mars 2021, doi: 10.1016/j.scriptamat.2020.113663.

### Avantages et défis industriels et stratégiques du Metal Binder Jetting dans la fabrication de pièces aéronautiques

Benjamin SANGOUARDa, Denis MESSAGERa et Agnès SCHNELLa,b

JPB Système, fabricant de solutions auto-freinées pour le domaine de l'aéronautique, est reconnue comme entreprise très innovante en France. Détentrice de nombreux brevets, cette société s'est fait connaitre grâce à sa solution de bouchons endoscopes aéronautiques auto-freinées permettant de se passer de l'usage de fil frein. Depuis 2017, elle s'intéresse à la fabrication additive métallique comme solution de production flexible. Les procédés additifs ont deux grands avantages pour JPB Système :

- Permet de ne plus être dépendant de prestataires extérieurs (type : fonderie) pour la production de pièces brutes à reprendre par usinage
- Permet une plus grande liberté dans la conception de nouvelles pièces ou l'amélioration de conceptions existantes

Le Metal Binder Jetting a rapidement été identifié comme une solution adaptée aux besoins de JPB. Une première thèse de 2017 à 2022 a permis de comprendre et optimiser les premières étapes de ce procédé. Une deuxième thèse, lancée en 2021, se concentre quant à elle sur la finalité du MBJ avec les étapes de déliantage et de frittage. Les résultats des premiers travaux de recherche ont permis d'obtenir des « boites à outils » permettant de maitriser la qualité de la pièce sur les premières étapes du procédé (de l'impression jusqu'au déliantage).

Aujourd'hui, JPB Système a identifié plusieurs pièces où le MBJ donnerait de nombreux avantages. L'un des cas d'application est un composant issue de la fonderie ou fabriqué par usinage traditionnel. Si ce composant était imprimé, toute sa fabrication serait internalisée et sa conception améliorée, notamment en terme de gain de masse.

Les travaux de recherche actuels se concentrent notamment sur la maitrise géométrique du retrait de pièces, dû entre autres au retrait lié à la densification pendant le frittage. S'en suivra des essais mécaniques pour assurer qu'une pièce « imprimée » remplace sans problème une pièce « usinée » dans un moteur d'avion.

En parallèle, JPB Système va prochainement participer à l'établissement de normes grâce à l'UNM (Union de NorMalisation) afin de définir les règles liées au procédé pour assurer une bonne qualité de pièce finale aux clients.

<sup>&</sup>lt;sup>a</sup> JPB Système, Chemin du Bassin, 77950 MONTEREAU-SUR-LE-JARD

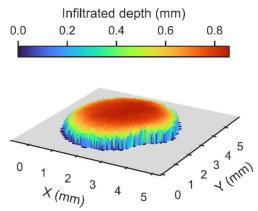
<sup>&</sup>lt;sup>b</sup> Centre des Matériaux Mines PARIS, 63-65 Rue Henri Auguste Desbruères, 91100 CORBEIL-ESSONNES

# Maîtrise de la fabrication additive de pièces métalliques de grandes dimensions par Metal Binder Jetting pour l'industrie mécanique

Thomas Cheny<sup>1</sup>, Christophe Colin<sup>1</sup>, Benoit Verquin<sup>2</sup>

Le Metal Binder Jetting (MBJ) est un procédé d'impression 3D couche par couche consistant à injecter sélectivement un liant dans un lit de poudre afin de lier les particules métalliques entre elles [1]. Après l'impression globale de la pièce et l'étape de réticulation, une pièce "à vert" est obtenue. D'autres traitements tels que le déliantage et le frittage sont ensuite nécessaires pour obtenir la pièce finale. Alors que de nombreux travaux ont été menés sur le frittage de différents matériaux, la compréhension des relations entre les paramètres de fabrication et les propriétés de la pièce à vert (résistance mécanique, densité relative et précision dimensionnelle) a quant à elle peu été étudiée.

Dans ce travail, l'accent est mis sur la compréhension de l'interaction liant-poudre pendant l'étape d'impression et l'effet des paramètres clés du procédé sur la qualité des pièces à vert. En partant de la méthode de la goutte posée pour déterminer la géométrie du volume élémentaire infiltré [2] (Figure 1), la compétition entre l'étalement et l'infiltration de la goutte a été étudiée.



**Figure 1.** Analyse au profilomètre laser du volume infiltré par une goutte de liant dans le lit de poudre (goutte de taille millimétrique).

De la mesure de la profondeur réellement infiltrée lors de l'impression à la détermination de l'effet de l'évaporation partielle du liant dans la zone inter-couches, des avancées dans la compréhension de l'interaction entre les volumes infiltrés ont été réalisées. Contrairement à ce qui était précédemment supposé dans la littérature [3], la preuve de l'évaporation partielle des solvants du liant pendant le processus d'infiltration a été fournie dans ce travail. L'extrême importance de certains paramètres du procédé dans le contrôle de l'évaporation ainsi que de la densité relative du lit de poudre a été mise en évidence pour assurer une résistance suffisante et une bonne précision dimensionnelle des pièces réticulées. Ces points sont cruciaux pour permettre l'augmentation de la taille des pièces en MBJ et obtenir des échantillons frittés aux cotes et sans distorsion.

#### Références

- [1] ISO/ASTM 52900:2021, **2021**.
- [2] Y. Bai et al., Journal of Manufacturing Science and Engineering, 2018, 141.
- [3] D.A. Schlachter et al., ACS Omega, 2022, 7, 5636-5645.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> MINES Paris, Université PSL, MAT - Centre des Matériaux, CNRS UMR 7633, BP 87, 91003 Evry, France

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> CETIM, Institut Carnot, CS 50802, 42952 Saint-Etienne Cédex 1, France

### Metal Binder Jetting de l'AISI H13 : Impression et optimisation des traitements thermiques

Quentin SABY<sup>a</sup>, Chiristophe REYNAUD<sup>a</sup>, Benoit VERQUIN<sup>a</sup>

<sup>a</sup> CETIM, Institut Carnot, CS 50802, 42952 Saint-Etienne Cédex 1, France

Les travaux présentés portent sur l'impression de l'acier à outils X40CrMoV5-1 (AISI H13) sur deux machines de Metal Binder Jetting : la Digital Metal P2500 et la Desktop Metal Lab P-1. Dans un premier temps, la présentation se focalise sur le développement du frittage. Dans le cas du H13, un frittage SLPS (Supersolidus Liquid Phase Sintering) est nécessaire pour obtenir une densité élevée. Les principales difficultés rencontrées lors du frittage SLPS sont la décarburation et la déformation excessive de la pièce. Après frittage, les microstructures, propriétés mécaniques, et teneurs en carbone sont caractérisées. Pour les deux technologies, les propriétés mécaniques sont cohérentes avec celles du H13 MIM et corroyé. Toutefois, la résilience de l'acier est faible (< 5 J). Ainsi, dans un deuxième temps, la cause de cette faible résilience est identifiée à l'aide de calculs Thermo-Calc, d'analyses microstructurales, et d'observations des faciès de rupture. La fragilisation est due à la précipitation de carbures de vanadium aux joints de grain lors du refroidissement après frittage. La réalisation de traitements thermiques de dissolution est ensuite étudiée.

# Fabrication de pièces en IN718 par MBJ : vers la compréhension et la maîtrise des étapes de déliantage et frittage

Agnès SCHNELL<sup>a,b</sup>, Benjamin SANGOUARD<sup>b</sup>, Christophe COLIN<sup>a</sup>

<sup>a</sup> MINES Paris, Université PSL, MAT - Centre des Matériaux, CNRS UMR 7633, BP 87, 91003 Evry, France

Le Metal Binder Jetting (MBJ) est un procédé indirect de fabrication additive sur lit de poudre (LdP) et sans fusion. Le MBJ consiste à projeter du liant, un mélange composé d'un polymère dissous dans un ou plusieurs solvants, de manière sélective sur le LdP. Le liant s'infiltre entre les particules de poudre qui se lient et se rapprochent des unes des autres par capillarité. La pièce imprimée est ensuite placée dans une étuve de réticulation où le polymère se durcit et tout le solvant s'évapore. On obtient une pièce « à vert » qui après dépoudrage est placée dans un four de déliantage pour éliminer tout résidu carboné à la suite de la décomposition thermique du polymère. Une fois le déliantage terminé, la pièce « brune » est très poreuse et ses propriétés mécaniques sont faibles. Il est nécessaire d'effectuer un post-traitement thermique appelé frittage afin d'obtenir une pièce résistante et dense, [1].

Des cycles de déliantage + frittage dans un four industriel sous vide secondaire ont été effectués sur une pièce réticulée ainsi que sur de la poudre libre. Cette étude a mis en évidence l'importance de l'étape de déliantage qui vise à éliminer tout le polymère restant dans la pièce tout en limitant l'oxydation. Cette suppression de polymère doit être complète si l'on veut éviter la précipitation de carbures lors du frittage qui engendrent l'absence de précipités durcissants et donc de faibles propriétés mécaniques des pièces en Inconel 718.

Les problématiques rencontrées lors des dernières étapes de la fabrication des pièces par MBJ (déliantage et frittage) seront présentées. Le fort gradient de porosité dans la pièce à vert, dû à la technologie du MBJ consistant à fabriquer une pièce couche par couche, engendre un retrait anisotrope lors du frittage ainsi qu'une importante distorsion des pièces de géométrie complexe. Les perspectives et les essais prévus pour étudier et comprendre ces mécanismes seront exposés.

#### Référence

[1] M. Ziaee and N. B. Crane, "Binder jetting: A review of process, materials, and methods," Additive Manufacturing, Elsevier B.V., vol. 28, (2019), pp. 781–801.

<sup>&</sup>lt;sup>b</sup> JPB Système, Chemin du Bassin, 77950 Montereau-sur-le-Jard, France



Vous pouvez nous contacter:

• Par courrier postal :

Centre des Matériaux Pierre-Marie Fourt Mines Paris CNRS UMR 7633, BP 87 91003 Evry, France

Par téléphone : +33 (0)1 60 76 30 00

Par courrier électronique : <u>semteam@mat.mines-paristech.fr</u>

• Site web: <a href="https://www.mat.minesparis.psl.eu/seminaires/">https://www.mat.minesparis.psl.eu/seminaires/</a>

#### **Equipe séminaire :**

Matthieu ASSAINTE Arij GUERZIZ Juliette REDONNET Mohamed SAHAOUI