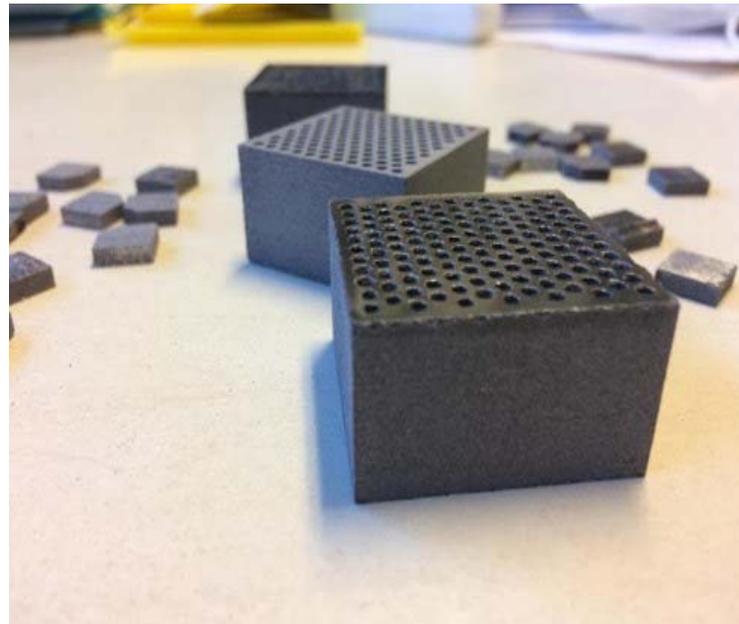


Caractérisation de matériaux en fabrication additive

Emma TOFFIN



Introduction

- Différences micro structurales et mécaniques entre matériaux traditionnels et matériaux issus de la FA
- Important de comprendre et de caractériser ces nouveaux matériaux



Pièces et échantillons en inox 316L sur le plateau de fabrication chez le sous-traitant (procédé SLM)

I) Projets

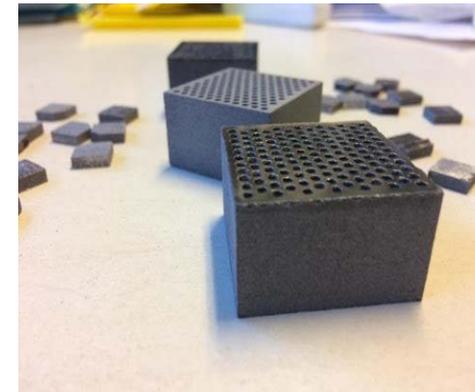
1. THIDOS
2. BPM
3. Chambre à plasma
4. Guides d'onde

1. THIDOS (tungstène)

Enjeux

- Collimateur en tungstène pour gamma-caméra ambulatoire
- Optimisation dosimétrie individuelle pour le traitement des maladies thyroïdiennes à l'iode radioactif
- Choix FA :
 - géométrie complexe des trous hexagonaux
 - tungstène difficile à usiner
- Enjeu : densité > 95%

Procédé SLM



Collimateurs et échantillons issus de la fabrication additive



Gamma-caméra ambulatoire

2. BPM (inox 316L)

Enjeux

- Enjeu : qualifier l'inox 316L car très utilisé pour accélérateurs
- Beam Position Monitor : mesure position du faisceau grâce à des électrodes
- Test compatibilité UHV
- Test sur accélérateur PHIL

Procédé SLM



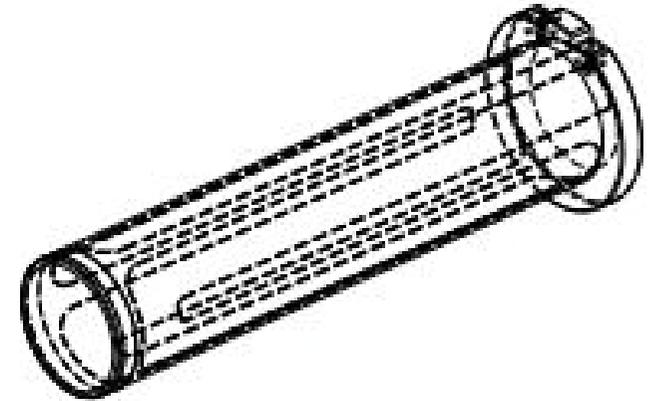
BPM et échantillons sur le plateau de fabrication chez le sous-traitant

3. Chambre à plasma (aluminium AlSi₁₀Mg)

Enjeux

- Projet de chambre à plasma du Laboratoire de Physique Subatomique et de Cosmologie (LPSC) à Grenoble
- Choix FA : canaux de refroidissement intégrés
- HIP : compression isostatique à chaud
 - But : augmenter la densité
- Etudier les effets du traitement thermique sur les caractéristiques du matériau
- Compatibilité UHV confirmée pour les tubes non traités

Procédé SLM



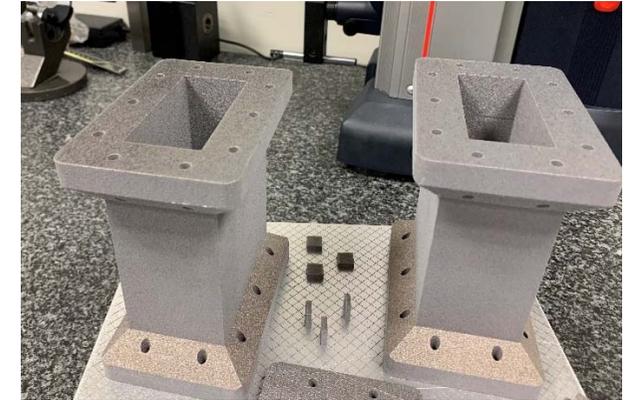
Dessin de la chambre à plasma du LPSC

4. Guides d'onde (aluminium AlSi₁₀Mg)

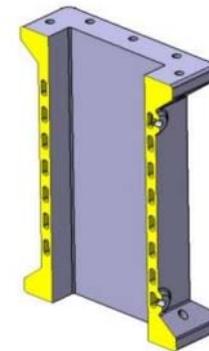
Enjeux

Procédé SLM

- Guides HF pour accélérateurs
- Circuit de refroidissement intégré (impossible à réaliser en traditionnel)
- Compatibilité HF à tester
- Enjeu : impression de pièces plus complexes



Guides d'onde et échantillons sur le plateau de fabrication



Coupe d'un guide d'onde et circuit de refroidissement

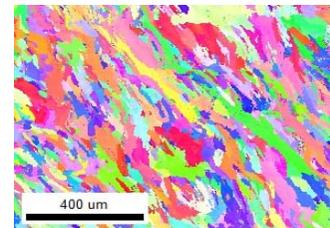
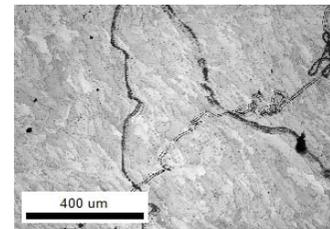
II) Procédés de caractérisation

1. Microscope Électronique à Balayage
2. Microscope confocal
3. Mesure de densité par la méthode d'Archimède
4. Mesure de densité par pycnométrie hélium
5. Mesure de densité par porosimétrie par intrusion de mercure

1. Microscope Electronique à Balayage

Protocole

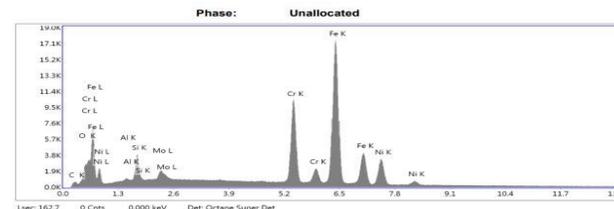
- Images en haute résolution de la surface d'un échantillon
- Electron BackScatter Diffraction (EBSD)
 - Microstructure (isotropie)
- Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDX)
 - Nature chimique



Images obtenues au MEB et à l'EBSD d'un échantillon d'inox 316L issu du procédé DED



Microscope Electronique à Balayage



Graphique des éléments détectés par l'EDX

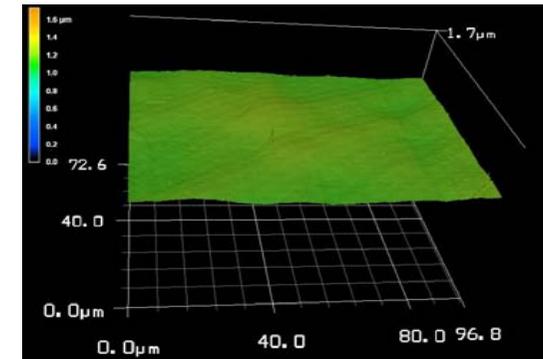
2. Microscope confocal

Protocole



Microscope confocal KEYENCE

- Plan focal de l'objectif à différents niveaux de profondeur dans l'échantillon
- Représentations tridimensionnelles de l'objet sur des logiciels d'analyse



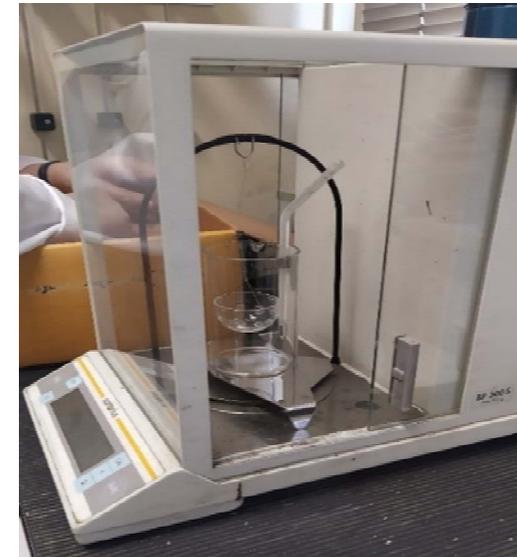
Vue 3D de la surface d'un échantillon après polissage en grandissement x150

3. Mesure de densité par la méthode d'Archimède

Protocole

- Mesures de masses :
 - Sèche
 - Immergée dans l'eau
 - Humide

$$\rho = \frac{m_{sèche}}{m_{humide} - m_{immergé}} * \rho_{liquide}$$



Dispositif de pesée de la mesure de densité par méthode Archimède

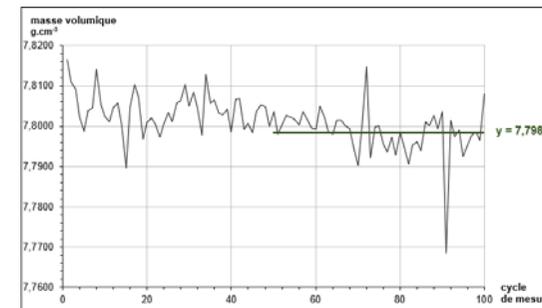
4. Mesure de densité par pycnométrie hélium

Protocole

- Mesure la densité squelettique d'un échantillon
- Dispositif :
 - 2 cellules
 - Surpression dans l'une et détente dans l'autre
- Calcul du volume exact de l'échantillon
- Conversion en densité

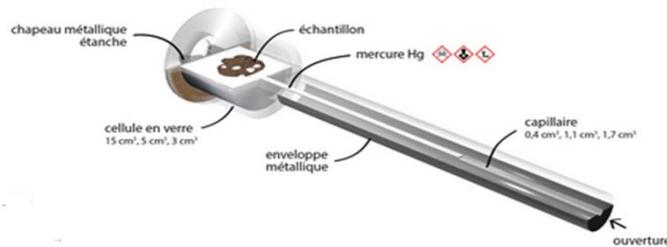


Pycnomètre de SAYENS : AccuPyc II 1340

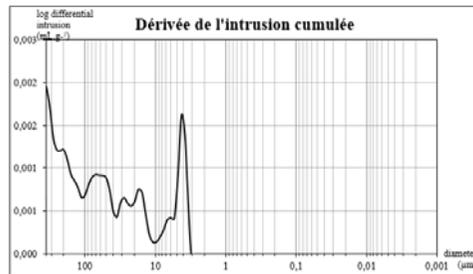


Densité des échantillons en fonction du nombre de cycles de mesure

5. Mesure de densité par porosimétrie par intrusion de mercure Protocole



Dispositif de porosimétrie par intrusion de mercure de SAYENS



Dérivée de l'intrusion cumulative de mercure en fonction du diamètre des pores de l'échantillon

- Dispositif : pousse le mercure dans les porosités de l'échantillon en montant en pression
- On mesure la variation de volume du mercure
- Mesure les densités d'enveloppe et squelettique d'un échantillon

III) Résultats

1. THIDOS
2. BPM
3. Chambre à plasma
4. Guides d'onde

THIDOS (tungstène)

Résultats

| | Archimède | Pycnomètre He (squelettique) | Porosimètre Hg | |
|-----------------------------------|------------|---------------------------------|----------------|------------|
| | | | squelettique | enveloppe |
| | %théorique | %poudre | %théorique | %théorique |
| Prod 3 (UTBM) | 90,03% | 98,90% | 98,29% | 89,58% |
| Prod 4 (M&I Matériaux) | 93,45% | 99,01% | 98,44% | 95,34% |
| Prod 5 (UTBM) | | 99,95% | 98,55% | 93,11% |
| Prod 6 (UTBM) | | 100% | 98,86% | 96,99% |
| Prod 7 (UTBM) | 97,25% | | | |
| Prod 8 (VolumE) | | 98,33% | 98,13% | 93,68% |
| Prod 9 (VolumE) | | 98,33% | 98,03% | 95,28% |

Tableau récapitulatif de toutes les mesures de densité effectuées sur les différentes production de tungstène

THIDOS (tungstène)

Interprétation

| | Pycnomètre He | Porosimètre Hg | |
|------------------------|---------------|----------------|------------|
| | | Squelettique | Enveloppe |
| | %poudre | %théorique | %théorique |
| Prod 6 (UTBM) | 100% | 98,86% | 96,99% |
| Prod 9 (VolumE) | 98,33% | 98,03% | 95,28% |

Tableau récapitulatif de toutes les mesures de densité effectuées sur les différentes production de tungstène

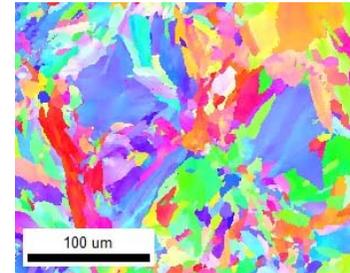
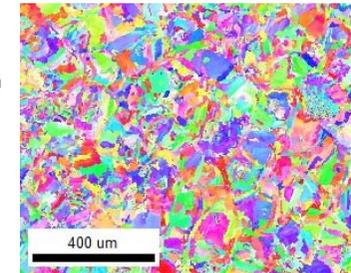
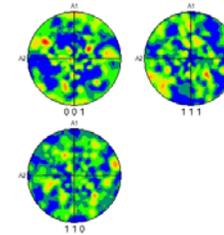
- La dernière production de VolumE n'est pas aussi dense que celle de l'UTBM
- Mais tout de même au dessus de 95%
- Le chef de projet lance la production de collimateurs chez VolumE

BPM (inox 316L)

Résultats et interprétation

- ⇒ Densité : 97,88 % par mesure Archimède
- ⇒ Isotrope micro structurellement
- ⇒ Comportement mécanique : meilleure limite d'élasticité (au minimum 100 MPa de plus)

Horizontal :



Vertical :

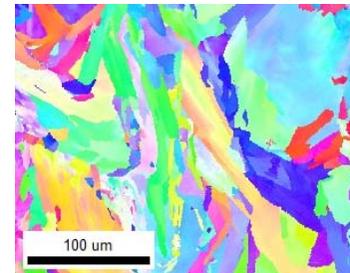
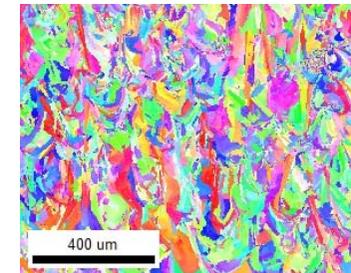
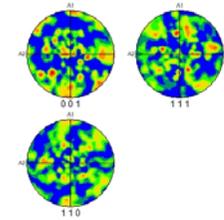


Image à l'EBSd d'un échantillon horizontal et d'un échantillon vertical de BV Proto

Chambre à plasma (aluminium AlSi₁₀Mg)

Résultats et interprétation

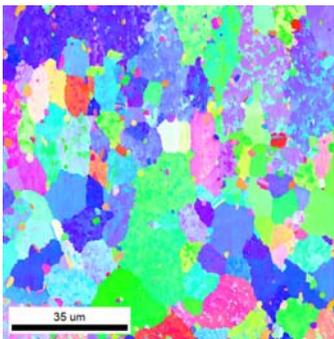
| | Archimède | Pycnométrie hélium (squelettique) | Porosimétrie intrusion mercure | | Porosités ouvertes (%) |
|----------------|-----------|---|--------------------------------|-------------------------|---------------------------|
| | | | Densité enveloppe | Densité squelettique | |
| Ech non traité | 95,9% | 97,4% | 96,3% | 97,4% | 1,21% |
| Ech traité | 96,5% | 98,3% | 96,3% | 98,1% | 1,60% |

Tableau récapitulatif des résultats des mesures de densité effectuées sur des échantillons d'aluminium traités et non traités thermiquement

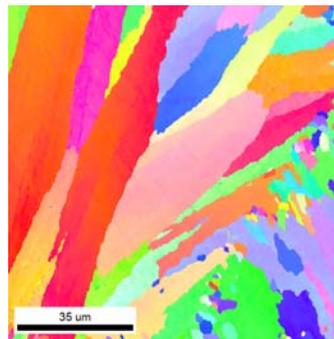
⇒ Pas de résultat concluant

Chambre à plasma (aluminium AlSi₁₀Mg)

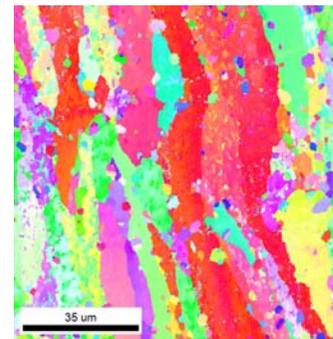
Résultats et interprétation



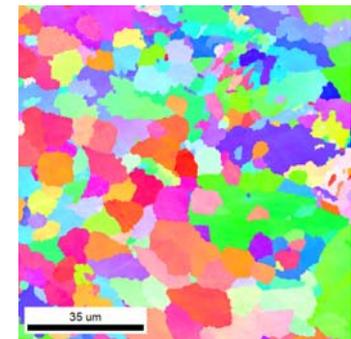
⇒ Sans traitement
⇒ Impression horizontale



⇒ Avec traitement
⇒ Impression verticale



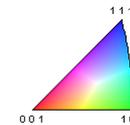
⇒ Sans traitement
⇒ Impression verticale



⇒ Avec traitement
⇒ Impression horizontale

Images à l'EBSD de quatre échantillons d'AGS

Color Coded Map Type: Inverse Pole Figure [001]
Crystal direction
Face Centered Cubic



Guides d'onde (aluminium AlSi₁₀Mg)

Résultats et interprétation

- ⇒ Pas de claquage aux tests VNA (analyseur de réseau) bas niveau
- ⇒ Traitement aux acides pour améliorer l'état de surface



Echantillons envoyés à la société Hydrochem pour tester les traitements aux acides



Montage des tests au VNA

Merci pour votre attention !