



11 mars 2021 ■ ■

■ Mise en œuvre de dépôts « cold spray » à partir de poudres base nickel pour le chaînage avec la fusion laser

Etude des effets mécaniques et thermiques sur les microstructures

Cléa Plouze,

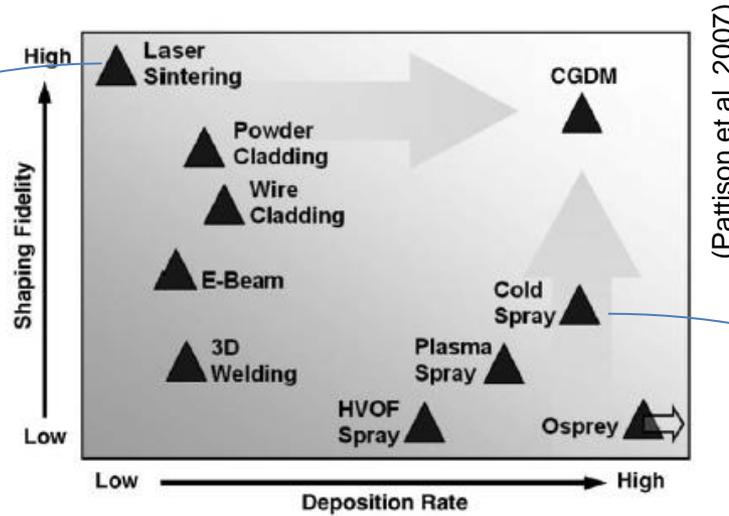
Directeur de thèse : Vincent GUIPONT,

Collaboration : Antoine DEBRAY, Georg MAUER, Lyliat FERHAT, Djamel MISSOUM-BENZIANE



Fabrication additive à partir de poudres

○ Divers procédés de FA



(Rias et al., 2014)



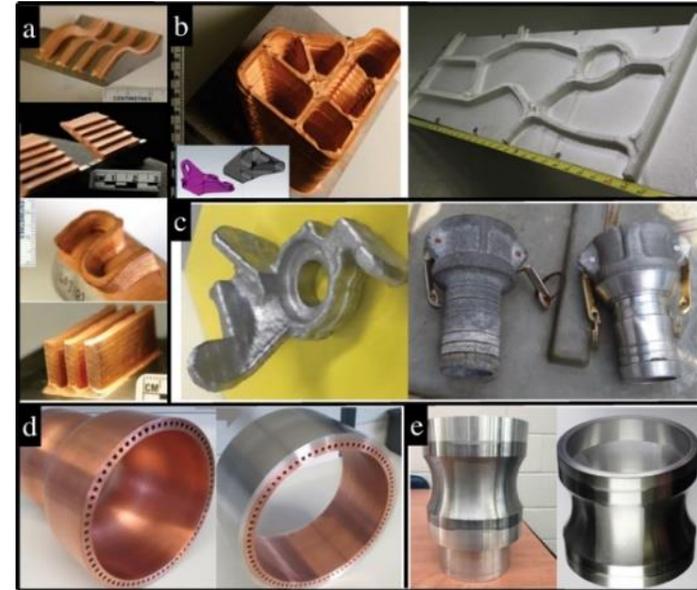
316L Surgical guide made by Laser Beam Melting (Courtesy of IK4-Lortek)



Tooling insert by Laser Beam Melting (Courtesy of BMW)



Ni 718 Combustion chamber made by Laser Beam Melting (Courtesy of Concept Laser GmbH)



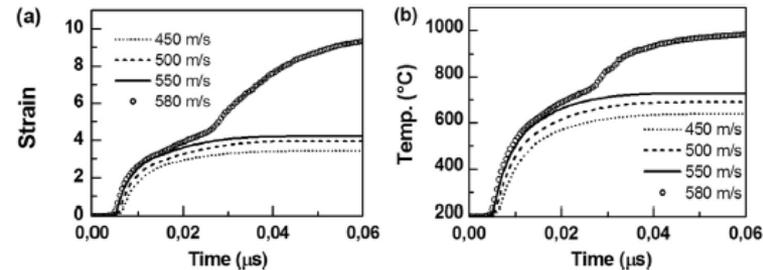
(a, b, e) CNR C-Canada, (c) Spee3D-Australie, (d) Impact Innovations-Allemagne

Laser Beam Melting (LBM)

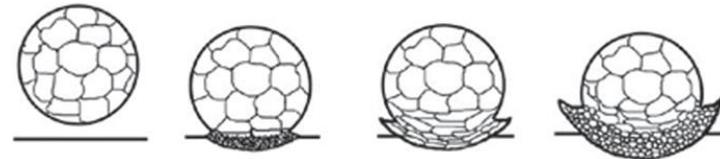
Cold Spray (CS)

Dépôts Cold Spray base Ni

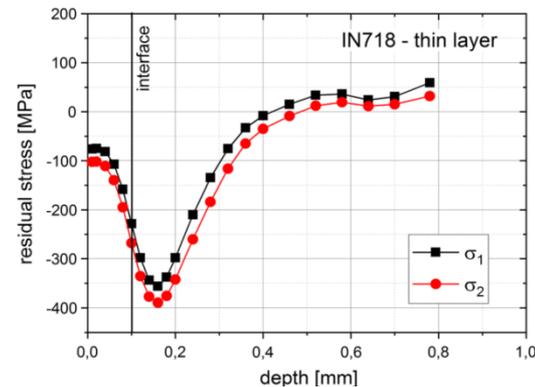
- Adhésion des particules de poudres :
 - Cisaillement adiabatique à l'interface
 - Vitesses supersoniques → Vitesse critique
 - Vitesse de déformation: 10^6 - 10^9 s⁻¹
 - Écrouissage, Recristallisation
- Construction en deux phases
 - Adhésion/Déformation particule/substrat
 - Adhésion/Déformation particule/particule
- Origine des contraintes résiduelles
 - Mécanique :
 - Déformation plastique à l'impact
 - Grenailages successifs
 - Thermique
 - Échauffement/refroidissement local et global
 - Différences de dilatation thermique
- Base Ni (IN718, IN625, IN738LC, Ni)
 - Alliage de fonderie → peu ductile → vitesse critique élevée
 - Optimisation du procédé et des poudres
 - Applications Réparation et FA



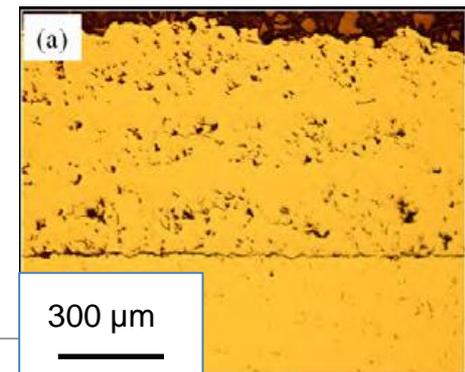
[1]



[2]



[3]



[4]

[1] Assadi et al., Acta Mater. (2003)

[2] Kim et al., Scr. Mater. (2008)

[3] Vassen et al., J. Therm. Spray Tech; (2020)

[4] Ogawa et Seo, Advances in Gas Turbine Technology, (2011)

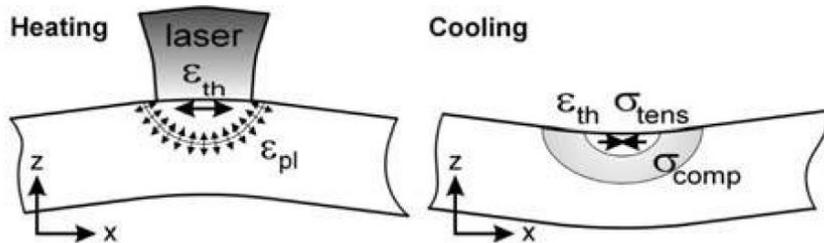
Fabrication additive LBM base Ni

- Procédé de fusion-solidification de poudres

- Fusion et solidification rapide :
 - $V_r = 10^5$ K/s

- Problématique des contraintes résiduelles

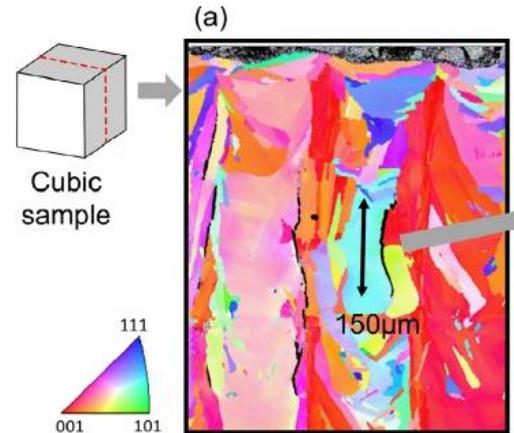
- Origine thermique
 - Gradients thermiques
 - Solidification/Trempe
- Déformation des pièces
- Haut de la pièce : Traction
- Bas de la pièce : Compression



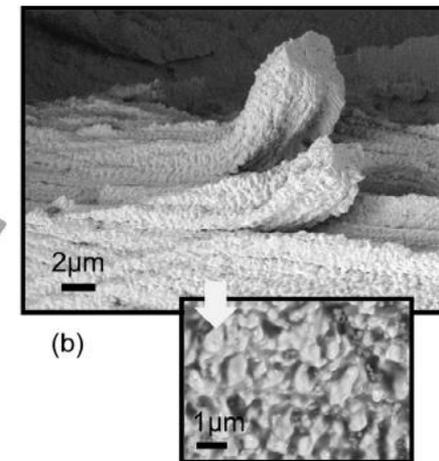
[1]

- Matériau réputé « Fissurant »

- Problématique IN738LC
 - [Royer, 2014]
 - [Grange, 2020]
- Origines :
 - Fissuration à la solidification
 - Fissuration par liquation



[2]



(b)

[1] Mercelis et Kruth, *Rapid Prototyping Journal*, (2006)

[2] D. Grange et al., *Materialia* (2020)

Chaînage Cold Spray → LBM

Cas d'étude pour l'illustration du Chaînage Cold Spray → LBM

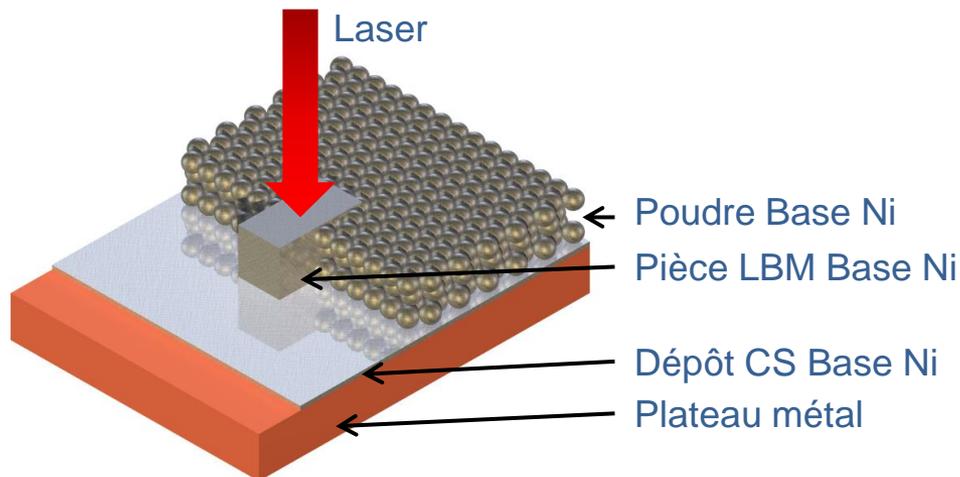


→ *Plateaux de fabrication LBM revêtu par Cold Spray*

→ *Cas de poudres métalliques de composition identique CS et LBM*

→ *Prévenir fissuration à l'interface plateau/pièce*

**Preuve de concept sur matériaux innovants:
plateaux revêtus CS base Ni pour LBM base Ni**



2 cas envisagés:

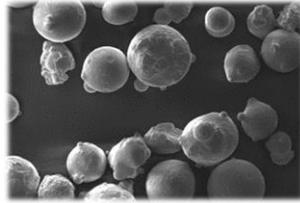
• *Interface plateau/pièce homogène*

CS (IN738LC) / LBM (IN738LC)

• *Interface plateau/pièce compatible*

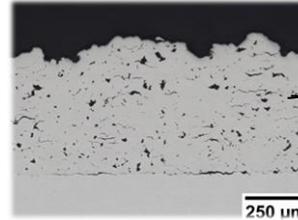
CS (Ni) / LBM (IN738LC)

I. Poudres



- Dureté
- Détensionnement (DSC)

II. Dépôt Cold Spray

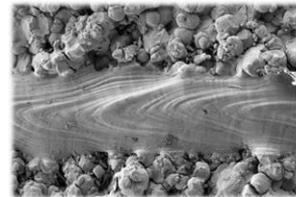


- Dépôt IN738LC
- Dépôt Ni

- Procédé
- Microstructure
- Interfaces

III. Fabrication LBM

Cordons (1D)



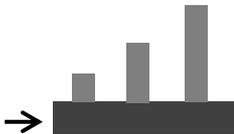
- Morphologie
- Epaisseur

Draps (2D)



- Liaison LBM/CS
- Fissuration

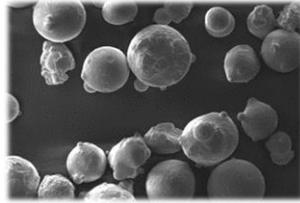
Cubes (3D)



Influence des effets thermiques

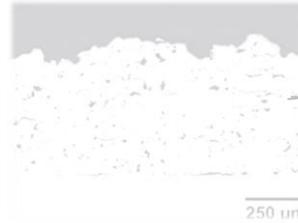
- Aspects mécaniques :
 - Contraintes Résiduelles
 - Dureté
 - Interface
- Aspect endommagement
 - Fissuration micro/macro

I. Poudres



- Dureté
- Détensionnement (DSC)

II. Dépôt Cold Spray



- Dépôt IN738LC
- Dépôt Ni

- Procédé
- Microstructure
- Interfaces

III. Fabrication LBM

Cordons (1D)



- Morphologie
- Epaisseur

Draps (2D)



- Liaison LBM/CS
- Fissuration

Cubes (3D)



Influence des effets thermiques

- Aspects mécaniques :
 - Contraintes Résiduelles
 - Dureté
 - Interface
- Aspect endommagement
 - Fissuration micro/macro

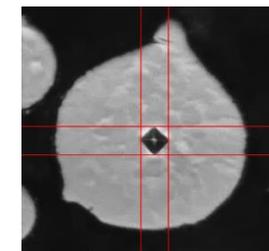
Analyse des poudres

- Poudre Inconel 738LC – Praxair
- Poudre Ni – Praxair – (pureté : 99%massique)

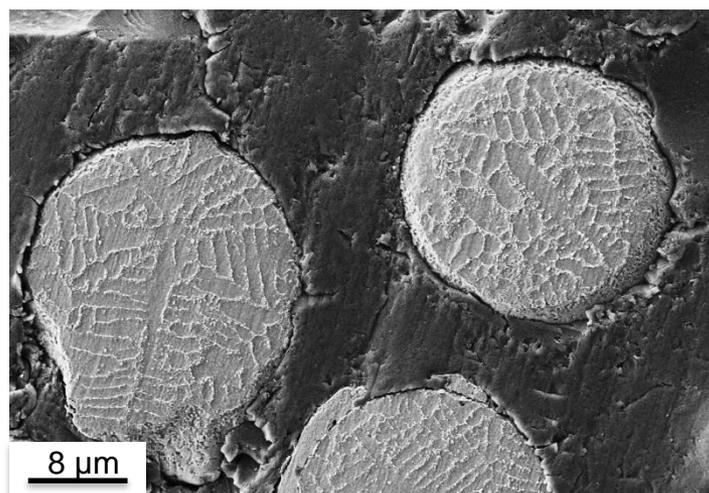
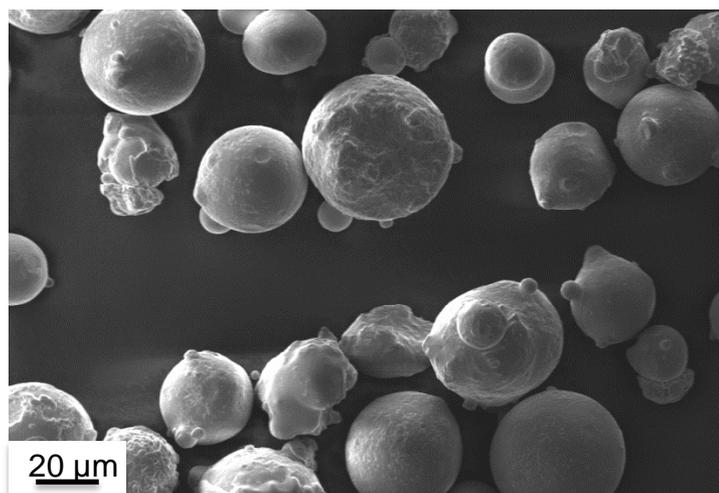
	Ni	Cr	Co	Ti	Al	W	Ta	Mo	Nb	C	Fe	Zr
%m	-	16,1	8,91	3,43	3,41	2,62	1,77	1,75	0,85	0,10	0,08	0,06

	Poudre IN738LC	Poudre Ni
Granulométrie (% vol.)	D10 _{vol} = 23 μm D50 _{vol} = 33 μm D90 _{vol} = 47 μm	D10 _{vol} = 22 μm D50 _{vol} = 35 μm D90 _{vol} = 55 μm

- Poudre sphérique, satellites
- Microstructure dendritique
- Absence de précipités γ' observables
- Bonne coulabilité
- Dureté :
 - IN738LC : 409 ± 17 HV_{0,01}
 - Ni pur : 141 ± 13 HV_{0,01}



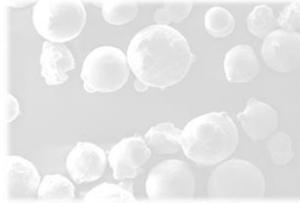
IN738LC – MEB (SE)



Attaque Kalling2

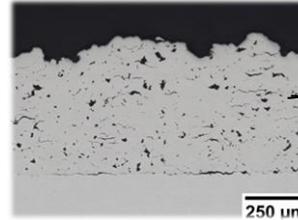
(5g CuCl₂, 100 mL HCl, 100 mL C₂H₅OH)

I. Poudres



- Dureté
- Détensionnement (DSC)

II. Dépôt Cold Spray



- Dépôt IN738LC
- Dépôt Ni

- Procédé
- Microstructure
- Interfaces

III. Fabrication LBM

Cordons (1D)



- Morphologie
- Epaisseur

Draps (2D)



- Liaison LBM/CS
- Fissuration

Cubes (3D)



Influence des effets thermiques

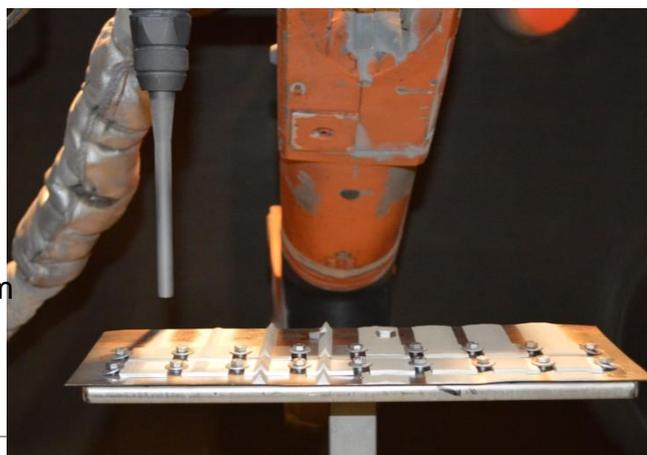
- Aspects mécaniques :
 - Contraintes Résiduelles
 - Dureté
 - Interface
- Aspect endommagement
 - Fissuration micro/macro

Mise en œuvre des projections CS

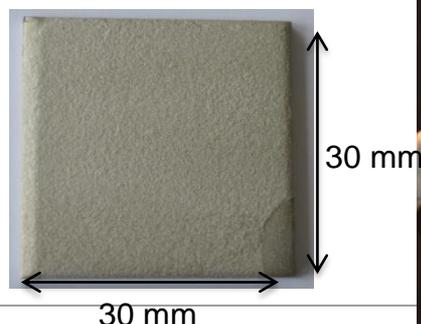
○ Paramètres de projection

Installation	CDM			IEK Jülich
Poudre	IN738LC		Ni	IN738LC
Gaz porteur	Azote	Hélium	Azote	Azote
P (MPa)	3,0	2,5	3,0	5,0
T (°C)	600	500	500	1100
D _{proj} (mm)	20			60
D _{poudre} (g/min)	30			30
V _{éclairage} (mm/s)	200			500
Pas (mm)	1			1

- Augmentation de l'épaisseur
 - $V_{particules} \nearrow$
 - Gaz porteur He
 - Collaboration Jülich
 - Limiter le délaminage
 - \nearrow Rugosité
 - Préchauffage substrat
 - \nearrow ductilité
 - Ni
- Bouchage de buse
 - Buse SiC
 - Reproductibilité ?

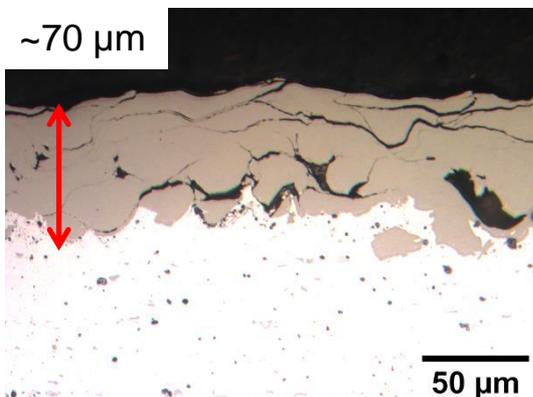


	Inox AISI 304	2017A
Dureté (Hv _{0,025})	220 ± 20	113 ± 5
Rugosité min. Sablage corindon (300 µm – 700 µm)	4 µm	5 µm



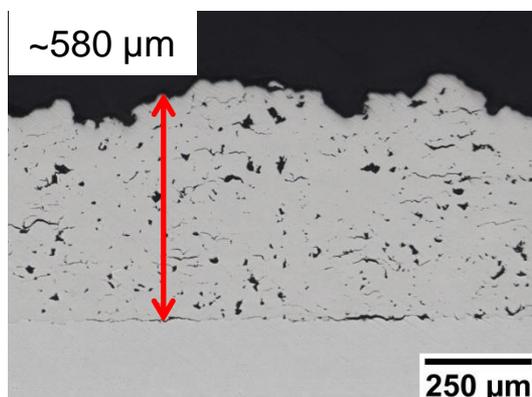
Microstructure des dépôts CS

Dépôt IN738LC – 2017A
CdM - Azote



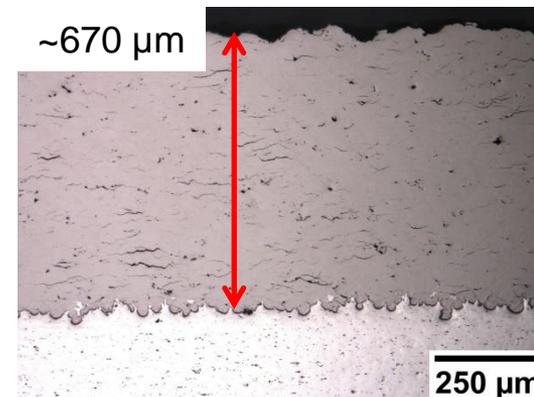
Porosité (5 % ± 3)

Dépôt IN738LC – AISI304
CdM – Azote – Août 2020



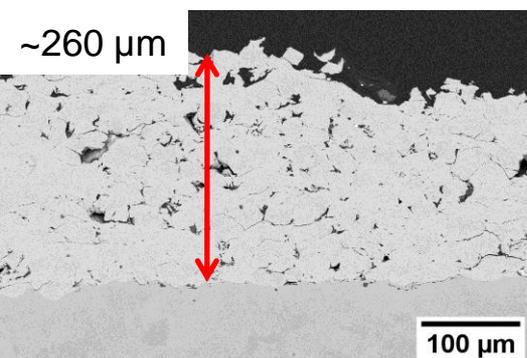
Porosité (3 % ± 1)

Dépôt IN738LC – 2017A
Jülich – Azote



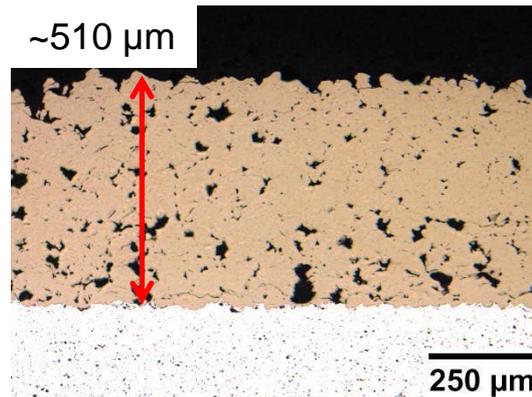
Porosité (1,7 % ± 0,4)

Dépôt IN738LC – AISI304
CdM - He



Porosité (3 à 5 %)

Dépôt Ni – 2017A
CdM – Azote



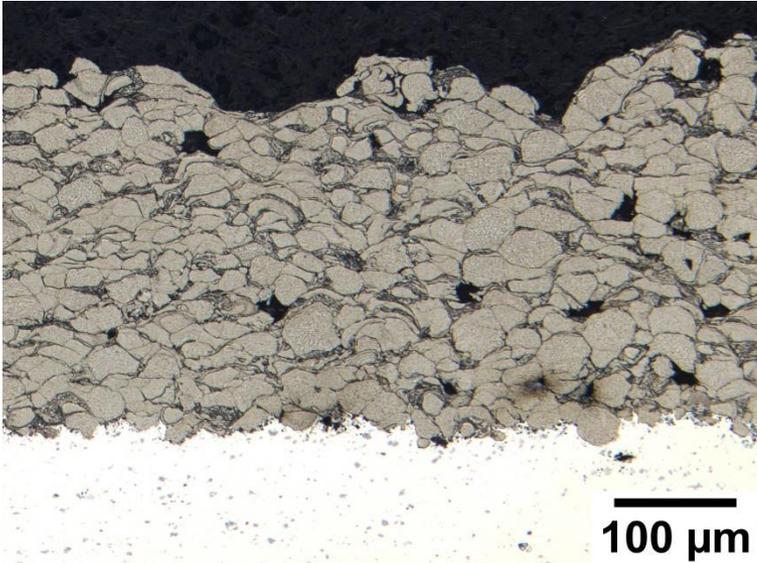
Porosité (2 %)

- Dépôt IN738LC CdM
 - Dépôt fins
 - Porosité
 - Fissures
- Dépôt IN738LC Jülich
 - Dépôt épais
 - Peu de pores / fissures orientées
- Dépôt Ni CdM
 - Dépôt épais
 - Porosités
 - peu de fissures

Microstructure des dépôts CS

○ Déformation des particules

Dépôt IN738LC – 2017A
CdM - He



Dépôt IN738LC – 2017A
Jülich – Azote



• Microstructure

- Déformations importantes des particules
- Liaison interparticulaire importantes ech. Jülich >> Particules disjointes ech. CdM

Analyse des dépôts Cold Spray

○ Rugosité et micro-dureté

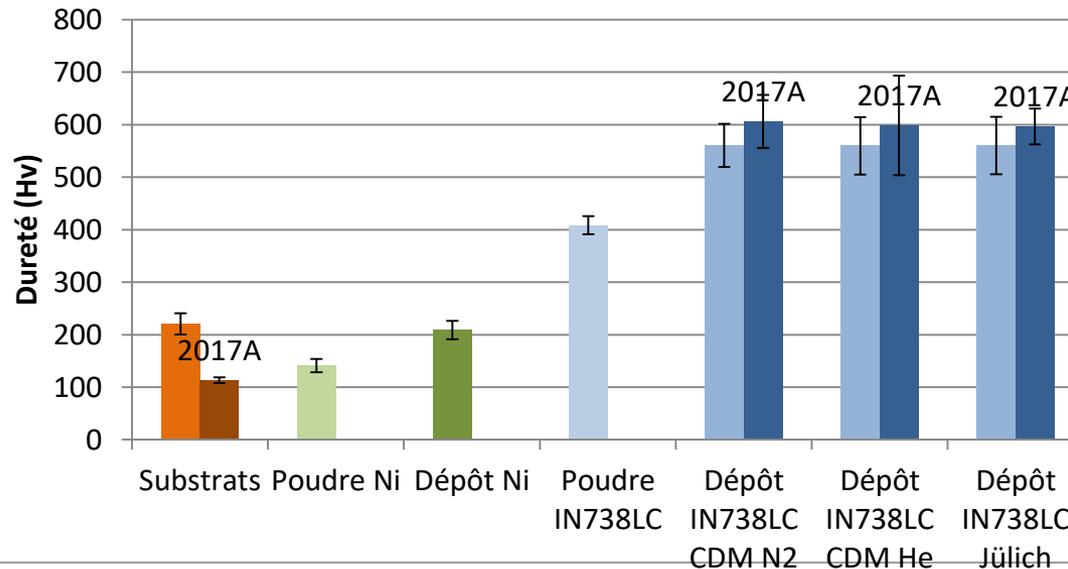
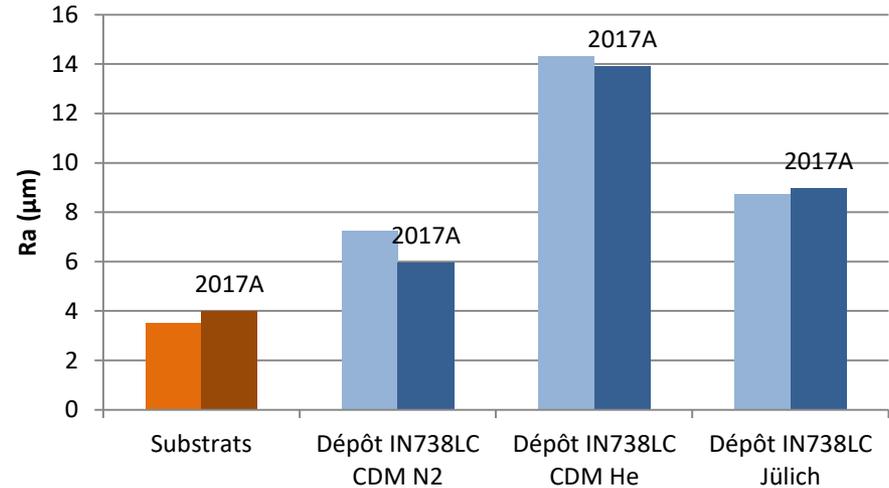
• Rugosité

- Poudre LBM
- $Ep \nearrow \rightarrow Ra \nearrow$
- Dépôts Jülich plus homogène

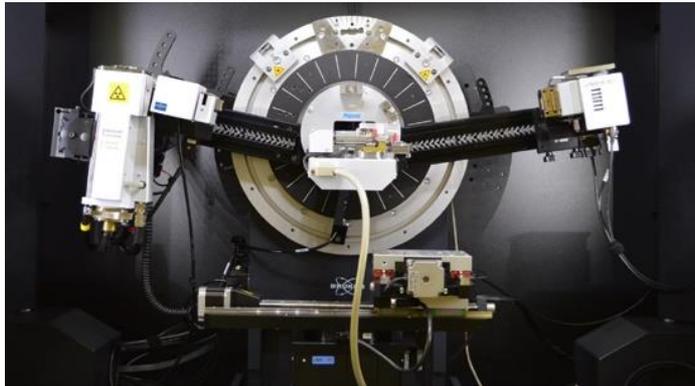
• Dureté

- Ecrouissage $Hv_{\text{poudre}} \ll Hv_{\text{dépôts}}$
- Différence faible entre dépôts
- $Hv_{\text{IN738LC}} > Hv_{\text{Ni}}$

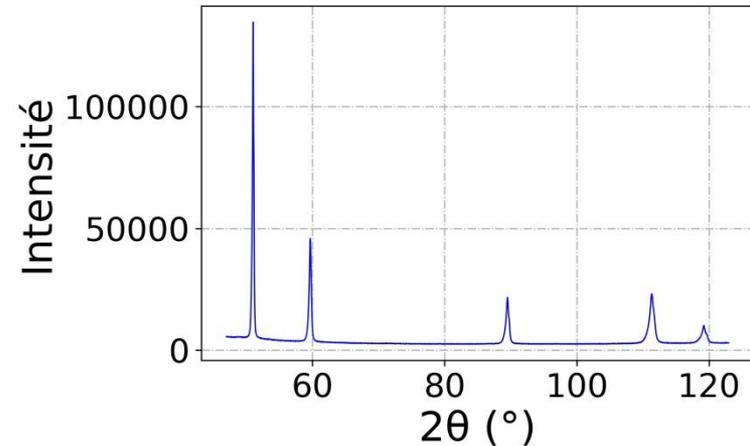
Rugosité



○ Méthode de mesures et calcul

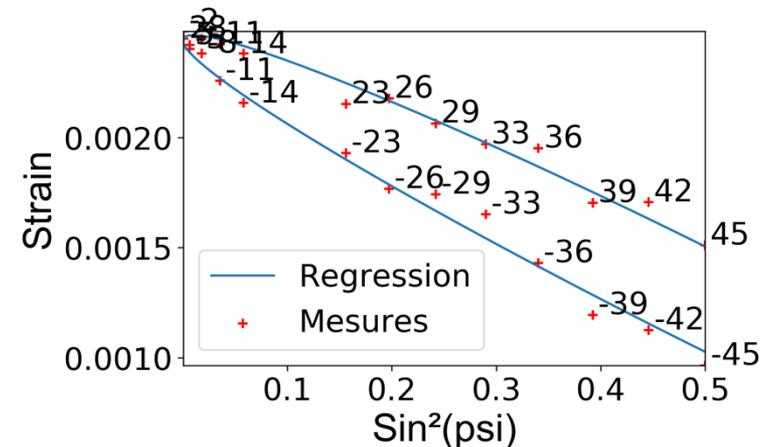


Diffractogramme IN738LC



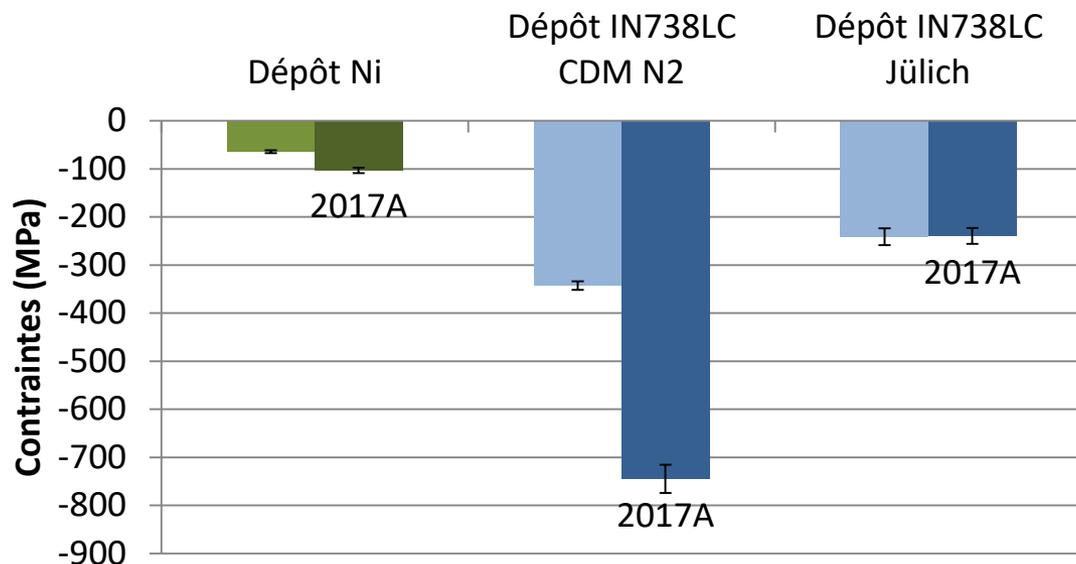
- Bruker D8 DISCOVER
 - Montage Ω
 - Source RX Co- $K\alpha$
- Plan (h,k,l) (311), $2\theta=111.05$
- Propriétés élastiques base Ni:
 - $E = 200\text{GPa}$
 - $\nu = 0,3$
 - Coef. anisotropie: $A_{RX} = 1,52$

Courbes en $\sin^2(\Psi)$ calcul des contraintes résiduelles



- **Mesures de surface**
- **Filiation avec enlèvement de matière**

○ Effet du substrat – effet des paramètres de projection



- CR dépôts : compression

- CR IN738LC >> CR Ni

- Influence du substrat

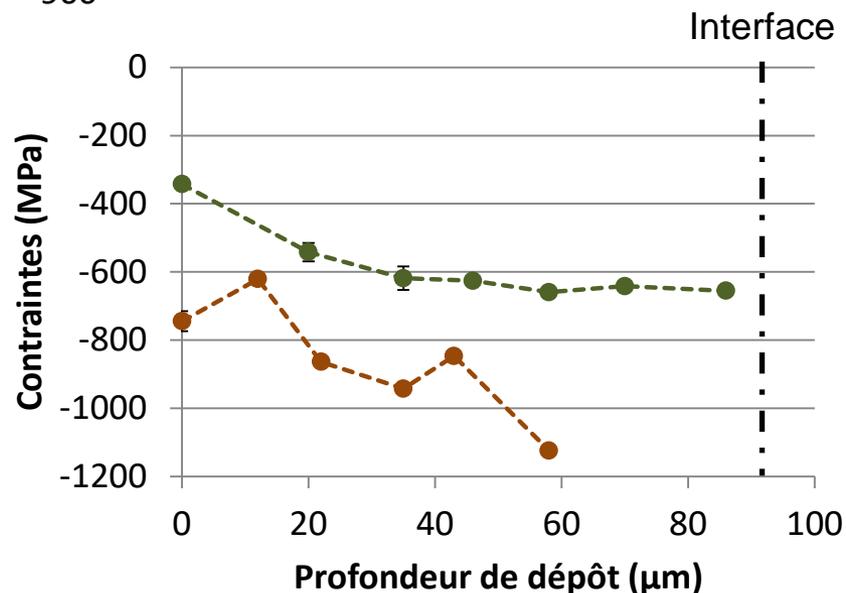
- CR 2017A >> CR AISI304

- Dépôts fins

- Filiation

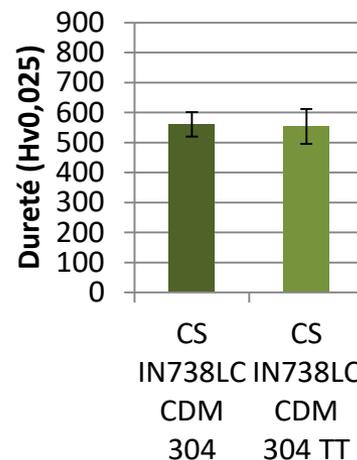
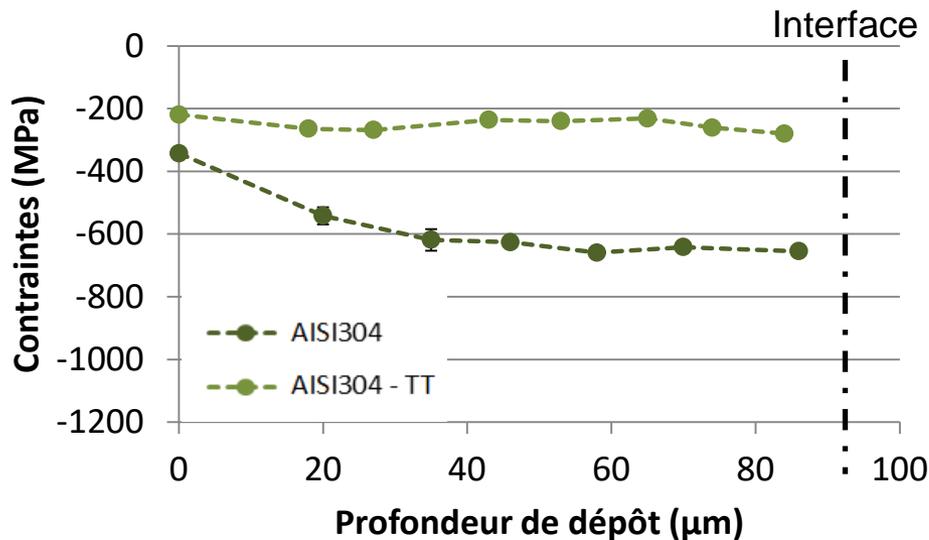
- CR ↗ avec profondeur

- $|CR_{2017A}| \gg |CR_{AISI304}|$



Influence du traitement thermique

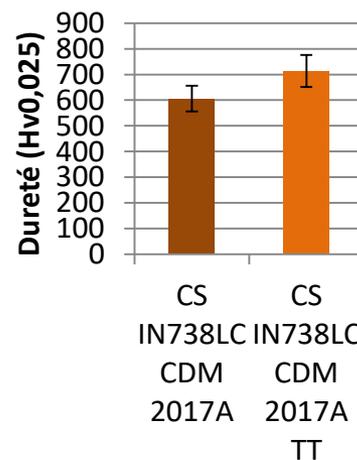
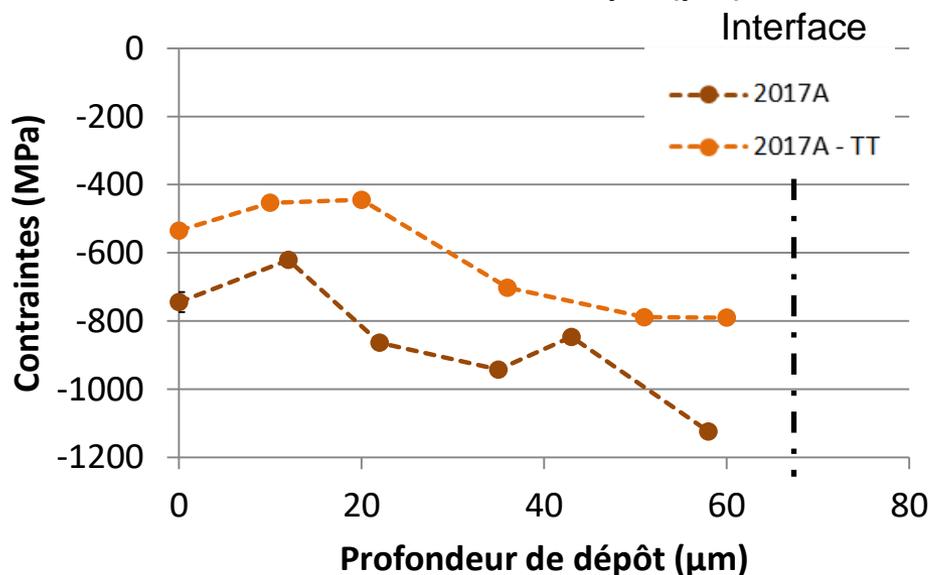
○ Mesure des contraintes résiduelles/microdureté



- TT : 500° C/8h/Argon

- Objectifs :

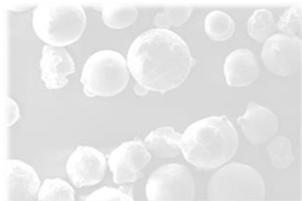
- Relaxation CR
- ↗ Ductilité
 - CS
 - LBM



- Phase γ' à éviter
- Recristallisation ?

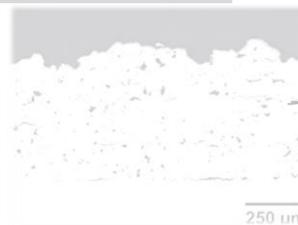
Déroulement de l'étude / Plan de l'exposé

I. Poudres



- Dureté
- Détensionnement (DSC)

II. Dépôt Cold Spray

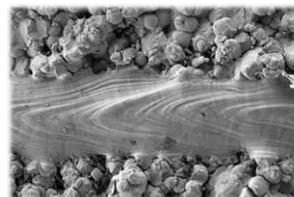


- Dépôt IN738LC
- Dépôt Ni

- Procédé
- Microstructure
- Interfaces

III. Fabrication LBM

Cordons (1D)



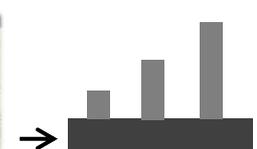
- Morphologie
- Epaisseur

Draps (2D)



- Liaison LBM/CS
- Fissuration

Cubes (3D)

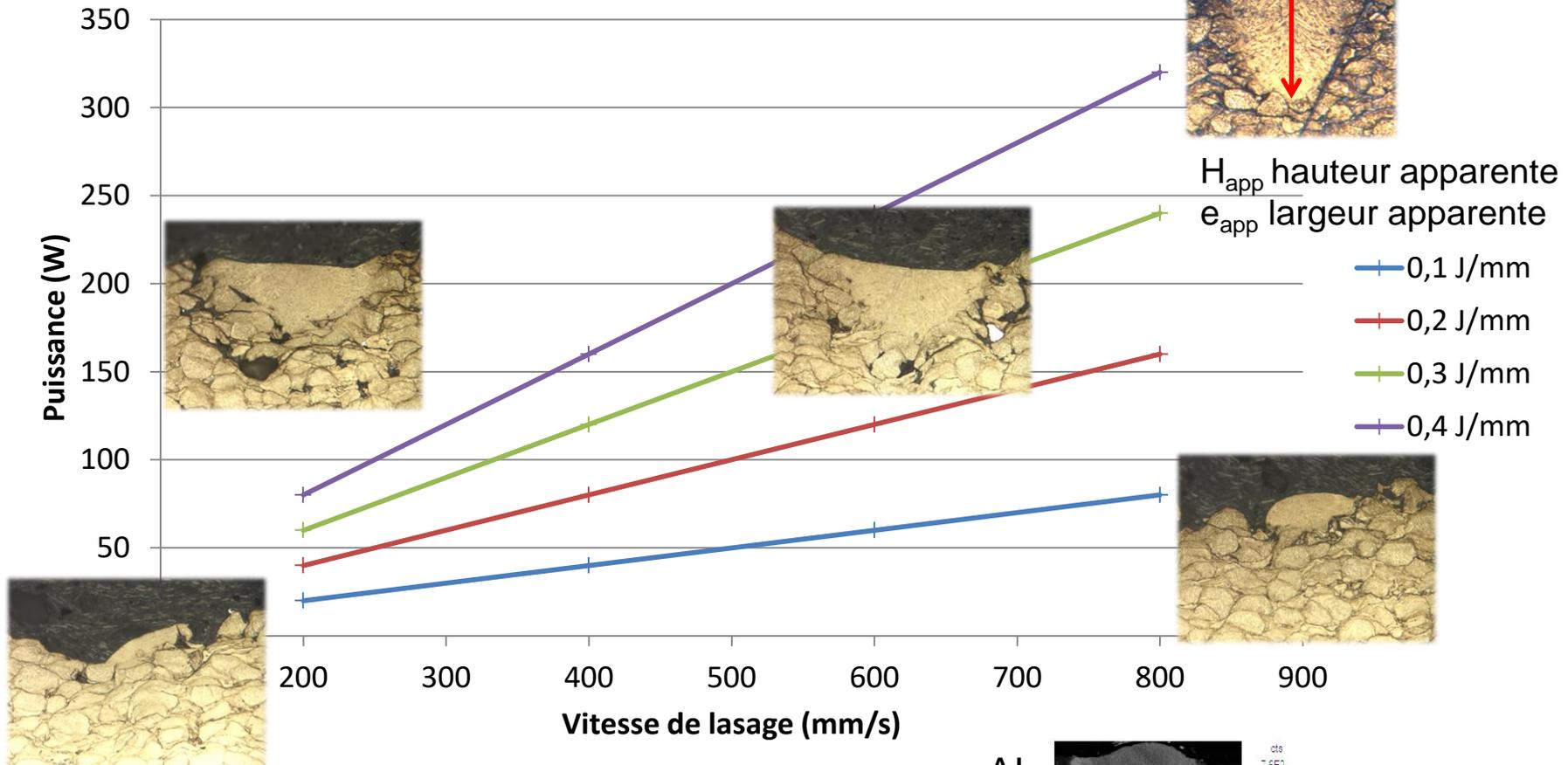


Influence des effets thermiques

- Aspects mécaniques :
 - Contraintes Résiduelles
 - Dureté
 - Interface
- Aspect endommagement
 - Fissuration micro/macro

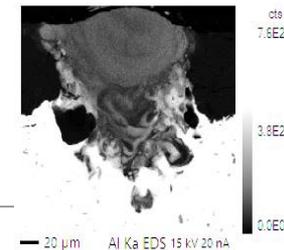
- $$E_{linéique} (J/mm) = \frac{\text{Puissance (W)}}{\text{Vitesse (mm/s)}}$$

Paramètres Laser



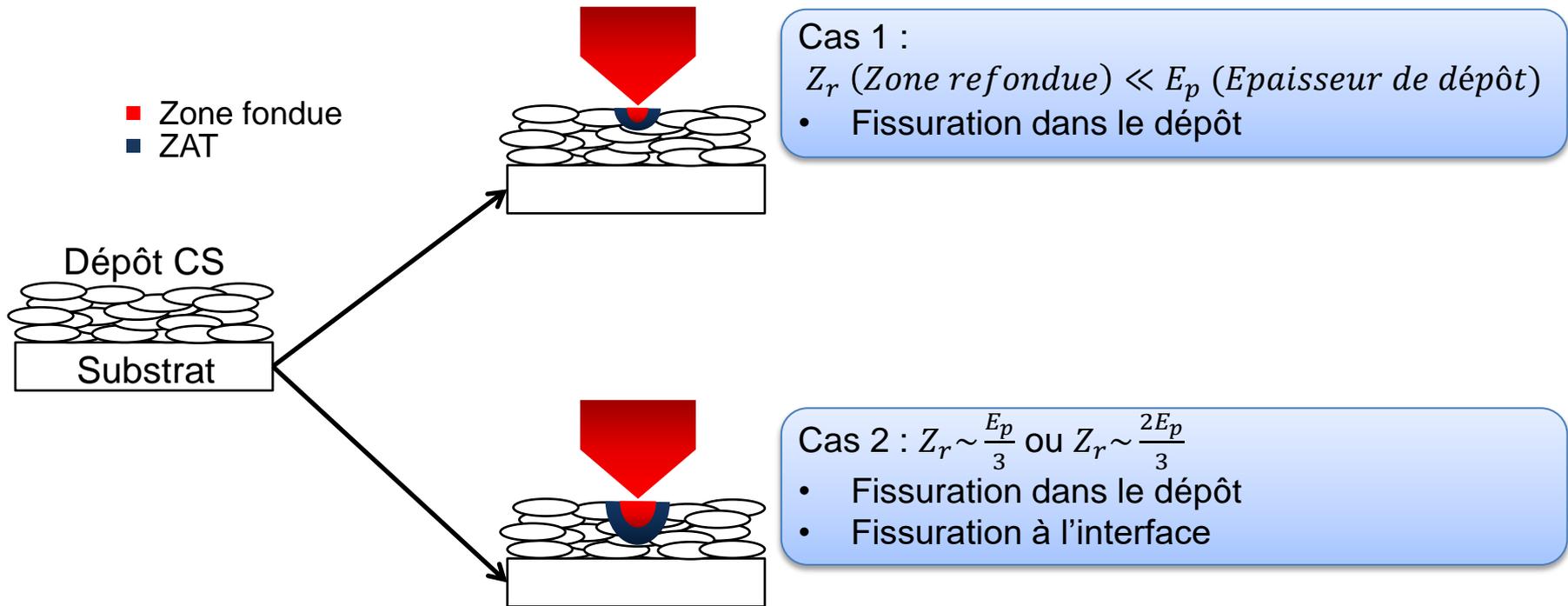
- Morphologies de cordons variées
- Pénétration du substrat → diffusion d'éléments
 - Microsonde de castaing (ex : Al)

Al.



○ Choix des paramètres laser

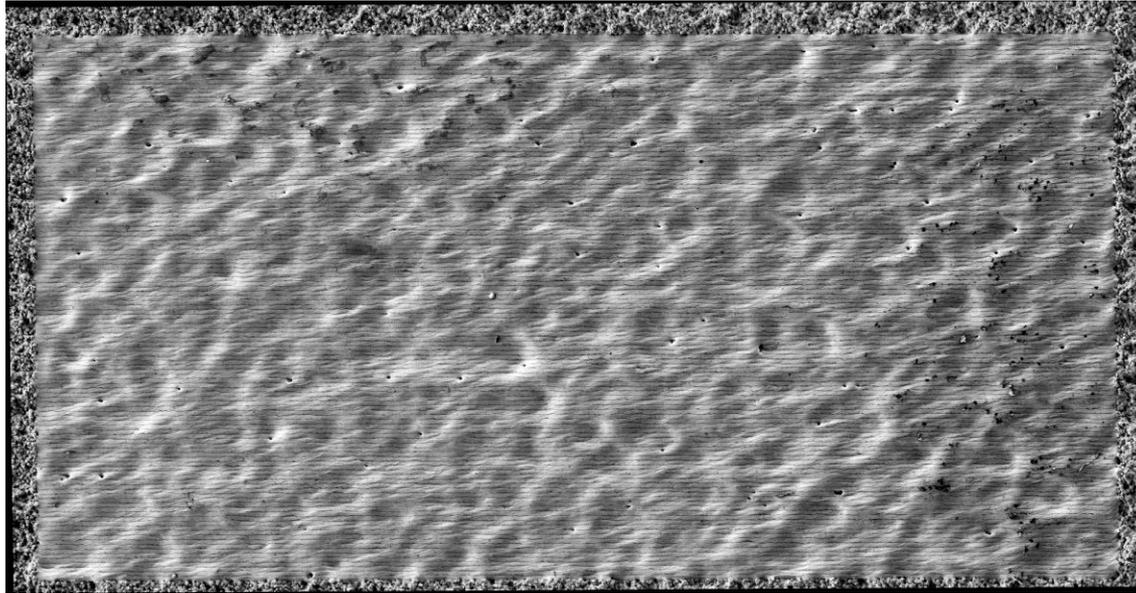
- Passage 1D → 2D :
 - Choix des paramètres laser → mesures cordons H_{app} et e_{app}
 - $E_{vecteur} = (1 - \tau_{recouvrement}) * e_{app}$
- Zone refondue ~ 40 - 200 μm
- A terme : adaptation de l'épaisseur de dépôt CS



LBM – Draps 2D

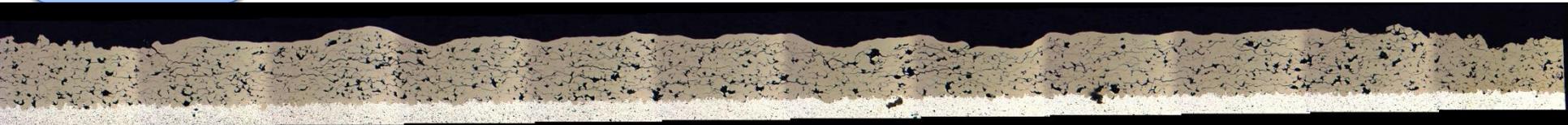
○ Méthodologie

0,1 J/mm, $Z_r = \frac{E_p}{5}$
IN738LC – 2017A
CdM – Helium

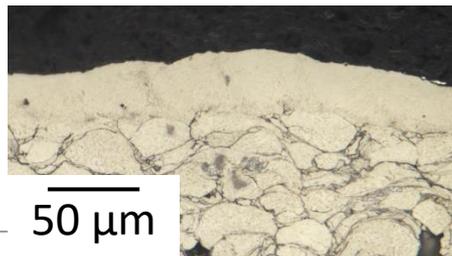


Vue de dessus

Coupe
générale



Coupe détaillée
Attaque chimique



50 μm

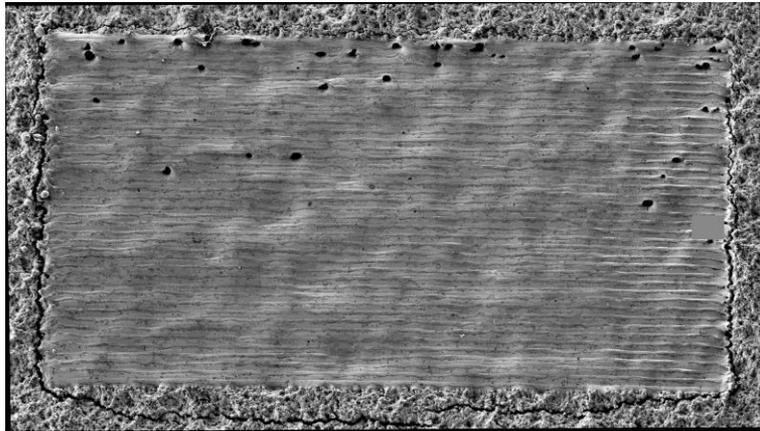
LBM – Draps 2D

○ Analyse vue de dessus

$$0,4 \text{ J/mm}, Z_r = \frac{E_p}{3}$$

IN738LC – AISI304

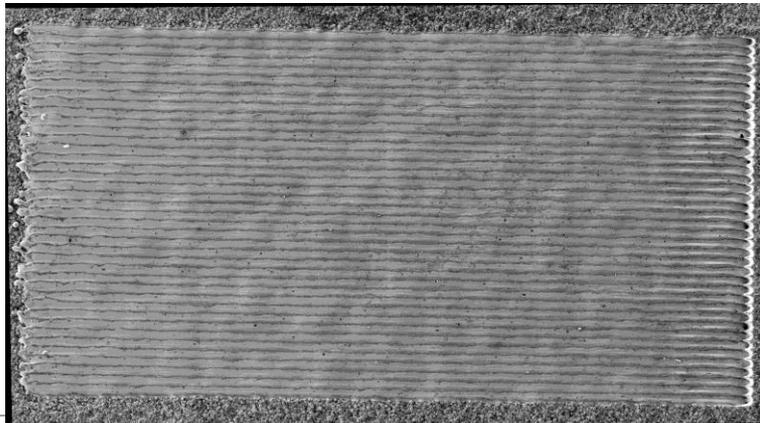
CdM – Azote – Août 2020



$$0,4 \text{ J/mm}, Z_r = \frac{E_p}{3}$$

IN738LC – 2017A

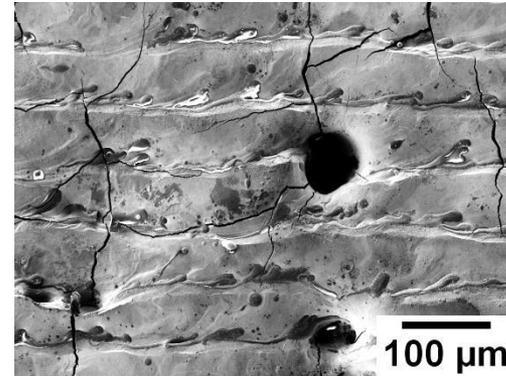
Jülich - Azote



$$0,2 \text{ J/mm } Z_r \sim E_p$$

IN738LC – 2017A

CdM - Azote



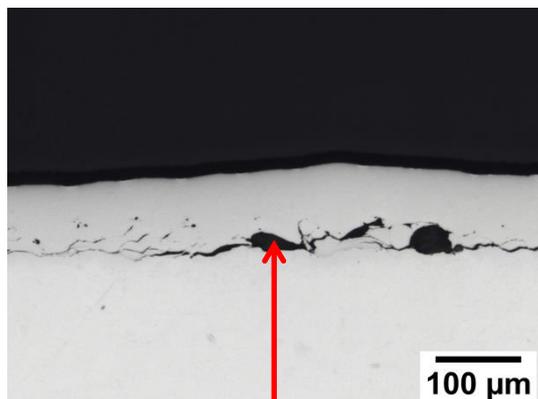
- Paramètres laser :
 - 600 mm/s ; 120 W ; 0,2 J/mm
 - 800 mm/s ; 320 W ; 0,4 J/mm
- Délaminage
 - Sources :
 - Manque d'adhérence
 - Contraintes LBM
- Porosités
- Fissuration en surface du drap

LBM – Draps 2D

○ Coupe draps

0,2 J/mm $Z_r \sim E_p$

IN738LC – AISI304 ; CdM - Azote

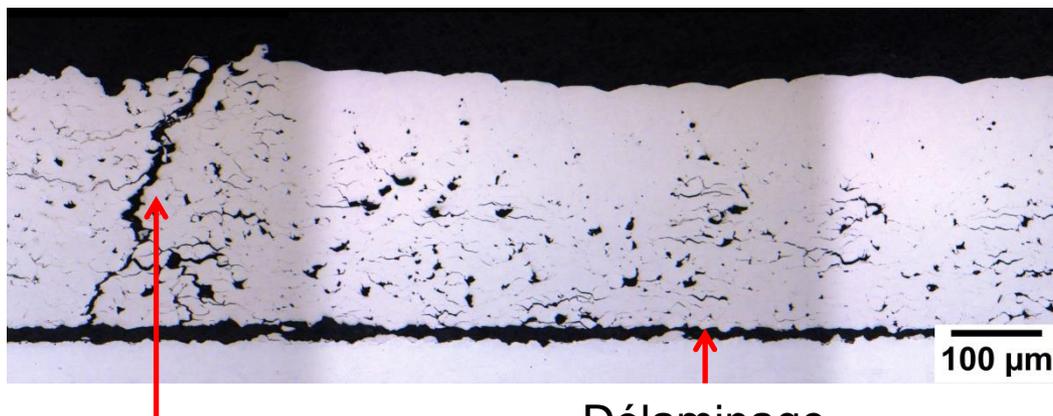


Porosité
Fissuration

0,4 J/mm, $Z_r = \frac{E_p}{3}$

IN738LC – AISI304

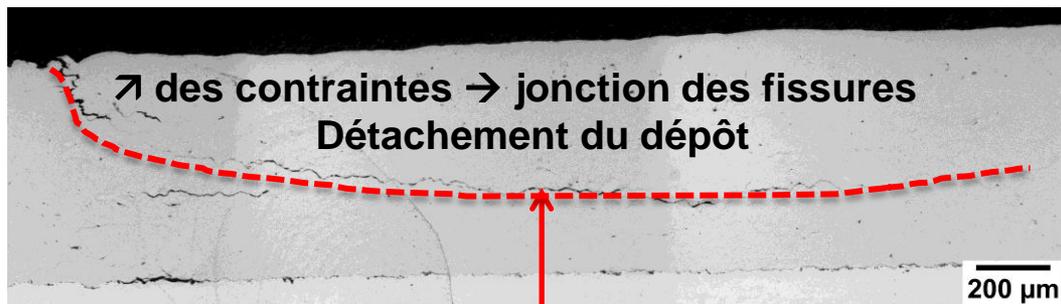
CdM – Azote – Août 2020



Fissuration bord de drap
- Maximum de contraintes

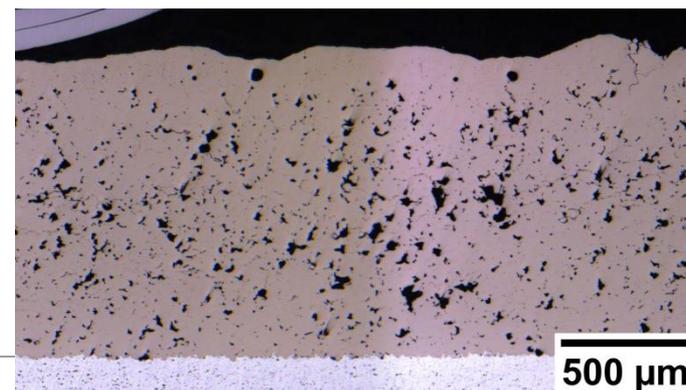
Délaminage

0,4 J/mm, $Z_r = \frac{E_p}{3}$; IN738LC – AISI304 Jülich - Azote



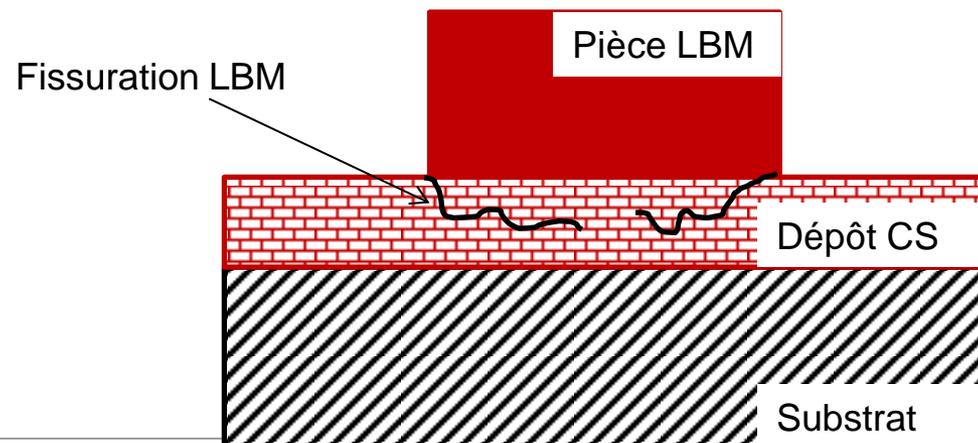
Fissuration interne

0,4 J/mm $Z_r \ll E_p$
Ni – 2017A ; CdM - Azote

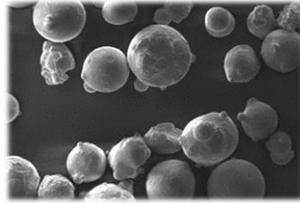


○ Bilan

- Phénomènes thermiques de fusion :
 - Contraction de la zone fondue → Fissuration en bord de draps
- Caractéristiques du dépôt :
 - Porosités et fissurations → propagation des fissures
 - Dépôt dense → Fissuration pour les fortes énergies
 - Dépôt Ni → porosités, moins de fissuration
- Prochaines étapes :
 - Réception de plateaux revêtus CS
 - Fabrication de cubes LBM → chargement plus important

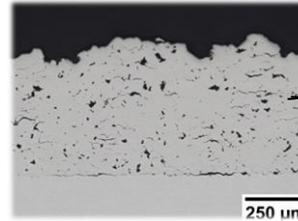


I. Poudres



- Etude DSC en cours

II. Dépôt Cold Spray



→ Dépôt IN738LC

→ Dépôt Ni

- Etude du préchauffage
- DRX et TT

III. Fabrication LBM



- Plateaux LBM Jülich
- Ep 150 – 200 µm
- Ep 300 – 350 µm
- Fabrication cubes LBM

Influence des effets thermiques

• Contribution de la Modélisation

- 1) Source thermique laser
- 2) Calcul mécanique sur un bi-couche

→ Evaluation des zones critiques, des contraintes dans le dépôt, à l'interface avec le plateau



11 mars 2021 ■ ■

■

Merci !
Des questions ?

