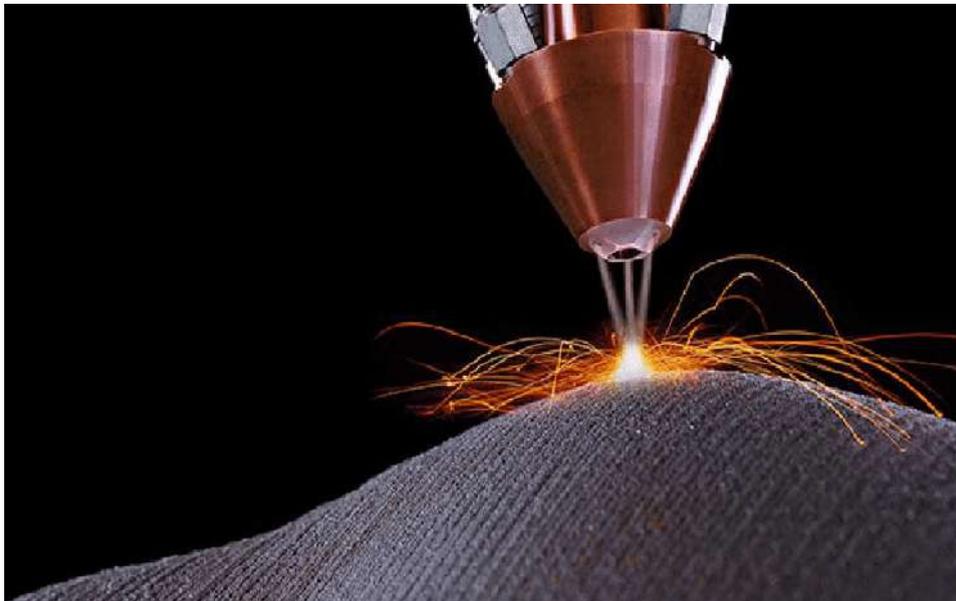


Projet de Physique P6
STPI/P6/2022 – 010

**Matériaux : Impression 3D de métaux, quelles
différences avec des métaux coulés ?**



Etudiants :

Ikhlass ATMANI

Mathis KYBURZ

Bastien PORTIER

Brendan SEVELLEC

Enseignant-responsable du projet :

Amandine DUCHAUSSOY

Date de remise du rapport : **11/06/2022**

Référence du projet : **STPI/P6/2022 – 010**

Intitulé du projet : **Matériaux : Impression 3D de métaux, quelles différences avec des métaux coulés ?**

Type de projet : **Expérimentation + Bibliographie**

Objectifs du projet :

L'objectif de ce projet est d'analyser la structure des métaux imprimés en 3D, en particulier l'Hastelloy X, et de comprendre les différences avec les métaux coulés. Le but est aussi de déduire les différences de propriétés physiques macroscopiques qui découlent de ces particularités microscopiques.

Mots-clefs du projet : **Impression 3D, Hastelloy X, Microstructure, Métallographie**

TABLE DES MATIÈRES

| | |
|------------------------------------------------------------|-----------|
| Introduction | 5 |
| Organisation du travail | 6 |
| Travail réalisé et résultats | 7 |
| Etat de l'art | 7 |
| Les microstructures métalliques | 7 |
| Propriétés de l'Hastelloy X | 8 |
| Impression 3D | 9 |
| Fonctionnement de l'impression 3D | 9 |
| Intérêt de cette méthode de fabrication | 9 |
| La fusion laser sur lit de poudre | 10 |
| Méthodologie et essais expérimentaux | 11 |
| Présentation des échantillons | 11 |
| Polissage | 11 |
| Essai de dureté Vickers | 12 |
| Attaque électrolytique et observation de la microstructure | 12 |
| Homogénéisation de l'Hastelloy X | 13 |
| Observation au microscope électronique à balayage | 14 |
| Résultats | 15 |
| Conclusions et perspectives | 19 |
| Bibliographie | 20 |

NOTATIONS, ACRONYMES

HX : Hastelloy X

FCC : (Face Centered Cubic) structure cubique à faces centrées

BCC : (Body Centered Cubic) structure cubique centré sur le corps

HV : (Hardness Vickers) dureté Vickers

MEB : microscope électronique à balayage

1. INTRODUCTION

La recherche en physique des matériaux est l'étude et la compréhension de la matière à différentes échelles (macro-microscopiques) dans le but d'établir les relations entre microstructure et propriétés mécaniques.

Les matériaux sont divers (métaux, polymères, semi-conducteurs, céramiques, composites, etc...) et composent tous les objets qui nous entourent. C'est pourquoi la science des matériaux est au cœur des avancées technologiques dans de nombreux domaines, particulièrement depuis un siècle : électronique des ordinateurs, moteurs et carrosseries en automobile, aéronautique, panneaux solaires, nanotechnologies, etc...

C'est dans ce domaine très vaste que s'inscrit notre projet d'étude (cursus ingénieur à l'INSA de Rouen). Il consiste en l'observation de l'impact du procédé de fabrication sur la microstructure d'un alliage métallique, et en la compréhension de ces différences microstructurales sur les propriétés macroscopiques.

Le métal étudié au cours de ce projet est l'Hastelloy X (HX). La fabrication de ce métal par impression 3D, technologie nouvelle, sera comparée au coulage du métal, classiquement utilisé.

Dans un premier temps, une synthèse détaillée des recherches bibliographiques effectuées pour ce projet sera présentée, afin d'obtenir une vision d'ensemble sur les thèmes qu'abordent notre projet qui sont : la microstructure des métaux, les propriétés de l'Hastelloy X, l'impression 3D et la technique de fusion laser sur lit de poudre.

Dans un second temps, les résultats des expériences réalisées sur les échantillons d'Hastelloy X imprimés en 3D fournis à notre groupe seront présentés. Pour chaque essai, il sera expliqué le principe théorique, le protocole de la manipulation et l'analyse du résultat obtenu.

2. ORGANISATION DU TRAVAIL

Ce projet a débuté par de la documentation sur l'impression 3D de métaux ainsi que sur les propriétés physiques de l'hastelloy X afin d'avoir une idée générale sur le sujet. Ces recherches ont été faites par binôme. Une fois la documentation effectuée, nous avons pu déterminer le plan d'expérience permettant d'étudier la microstructure de l'hastelloy X.

| Semaine Personne | 1-2-3 | 4 | 5 | 6-7 | 8 | 9 |
|---------------------|---------------|------------|---------------|--------------------|------------------------|----------------------|
| Ikhlass | Documentation | Polissage | Dureté | Dureté | Attaque électrolytique | traitement thermique |
| Mathis | Documentation | Microscope | Dureté | Dureté | Attaque électrolytique | traitement thermique |
| Bastien | Documentation | Microscope | Documentation | Dureté | Attaque électrolytique | traitement thermique |
| Brendan | Documentation | Polissage | Polissage | Polissage + Dureté | Attaque électrolytique | polissage |

| Semaine Personne | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 |
|---------------------|------------------------|---------------|--------------------|-----------|---------------------|
| Ikhlass | Attaque électrolytique | MEB+rédaction | dureté + rédaction | rédaction | rédaction + affiche |
| Mathis | Attaque électrolytique | MEB+rédaction | rédaction | rédaction | rédaction + affiche |
| Bastien | rédaction | MEB+rédaction | dureté + rédaction | rédaction | rédaction + affiche |
| Brendan | Attaque électrolytique | MEB+rédaction | rédaction | rédaction | rédaction + affiche |

3. TRAVAIL RÉALISÉ ET RÉSULTATS

3.1. Etat de l'art

3.1.1. Les microstructures métalliques

Les atomes des métaux purs sont disposés de manière très régulière selon un réseau, appelé réseau cristallin. Nous pouvons voir le réseau cristallin comme une répétition dans toutes les directions d'une maille unitaire. Les atomes peuvent s'assembler de plusieurs manières différentes dans la maille unitaire, cela donnera donc des structures différentes. Nous pouvons citer comme exemples de structures courantes la structure cubique à faces centrées (FCC), structure cubique centrée (BCC) ou encore la structure hexagonale compacte (illustrées sur la figure suivante).

De plus, le réseau cristallin n'est pas parfait. Il existe des défauts tels que des atomes interstitiels ou de substitution. On trouve aussi des défauts du réseau appelés des dislocations.

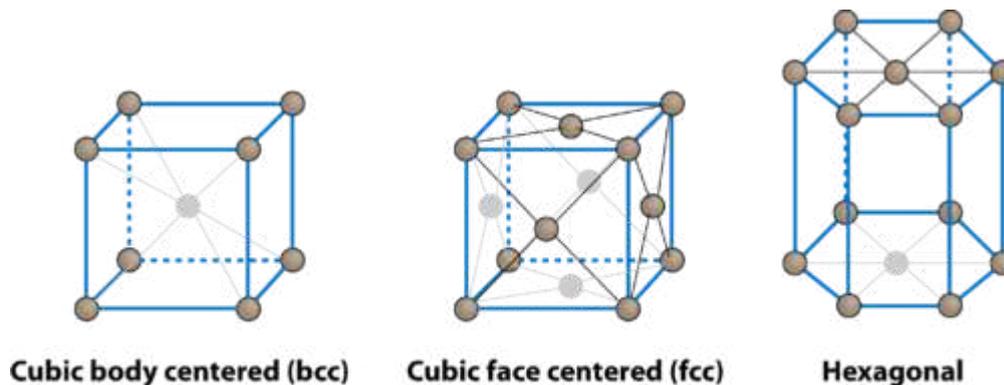


figure 1 : Schéma de réseaux cristallins

De plus, les métaux ne conservent pas une structure cristalline sur de grandes distances. Cela s'explique lors du coulage d'une pièce. Dans le métal liquide refroidissant, plusieurs réseaux solidifiés apparaissent à plusieurs points en même temps et ils ont chacun une orientation différente. Au cours de la solidification, les réseaux s'étendent jusqu'à se rencontrer. Ces réseaux cristallins orientés sont appelés grains. Le métal constitué de plusieurs grains est dit polycristallin. Dans la vie courante, il est parfois possible de voir les grains à l'œil nu. Par exemple, les surfaces avec un revêtement en zinc présentent un motif dont les formes sont en réalité les grains du métal, comme montré par la figure suivante.

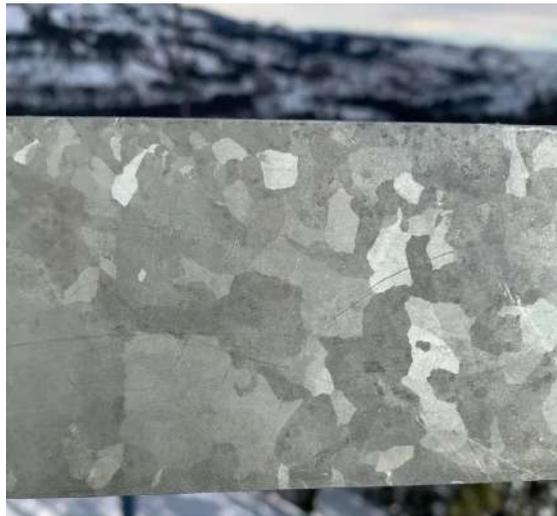


figure 2 : Grains de zinc visibles à l'œil nu

Les grains, notamment leur taille et leur forme dépendent du procédé de fabrication et influencent directement les propriétés mécaniques du matériau.

3.1.2. Propriétés de l'Hastelloy X

L'Hastelloy X est un alliage à base de nickel. Cela signifie qu'en plus du nickel, d'autres éléments d'alliages ont été ajoutés. Ces éléments d'alliages permettent d'améliorer les propriétés mécaniques du métal pur. L'Hastelloy X est considéré comme un superalliage car sa composition lui confère des propriétés de hautes performances tel qu'une excellente résistance mécanique ainsi qu'une résistance à la corrosion à haute température. La température de fusion de l'Hastelloy X se situe entre 1260°C et 1355°C^[1].

Pour l'Hastelloy X, le réseau cristallin principal est cubique à faces centrées avec des atomes de nickel. L'alliage comporte aussi jusqu'à 22% massique de Chrome, 18% de Fer, 9% de Molybdène, 0.1% de Carbone.

figure 3 : Composition en pourcentage massique de l'Hastelloy X

| Élément | Cr | Mo | Fe | W | C | Si | Co | Mn | P | S | B | Ni |
|------------|-------|-------|-------|------|------|------|------|------|------|------|------|---------|
| Min %mass. | 20.50 | 8.00 | 17.00 | 0.20 | 0.05 | – | 0.50 | – | – | – | – | balance |
| Max %mass. | 23.00 | 10.00 | 20.00 | 1.00 | 0.15 | 1.00 | 2.50 | 1.00 | 0.04 | 0.03 | 0.01 | |

Après avoir été coulées, des opérations visant à modifier les propriétés mécaniques de l'alliage peuvent être effectuées. Ces opérations vont impacter la microstructure du matériau, notamment l'arrangement des grains (leur taille, leur forme).

Les premières opérations sont les traitements thermiques, qui consistent à chauffer le métal jusqu'à sa température de recristallisation puis de le refroidir avec une vitesse de

refroidissement plus ou moins rapide. Nous pouvons citer comme traitements thermiques le recuit, la normalisation et la trempe, qui ont chacun une vitesse de refroidissement distinctes et résultent donc en des microstructures différentes et des propriétés mécaniques différentes^[8].

Lorsque le métal est froid, nous pouvons effectuer des opérations dites de travail à froid, tel que le laminage.

Il est impossible de caractériser les propriétés mécaniques via des valeurs comme la limite d'élasticité, le module d'élasticité, la résistance à la traction ou la dureté pour le matériau de l'Hastelloy X, qui dépendent des multiples opérations effectuées sur le matériau après coulée et donc de la microstructure.

De par sa grande résistance à la corrosion et sa bonne résistance à haute température, l'Hastelloy X est très utilisé dans l'industrie. On le retrouve par exemple dans des turbines aérospatiales ou industrielles comme chambre de combustion et couverture, ainsi que dans des composants de fours industriels comme tubes ou grilles notamment pour les procédés de chimie, de pétrochimie, de papeterie.

3.1.3. Impression 3D

a) Fonctionnement de l'impression 3D

L'impression 3D permet de réaliser une pièce mécanique par superpositions successives de fines couches de matière, alors que les techniques classiques d'usinage fonctionnent traditionnellement par soustraction ou enlèvement de matière (perçage, fraisage, tournage, etc).

Ce procédé de fabrication repose sur l'utilisation d'un système de contrôle à commande numérique, grâce à certains logiciels de conception. En effet, une des premières étapes consiste à concevoir un modèle numérique d'un objet 3D.

Les imprimantes 3D grand public reposent généralement sur le principe du dépôt de matière fondue (FDM pour *Fused Deposition Modeling*) qui utilise un dispositif d'impression se déplaçant selon les axes X, Y et Z, donc en un point quelconque de l'espace. Les trois moteurs (un pour chaque axe) permettent de déposer de la matière.

En industrie, avec des imprimantes 3D de grande taille, on utilise plutôt le Frittage Sélectif Laser (SLS pour *Selective Laser Sintering*). Ce procédé nécessite l'utilisation d'une poudre. Entre chaque couche, un laser solidifie localement la poudre appliquée tout en la fixant aux couches précédentes. Lorsque la couche est soudée, une nouvelle couche de poudre est étalée et le processus continue jusqu'à que la pièce soit totalement formée^[5].

b) Intérêt de cette méthode de fabrication

Les objets conçus avec une imprimante 3D peuvent être réalisés à bas coût puisqu'on ne prend en compte que le coût de fonctionnement de la machine, des matériaux et de la main d'œuvre qui est moindre comparé à la fabrication de matériaux coulés et usinés. En effet, la majorité des imprimantes 3D ne nécessite qu'une seule personne qualifiée pour régler et lancer la machine.

c) La fusion laser sur lit de poudre

Il existe plusieurs méthodes d'impressions 3D du métal comme la fusion laser sur lit de poudre, le jet de liant, l'extrusion de métal ou encore le dépôt sous énergie concentrée. Ce projet se basera seulement sur la méthode de fusion laser sur lit de poudre.

Cette méthode consiste à fondre de manière sélective, à l'aide d'un laser, de la poudre de métal. En effet, la poudre est d'abord répartie sur toute la zone d'impression avant d'être fusionnée à certains endroits, puis une autre couche est ajoutée etc... À la fin de l'impression, il ne reste plus qu'à évacuer la poudre non fusionnée et à récupérer la pièce.

Cependant, des problèmes se posent lors de cette impression. En effet, il y a de nombreuses contraintes et limites à cette méthode de fabrication.

Tout d'abord il faut que la pièce à imprimer corresponde à certains critères : elle ne doit pas dépasser la taille limite de la machine, ne doit pas avoir d'angles trop obtus, de trous trop petits ou parois verticales trop étroites... Sinon l'impression devient impossible car les trous vont se boucher pendant l'impression ou alors la poudre va mal se fixer.

Ensuite il faut que la poudre soit de la bonne dimension, le plus équiaxes possibles et qu'ils soient uniformément répartis sur la zone d'impression.

De plus, il faut que la vitesse du laser ne soit ni trop rapide ni trop lente, pour ne fondre ni trop ni pas assez de matière. En effet dans le cas contraire, il pourrait apparaître de la matière non fusionnée ou au contraire des coulées de métal, ce qui déformerait sa géométrie.

De même, il faut aussi prévoir des supports à la pièce afin d'éviter qu'elle ne s'effondre sur elle-même pendant l'impression. Ces supports devront être retirés par des procédés d'usinage traditionnels.

Finalement, nous nous retrouvons avec une vitesse d'impression de l'ordre de quelques dizaines de centimètres cubes par heure, plus le temps des post-traitements.

Cependant comme dit précédemment, les coûts de fabrication de la pièce (en négligeant le prix de la machine) sont très bas car ne nécessitent que peu de matières premières.

3.2. Méthodologie et essais expérimentaux

3.2.1. Présentation des échantillons

Pour procéder aux expérimentations, deux échantillons sont à notre disposition : un morceau d'Hastelloy X imprimé horizontalement, et un autre imprimé verticalement. Lors de ce projet, notre groupe ne disposait pas d'échantillons d'Hastelloy X coulés. Pour pouvoir comparer nos échantillons imprimés avec une pièce "coulée", nous avons décidé d'homogénéiser un morceau de nos échantillons (cf partie 3.2.5).

figure 4 : échantillons d'Hastelloy X



3.2.2. Polissage

Le polissage a pris une part importante du projet, étant une étape nécessaire avant chacune des expériences. En effet, afin d'observer la microstructure ou effectuer des essais de dureté, la pièce doit être "polie miroir". Cela signifie, avoir été polie avec des grains de papier polissage de plus en plus fins jusqu'à refléter la lumière comme un miroir.

Pour cela, il a fallu passer par différents disques de polissage. Concernant nos échantillons, nous sommes passés par des disques de grains de 80 à 2400 en passant par six étapes. Plusieurs difficultés ont été rencontrées durant le polissage : si la pièce n'est pas parfaitement mise à plat sur le disque, on obtient finalement une face qui n'est pas droite par rapport au reste de la pièce. De plus, si on n'applique pas la même force au-dessus de la surface à polir, celle-ci se fractionne en plusieurs facettes séparées par des arêtes. Il faut ainsi polir uniformément pendant parfois plusieurs dizaines de minutes afin de la rattraper.

Les différentes étapes :

figure 5 : différentes étapes du polissage



1) Polir



2) Passer à l'éthanol



3) Sécher

3.2.3. Essai de dureté Vickers



L'essai de dureté Vickers convient à tous les matériaux solides y compris métalliques. Un essai de dureté permet de connaître les propriétés d'un matériau telles que sa résistance, sa résistance à l'usure, sa ductilité ainsi qu'à déterminer si le traitement de ce matériau convient à l'usage souhaité.

La dureté Vickers (HV) est calculée en mesurant, à une charge donnée, les longueurs des 2 diagonales d'une empreinte laissée dans le matériau de l'échantillon par l'introduction d'un pénétrateur diamant pyramidal d'une certaine masse. Les diagonales de l'empreinte sont lues de manière optique afin de déterminer la dureté à partir d'une table ou de la formule suivante:

figure 6 : exemple de mesure

$$HV = \text{constant} \times \frac{\text{test force } F}{\text{surface of the indentation}} = 0,102 \times \frac{2F \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} = 0,1891 \times \frac{F}{d^2}$$

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2} \text{ (average diagonal length)}$$

Nous avons effectué de nombreux essais de duretés sur nos différents échantillons.

Ces essais avaient pour objectifs en premier lieu de voir la différence de dureté entre les échantillons imprimés en 3D et celui qui a été recuit.

Et dans un second lieu, les essais de dureté avaient pour but de voir si l'impression en 3D générerait un gradient de dureté au sein du matériau. Pour cela, nous avons réalisé des essais de dureté sur plusieurs lignes côtes à côtes pour évaluer l'homogénéité de la dureté sur la face et identifier un gradient de dureté s'il y en a.

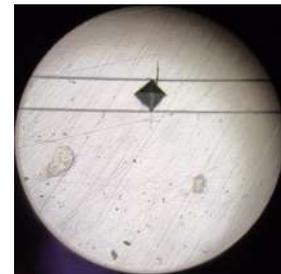


figure 7 : indent d'une mesure de dureté

3.2.4. Attaque électrolytique et observation de la microstructure

L'attaque électrolytique est un procédé qui permet de révéler les grains ou les bords de fusion d'un métal dans le cas des métaux imprimés 3D. Cela permet ainsi de faire ressortir certaines caractéristiques microstructurales au microscope. Il est à noter qu'il est nécessaire de pré-polir puis polir la pièce à examiner avant d'effectuer l'attaque métallographique. L'attaque peut être de nature chimique ou électrolytique.

L'attaque chimique consiste à immerger la pièce dans un produit chimique. Le produit est différent selon le type de métal utilisé. Une réaction chimique entre le métal et le produit va attaquer la couche extérieure de la pièce et révéler la microstructure. La durée d'une attaque varie avec son intensité et ne peut être déterminée que par expérience.

L'attaque électrolytique est similaire à l'attaque chimique. La différence est que la pièce métallique va jouer le rôle d'anode dans une cellule électrochimique. La réaction de la cellule va alors produire un enlèvement de matière de la pièce. Selon la composition de

l'échantillon, et si l'on souhaite observer les grains ou les bains de fusion, la durée de l'attaque et le voltage de la cellule vont être différents.

Dans le cadre de notre projet, la réalisation des attaques par électrolyse a été effectuée sur les échantillons d'Hastelloy X imprimés par fusion laser sur lit de poudre ainsi que sur un échantillon recuit (cf partie 3.2.5). Cela avait pour but de visualiser les bains de fusion des pièces imprimées et de comparer les microstructures avec celle de l'échantillon recuit, notamment au niveau des grains.

Protocole :

Après avoir poli la pièce, une première attaque a été réalisée afin d'électro-polir la pièce. Le produit utilisé est la solution A2 de la compagnie Struers. Elle est composée d'éthanol, de $HClO_4$, de H_2C et ainsi que du 2-butoxyéthanol.

Les paramètres de cette première attaque sont de 20V pendant 30s.

Ensuite, une seconde attaque, avec la même solution, à 10V pendant 3s permet de révéler les bains de fusions.

Puis la microstructure a été observée au microscope optique. Les images obtenues seront décrites et analysées dans la partie "3.3. Résultats" de ce rapport.

3.2.5. Homogénéisation de l'Hastelloy X

Le but de ce processus est d'effacer la microstructure particulière de l'impression afin d'obtenir une structure semblable à une pièce coulée.



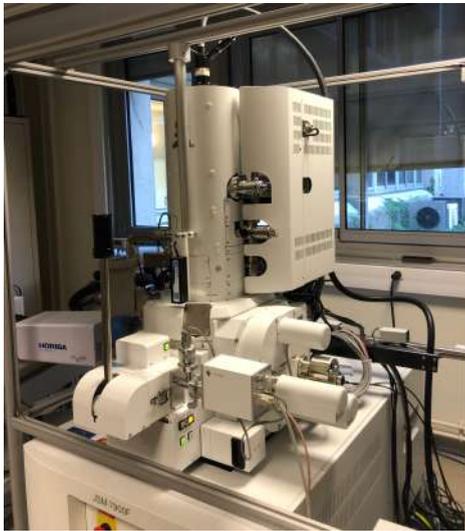
L'échantillon d'Hastelloy X imprimé à l'horizontal a été coupé en réglant la micro-tronçonneuse de façon à ce qu'elle fasse deux découpes consécutives. Elle a également été programmée pour que les nouveaux échantillons aient une épaisseur d'environ 3 mm.

L'un de ces nouveaux échantillons a ensuite été mis au four pendant 7h à 1100°C^[10] afin de l'homogénéiser.

Pour vérifier l'efficacité de ce processus d'homogénéisation, une attaque électrochimique a été réalisée sur le plan XY de cet échantillon afin de comparer sa microstructure. Pour cela, nous l'avons donc observée au microscope. Le détail de la comparaison est décrit dans la partie "3.3. Résultats" du rapport.

figure 8 : Découpe d'un morceau d'Hastelloy

3.2.6. Observation au microscope électronique à balayage



Observer les échantillons au microscope électronique à balayage (MEB) nous permet d'avoir une vision à plus fort grossissement des grains et des bains de fusions. Celui-ci utilise un fin faisceau d'électrons émis par un canon d'électrons. Ce faisceau est ensuite focalisé par des lentilles électromagnétiques sur la surface de l'échantillon. Un balayage de haut en bas permet d'obtenir une image bien plus nette aux très petites échelles qu'un microscope optique à photons.

Cette amélioration est due à l'utilisation de particules accélérées, les électrons. En effet, leur longueur d'onde associée est plus courte que celle des photons ce qui permet d'augmenter le grandissement. Ainsi, le pouvoir de résolution de l'électron est plus de 600 fois supérieur au photon.

figure 9 : Microscope électronique à balayage JEOL 7900F

Après avoir choisi les bons paramètres pour l'appareil (sélection de la hauteur du support et détecteurs à utiliser), les trois échantillons ont été insérés : l'Hastelloy horizontal, et vertical et le recuit. Comme la chambre à l'intérieur du microscope est sous vide, nous les avons placés dans un sas à l'avant. L'air du sas a ensuite été pompé. Enfin, à l'aide de la canne d'insertion, la plateforme avec les échantillons d'Hastelloy X a été poussée vers la chambre d'analyse du microscope.



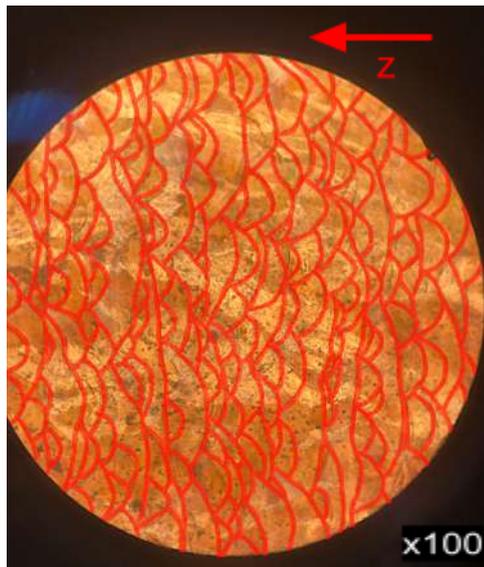
figure 10 : échantillons sur le support du MEB

A l'aide du logiciel, les images suivantes ont pu être récupérées. La description et l'analyse de celles-ci seront faites dans la prochaine partie "3.3. Résultats" de ce rapport.

3.3. Résultats

Avant d'étudier les résultats des essais de dureté, il est préférable d'expliquer la détermination des axes d'impression grâce à l'attaque électrolytique. La connaissance des axes d'impression facilite la compréhension des résultats des essais de dureté.

Après l'attaque électrolytique, des formes caractéristiques, les bords de fusions, sont observables avec un microscope optique.

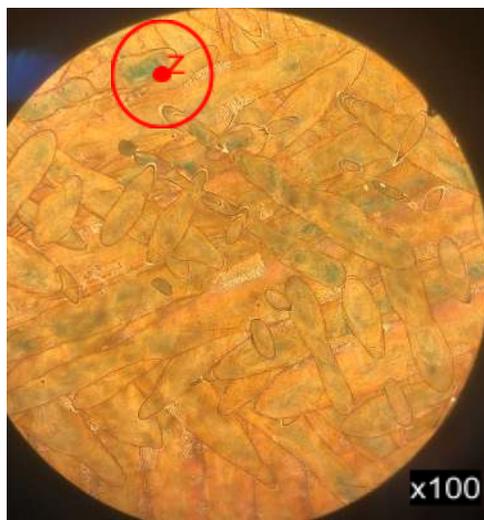


Les bords des bords de fusion ont été surlignés en rouge. Ils possèdent tous une forme bombée dans la même direction. Cette direction des bords de fusion permet de déterminer l'axe d'impression z de la pièce. Les côtés ronds pointent "vers le bas" lors de l'impression, c'est-à-dire vers l'origine de l'axe z.

Sur cette image d'une face de la pièce imprimée horizontalement, l'axe d'impression va donc de la droite vers la gauche. C'est donc une face de côté, parallèle à l'axe z.

L'axe d'impression de l'autre pièce, imprimée verticalement, est déduit avec le même principe.

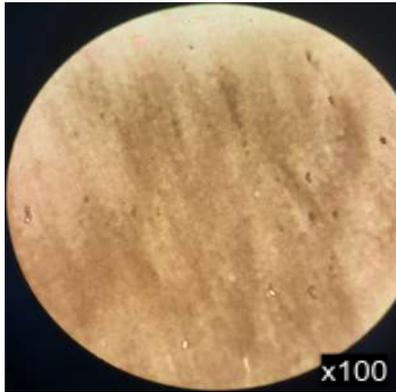
figure 11 : Image des bords de fusions surlignés d'une face de xz de la pièce horizontale



Lorsque la face de dessus de la pièce est observée, les bords de fusion "vus de haut", ont une autre forme. Ils sont longs et fins.

De plus, cette disposition entrecoupée des bords de fusion est dû au fait que la surface ait été polie obliquement par rapport aux plans d'impression (x,y).

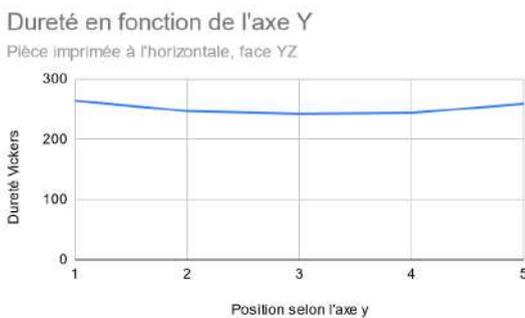
figure 12 : Image des bords de fusions de la face de xy de la pièce horizontale



Sur la face de l'échantillon recuit, on voit clairement qu'il n'y a plus de bains de fusions. La pièce semble homogène. Pour avoir une vision plus précise de cette microstructure (notamment les grains), il faut observer l'échantillon recuit à microscope électronique à balayage.

figure 13 : Image de la face de la pièce recuite

En ayant connaissance des axes d'impressions des pièces, la dureté HV a été mesurée suivant la direction d'impression, ici l'axe z. Il est perpendiculaire aux plans d'impression (x,y). Mesurer la dureté selon x ou selon y résulte en la même chose.



Voici le graphique de dureté de la pièce imprimée horizontalement en suivant son axe y. L'axe des abscisses est numéroté de 1 à 5. Ces valeurs entières sont les positions de la mesure sur la pièce selon l'axe. Chaque mesure a été effectuée à intervalle régulier d'environ 1,5 mm de la précédente.

A quelques variations près, la dureté est plutôt homogène selon cet axe. La valeur moyenne de dureté sur 10 mesures est HV=251 avec un écart-type de 9,6.

figure 14 : graphiques de la dureté de Vickers en fonction de la position



Ces deux graphiques montrent la dureté des pièces imprimées verticalement et horizontalement suivant la direction d'impression z. Les moyennes de dureté sur 5 mesures sont HV=248 pour la verticale, et HV=232 pour l'horizontale.

Lors de l'impression, les couches d'impression reposent sur les couches imprimées inférieures. De ce fait, il pourrait exister un potentiel gradient de propriété mécanique, notamment de la dureté, selon l'axe z. En effet, celui-ci serait induit par recuit successif des couches inférieures lors du passage du laser. Mais au regard des graphiques, il est impossible d'affirmer la présence d'un gradient. Pour confirmer l'existence d'un gradient, il faudrait répéter un plus grand nombre de fois les mesures puis effectuer une étude statistique. Par manque de temps, notre groupe n'a pas pu réaliser ces mesures supplémentaires.

Enfin, pour la pièce recuite, la dureté semble homogène. La valeur moyenne obtenue sur 10 mesures est HV=185.

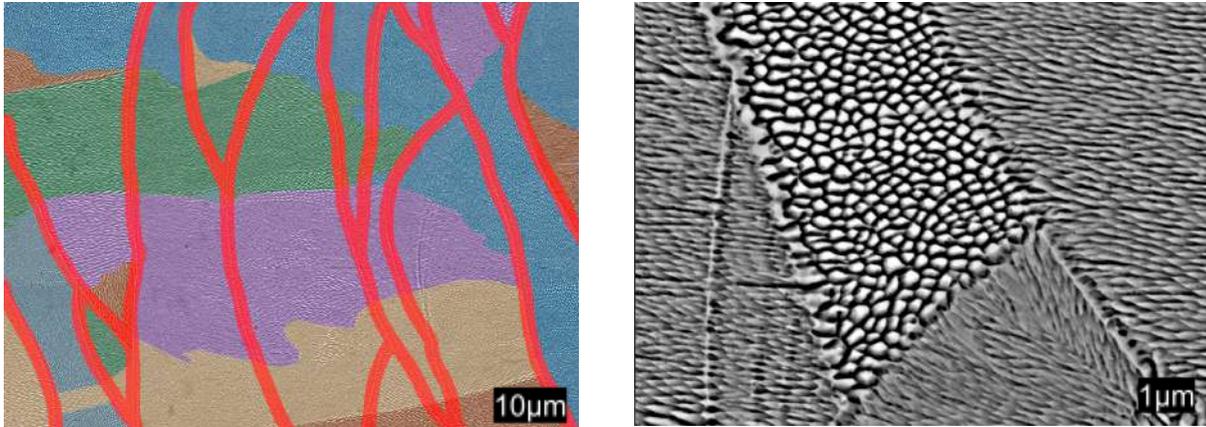


figure 15 : Dendrites visibles sur les pièces imprimées en 3D

Le MEB nous permet d'observer pour les pièces imprimées des « stries » dans les bains de fusion. Ce sont des dendrites. Ces dendrites sont visibles car l'attaque métallographique nous permettant de voir les bains de fusion a également attaqué la matière entre les dendrites.

Nous pouvons aussi voir que les zones possédant des dendrites de même direction (zones coloriées) s'étendent sur plusieurs dizaines de microns et traversent plusieurs bains de fusion (surlignés en rouge). Ces zones correspondent aux grains de la microstructure. Cela s'explique par le fait que la formation des dendrites est due à la solidification du métal. Lors de l'impression, après premier passage du laser, le métal se solidifie à plusieurs endroits en même temps dans le liquide. Les zones solidifiées s'étendent et deviennent les grains du métal. Dans chaque grain, les dendrites possèdent une même orientation, qui diffère de l'orientation dans les autres grains.

Puis au second passage du laser, une partie du métal solide fond de nouveau et les grains de la couche inférieure peuvent alors continuer de s'étendre dans le liquide. C'est pourquoi nous observons que les zones de même orientation de dendrites traversent plusieurs bains de fusion. De plus, la taille des dendrites va dépendre de la vitesse de solidification. Comme la solidification est assez rapide par impression 3D, les dendrites ont une petite taille, d'environ 1 µm de diamètre.

figure 16 : image des joints de grains de la pièce recuite

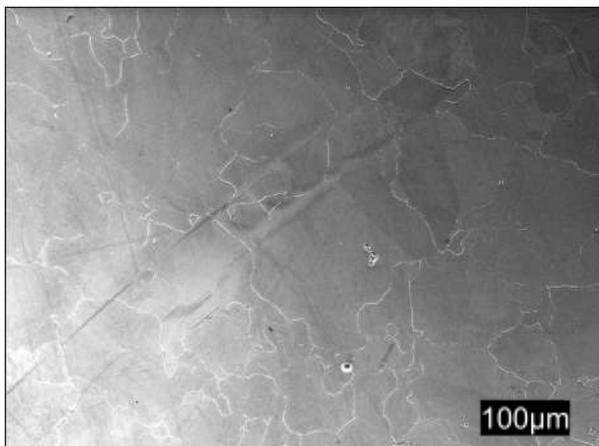
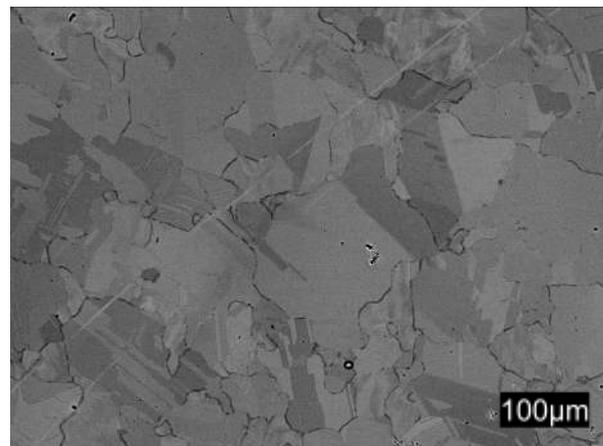


figure 17 : Grains de la pièce recuite avec la couleur en fonction de l'orientation



Ces deux dernières images montrent les grains de la pièce ayant été recuite pour homogénéisation. Elles possèdent le même grossissement et montrent la même zone de la pièce. La différence est que la première image a été prise avec un détecteur faisant ressortir la topographie de surface (électrons secondaire), ce qui permet de voir les joints de grains, tandis que la deuxième a été prise avec un détecteur faisant ressortir des contrastes d'orientation (électron rétrodiffusés). Sur cette dernière, nous observons que chaque grain a une couleur différente, ce qui implique que chaque grain est incliné différemment. De plus, à l'intérieur des joints des grains, nous pouvons constater que des bandes d'une autre couleur sont présentes. Cela laisse penser à des macles, qui sont des faibles désorientation en bande dans les grains.

Généralement, les grains ont une taille de quelques centaines de microns. Leur forme est assez équiaxe et au contour irrégulier.

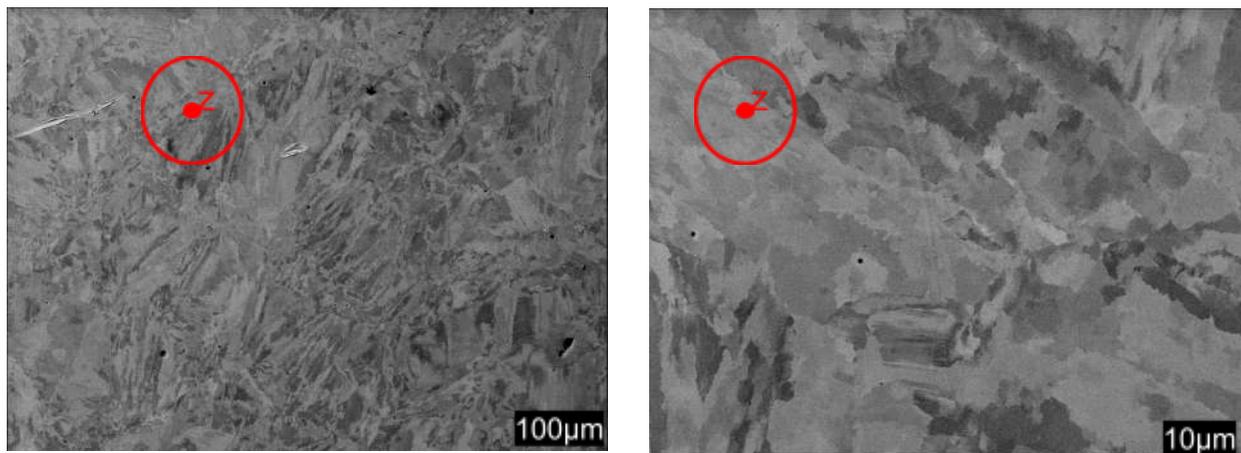


figure 18 : Face xy de la pièce imprimée (verticale) électropolie pour observation de grains avec deux agrandissements différents

Voici des images de la microstructure d'une pièce imprimée en 3D, prise avec le détecteur d'électrons rétrodiffusés (contraste d'orientation). En comparaison avec les grains de la pièce recuite, nous remarquons que la forme et la taille des grains sont complètement différentes.

Les grains de la pièce imprimée ne sont plus du tout équiaxes, mais de formes indistinctes. La taille de ces grains est autour d'une dizaine de micromètres, ce qui est 10 fois plus petit que les grains recuits.

Cette taille et cette forme différentes sont la clé pour comprendre les différences de propriétés mécaniques entre l'Hastelloy X coulé (similaire à la pièce homogénéisée) et l'HX imprimé. En effet, la dureté d'un matériau peut être liée à la taille de la microstructure et donc ici liée à la taille des grains. La microstructure des grains plus petits et enchevêtrés de l'Hastelloy X imprimé engendre une grande densité de joints de grains qui empêche le déplacement des dislocations dans le matériau. Et plus le déplacement des dislocations est bloqué, plus la dureté sera élevée.

En comparant les valeurs moyennes des mesures, la dureté Vickers de l'Hastelloy X homogénéisé (HV=185) est nettement plus faible que celles de l'Hastelloy X imprimé (HV=242 et HV=238). Les observations microscopiques et les mesures mécaniques sont donc bien en adéquation.

4. CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

En conclusion, la recherche bibliographique nous a permis de comprendre la microstructure polycristalline des métaux, de nous introduire à l'Hastelloy X et de comprendre le fonctionnement de l'impression 3D par fusion sur lit de poudre. En ayant une meilleure vision des notions relatives au projet, et avec l'encadrement de l'enseignante, plusieurs expériences ont pu être menées à bien. Après un polissage des pièces, l'attaque électrolytique permet de révéler les caractéristiques microstructurales, telles que les bords de fusion ou les grains. L'observation des bords de fusion rend possible la détermination de l'axe d'impression. En connaissant l'orientation d'impression, des mesures de dureté Vickers sont effectuées selon plusieurs axes. Ces mesures ne nous ont pas permis d'affirmer l'existence d'un gradient de dureté selon l'axe d'impression. Néanmoins, la dureté moyenne des pièces imprimées est nettement plus élevée que celle d'un échantillon recuit pour homogénéisation. Pour expliquer cela, l'observation au microscope électronique à balayage montre des différences de tailles et de formes des grains des pièces imprimées et homogénéisées. Les grains de tailles plus petites et de formes plus enchevêtrées des pièces d'Hastelloy X imprimée en 3D sont responsables du blocage des mouvements des dislocations dans le matériau, ce qui résulte en une mesure de dureté Vickers plus élevée.

Pour poursuivre ce projet, il serait intéressant d'effectuer un plus grand nombre de mesures de dureté afin de réellement affirmer ou nier la présence d'un gradient. De plus, les comparaisons entre impression 3D et coulage ont été faites avec un échantillon recuit. Il est envisageable de refaire les expériences avec une pièce réellement coulée, afin de comparer au mieux les procédés de fabrication. Enfin, notre projet s'est principalement intéressé à la propriété mécanique de la dureté. Étudier les autres propriétés mécaniques, comme la rigidité, l'élasticité, la ductilité ou la fatigue du matériau pourraient être une perspective intéressante.

Conclusion sur l'apport personnel de cet E.C. projet :

Mathis : Ce projet m'a appris beaucoup de choses sur la physique des matériaux, notamment des métaux, domaine qui m'était peu connu. De plus, j'ai pu découvrir des notions sur le domaine nouveau de l'impression 3D. J'ai aussi trouvé très intéressante la diversité des expériences menées.

Ikhlass : J'ai beaucoup appris de ce projet. J'ai d'abord appris à organiser la recherche et l'expérimentation à partir d'une problématique, j'ai aussi découvert le fonctionnement et les différentes méthodes d'impression 3D. Comme mes camarades, j'ai apprécié le côté pratique du projet puisque nous avons pu utiliser différentes machines.

Bastien : Grâce à ce projet, j'ai pu découvrir de nombreux aspects sur les métaux et leurs caractéristiques. J'ai aussi appris de nombreuses méthodes d'impression 3D de métaux, un domaine qui m'était totalement inconnu. Par ailleurs, j'ai apprécié le fait d'effectuer de nombreuses expériences, ce qui m'a permis de découvrir l'utilisation de diverses machines.

Brendan: Ce projet m'a permis de compléter mes connaissances dans les domaines de l'impression 3D et celui des matériaux et m'a donné l'occasion de manipuler des machines et faire des expériences au sein de ces domaines. De plus, il m'a appris à mener un projet de groupe en partageant les tâches et en se mettant d'accord sur la marche à suivre. Ces compétences me seront très utiles pour la suite de mes études et, plus tard, dans le monde du travail.

5. BIBLIOGRAPHIE

- [1] <https://www.alloywire.fr/products/hastelloy-x/> (valide à la date du 28/05/2022).
- [2] <https://material-properties.org/fr/hastelloy-densite-resistance-durete-point-de-fusion/> (valide à la date du 28/05/2022).
- [3] <https://www.buehler.fr/vickers-hardness-testing.php> (valide à la date du 28/05/2022).
- [4] <https://www.struers.com/fr-FR/Knowledge/Hardness-testing/Vickers#application> (valide à la date du 28/05/2022).
- [5] <http://www.universalis-edu.com.ezproxy.normandie-univ.fr/encyclopedie/impression-3d/> (valide à la date du 25/05/2022).
- [6] <https://www.hubs.com/fr/guides/impression-3d-metal/#the-basics> (valide à la date du 25/05/2022).
- [7] <https://www.struers.com/fr-FR/Knowledge/Etching> (valide à la date du 28/05/2022).
- [8] https://www.youtube.com/watch?v=uG35D_euM-0 (valide à la date du 08/06/2022).
- [9] <https://matmatch.com/learn/property/vickers-hardness-test> (valide à la date du 08/06/2022).
- [10] <https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00957905/file/2013ENMP0048.pdf> (valide à la date du 10/06/2022).