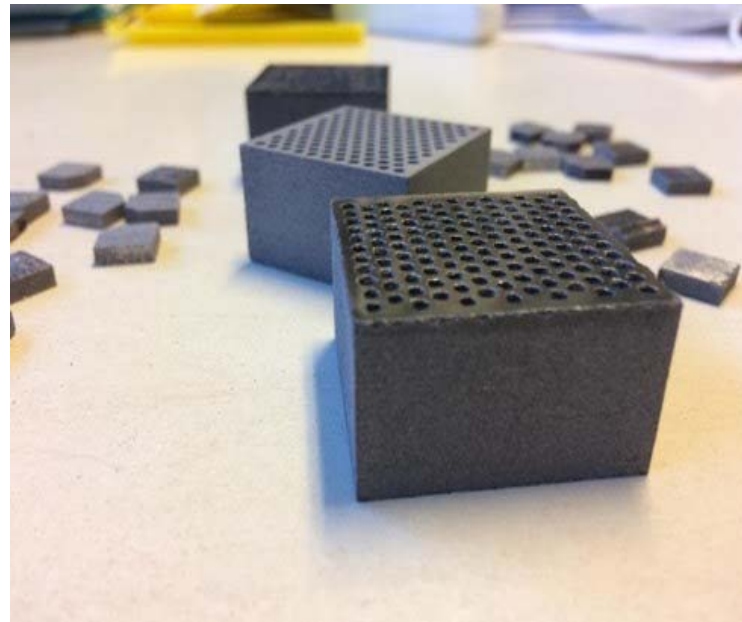


# Caractérisation de matériaux en fabrication additive

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

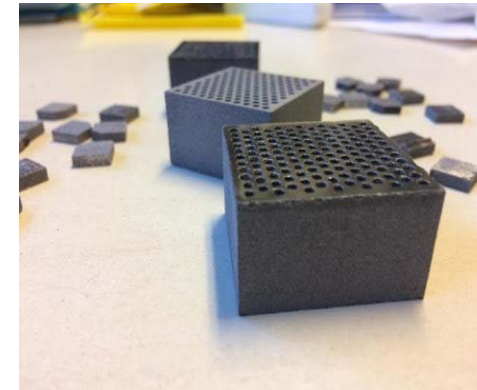
1. THIDOS
2. BPM
3. Chambre à plasma
4. Guides d'onde

# 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



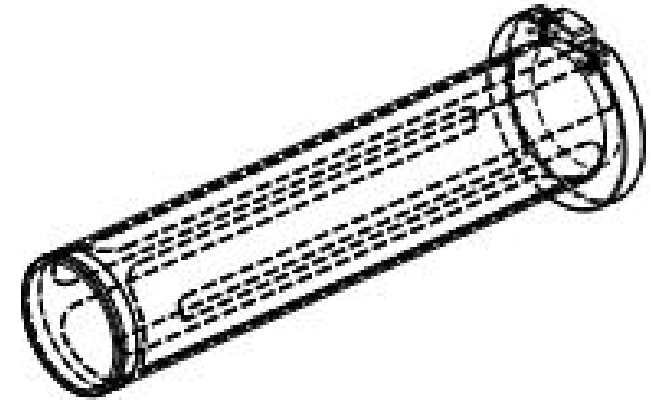
*BPM et échantillons sur le plateau de fabrication chez le sous-traitant*

### 3. Chambre à plasma (aluminium AlSi<sub>10</sub>Mg)

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



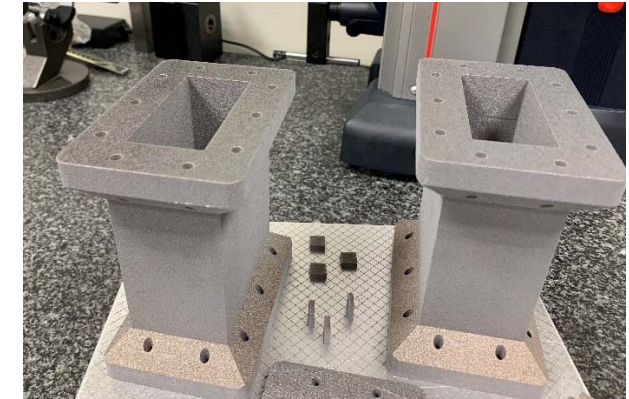
*Dessin de la chambre à plasma du LPSC*

## 4. Guides d'onde (aluminium AlSi<sub>10</sub>Mg)

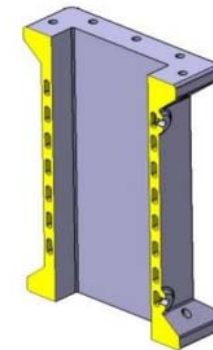
### Enjeux

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

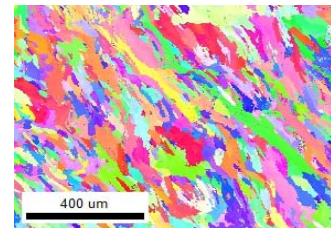
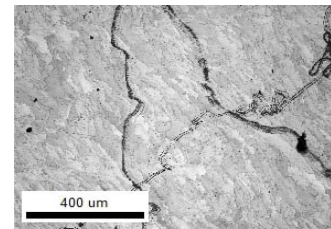
1. Microscope Électronique à Balayage
2. Microscope confocal
3. Mesure de densité par la méthode d'Archimède
4. Mesure de densité par pycnométrie hélium
5. Mesure de densité par porosimétrie par intrusion de mercure



# 1. Microscope Electronique à Balayage

## Protocole

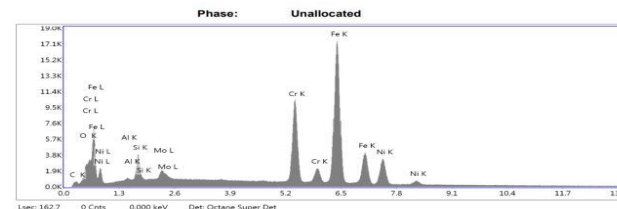
- Images en haute résolution de la surface d'un échantillon
- Electron BackScatter Diffraction (EBSD)
  - Microstructure (isotropie)
- Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDX)
  - Nature chimique



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

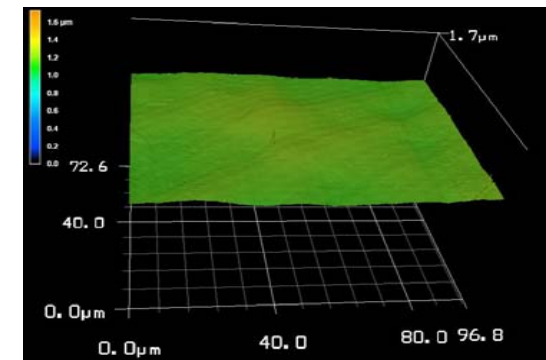
## 2. Microscope confocal

### 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



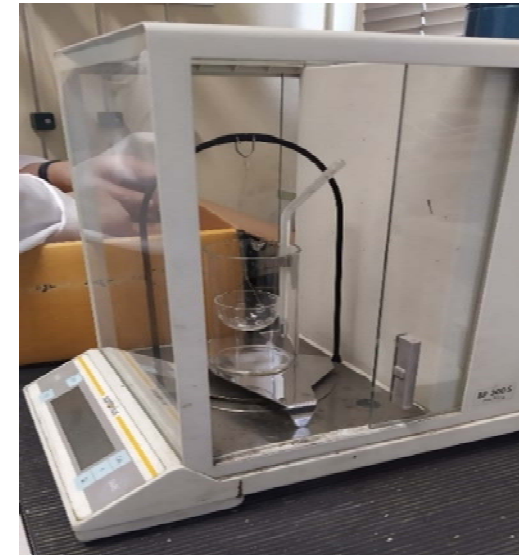
Vue 3D de la surface d'un échantillon après polissage en grandissement x150

# 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

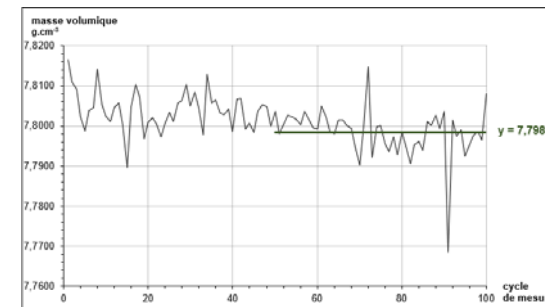
## 4. Mesure de densité par pycnométrie hélium

### 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

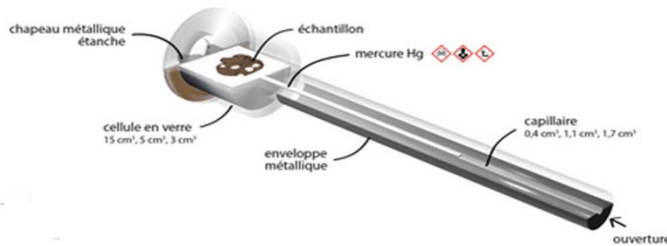


Pycnomètre de SAYENS : AccuPyc II 1340

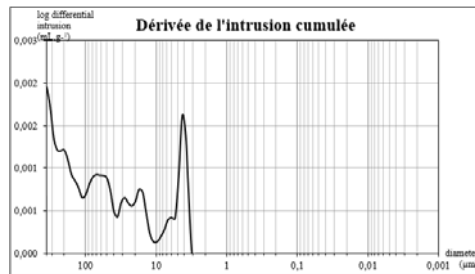


Densité des échantillons en fonction du nombre de cycles de mesure

## 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
<b>Prod 3 (UTBM)</b>	90,03%	98,90%	98,29%	89,58%
<b>Prod 4 (M&amp;I Matériaux)</b>	93,45%	99,01%	98,44%	95,34%
<b>Prod 5 (UTBM)</b>		99,95%	98,55%	93,11%
<b>Prod 6 (UTBM)</b>		100%	98,86%	96,99%
<b>Prod 7 (UTBM)</b>	97,25%			
<b>Prod 8 (VolumE)</b>		98,33%	98,13%	93,68%
<b>Prod 9 (VolumE)</b>		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
<b>Prod 6 (UTBM)</b>	100%	98,86%	96,99%
<b>Prod 9 (VolumE)</b>	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

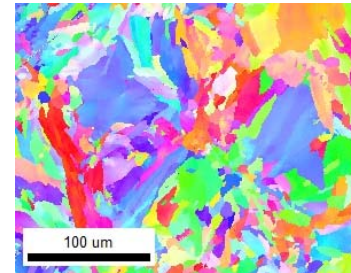
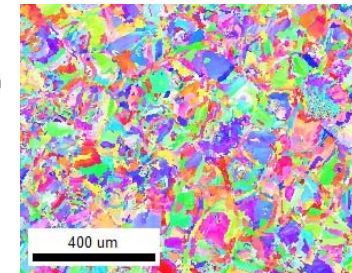
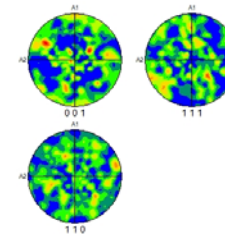


# BPM (inox 316L)

## 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 :

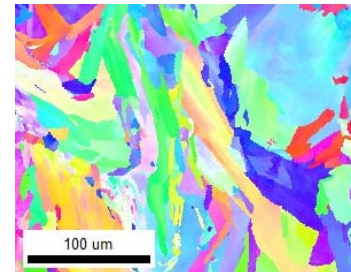
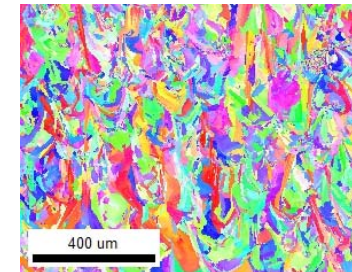
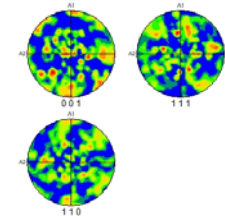


Image à l'EBSd d'un échantillon horizontal et d'un échantillon vertical de BV Proto

# Chambre à plasma (aluminium AlSi<sub>10</sub>Mg)

## Résultats et interprétation

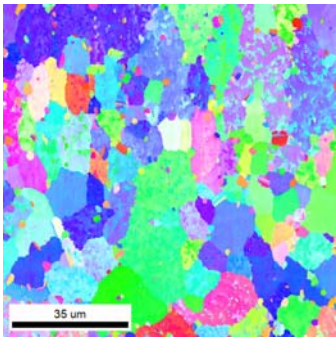
	Archimède	Pycnométrie hélium (squelettique)	Porosimétrie intrusion mercure		Porosités ouvertes (%)
			Densité enveloppe	Densité squelettique	
Ech non traité	95,9%	97,4%	96,3%	97,4%	1,21%
Ech traité	96,5%	98,3%	96,3%	98,1%	1,60%

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

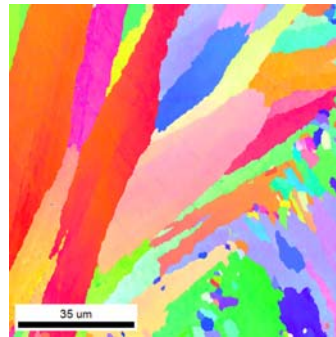
⇒ Pas de résultat concluant

# Chambre à plasma (aluminium AlSi<sub>10</sub>Mg)

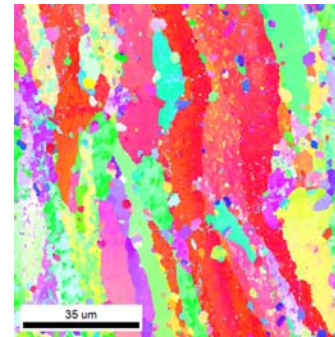
## Résultats et interprétation



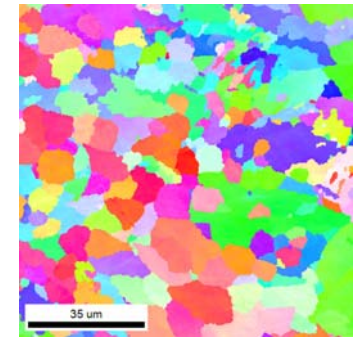
⇒ Sans traitement  
⇒ Impression horizontale



⇒ 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



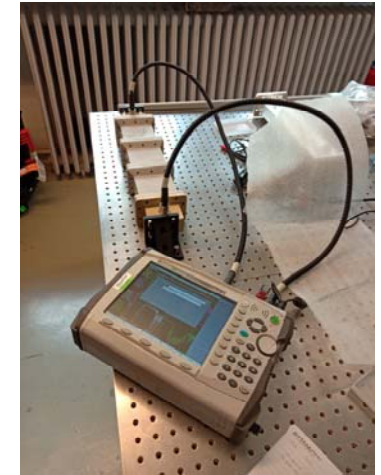
# Guides d'onde (aluminium AlSi<sub>10</sub>Mg)

## 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 !