

# Filière Systèmes industriels

## Orientation Design and Materials

# Diplôme 2007

*Benoît Cardis*

*Fabrication des pièces  
métalliques et céramiques  
par impression 3D*

Professeur

Efrain Carreño-Morelli

Expert

Roland Dubach

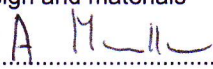

SI	TV	EE	IG	EST
X	X	X	X	

Filière / Studiengang : Systèmes industriels

Confidentiel / Vertraulich ☐

<b>Etudiant / Student</b> Benoît Cardis	<b>Année scolaire / Schuljahr</b> 2006/07	<b>No TD / Nr. DA</b> SI/2007/33
<b>Proposé par / vorgeschlagen von</b> HES-SO Valais, UDM		<b>Lieu d'exécution / Ausführungsort</b> HES-SO Valais, DSI  <b>Expert / Experte</b>

<b>Titre / Titel:</b>  <b>Fabrication des pièces métalliques et céramiques par impression 3D</b>
<b>Description / Beschreibung:</b> <p>L'impression 3D est une technique de fabrication rapide qui consiste à générer une pièce couche par couche à partir des poudres métalliques ou céramiques. Des sections 2D de la pièce sont consolidées successivement par déposition d'un liant polymère sur des poudres. Le résultat est un corps vert polymère-métal ou polymère-céramique qui doit être soumis à des traitements thermiques de déliantage et frittage pour obtenir la pièce métallique ou céramique désirée. Les matériaux utilisés commercialement dans ce procédé sont essentiellement des aciers inoxydables, poudres de plâtre et de cellulose. Dans ce travail on établira la faisabilité d'imprimer et de consolider des pièces avec une plus grande liberté dans le choix des poudres.</p> <p>Les buts de ce travail sont :</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1) la fabrication des pièces en acier par impression 3D avec des propriétés optimales et</li> <li>2) la réalisation d'une étude de faisabilité d'impression 3D des pièces dans des matériaux métalliques et céramiques non-standard.</li> </ol> <p>Les étapes intermédiaires prévues comprennent notamment :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- une revue bibliographique</li> <li>- la conception des pièces par CAO</li> <li>- le choix et la préparation des poudres</li> <li>- la réalisation d'une série programmée d'essais d'impression</li> <li>- le choix des paramètres de déliantage et frittage</li> <li>- la caractérisation de la microstructure, de la composition et des propriétés des pièces frittées.</li> </ul> <p>Les ressources disponibles permettront d'accomplir la fabrication des pièces par impression 3D dans toutes ses étapes : équipement pour la caractérisation des poudres et des liants, imprimante 3D, fours pour déliantage et frittage.</p>
<b>Objectifs / Ziele:</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>— Réalisation des pièces complexes en acier et en matériaux non-standard</li> <li>— Obtention des pièces denses par infiltration de bronze dans des corps poreux</li> <li>— Maîtrise de l'impression 3D des pièces métalliques.</li> </ul>

<b>Signature ou visa / Unterschrift oder Visum</b>  Resp. de l'orientation design and materials  .....  Professeur/Dozent: Efrain Carreño-Morelli  .....  Etudiant/Student:  .....	<b>Délais / Termine</b>  Attribution du thème / Ausgabe des Auftrags: 03.09.2007  Remise du rapport / Abgabe des Schlussberichts: 23.11.2007  Exposition publique / Ausstellung Diplomarbeiten: 30.11.2007  Défenses orales / Mündliche Verfechtungen Semaine 49
--	--



# Résumé

L'impression en trois dimensions est une technique de fabrication rapide permettant la fabrication de pièces en trois dimensions.

La méthode consiste à générer la pièce couche par couche au moyen de poudres plastiques, métalliques ou céramiques.

La première section de la pièce est consolidée par impression d'un liant polymère, ensuite un rouleau étale une fine couche de poudre sur la section consolidée puis la deuxième section est imprimée sur la couche de poudre. Et ainsi de suite jusqu'à l'obtention de la pièce complète.

Lorsque le matériau de la poudre est de nature céramique ou métallique, des cycles thermiques de déliantage et de frittage sont requis pour brûler le liant et souder les grains de poudres les uns aux autres par diffusion.

Il en résulte une pièce poreuse dont les propriétés mécaniques n'atteignent pas celle d'une pièce dense.

Afin d'améliorer les propriétés du corps poreux celui-ci peut être infiltré avec un matériau dont le point de fusion est inférieur à celui de la poudre. Pour ce faire la pièce devra subir un traitement thermique d'infiltration.

Le présent travail rend compte des différents essais et résultats obtenus avec cette méthode de fabrication.

# Zusammenfassung

Der Druck in drei Dimensionen ist eine Fabrikationsmethode, die zur schnellen Herstellung und der Fertigung in drei Dimensionen dient.

Die Methode besteht in der Generierung des Stückes, Schicht bei Schicht, mittels Kunststoff-, Metall- oder Keramik Pulver.

Der erste Arbeitsschritt ist Teil des konsolidierten Aufdruckes von einer Polymerverbindung. Alsdann wird mit einer Rolle eine dünne Schicht Pulver auf die zu bearbeitende Fläche konsolidiert. Danach wird die zweite Pulverschicht gedruckt. Und so weiter bis das Modell fertig erstellt ist.

Wenn das Material des Pulvers geeignet ist (Keramik oder Metall), der Wärmezyklen von Entbinderung und Sinterung sind für brennen die Bindung und löten die Körner Pulver, die miteinander schweissen durch Verbreitung.

Das Ergebnis ist ein Stück mit Porositäten, dass die mechanischen Eigenschaften nicht erreichen, wie ein Stück mit hoher dichte.

Um die Eigenschaften der porösen Körper zu verbessern, kann mittels eines Materiales (mit einem tieferen Schmelzpunkt) das Pulver infiltrieren/ergänzen. Dafür muss das Teil einer Infiltrierenden Wärmebehandlung unterzogen werden.

Diese Arbeit berichtet über die Ergebnisse verschiedener Versuche und erzielten Resultate für diesen Herstellungsprozess.



# Table des matières

<b>1. PROTOTYPAGE RAPIDE .....</b>	<b>3</b>
<b>2. IMPRESSION EN TROIS DIMENSIONS .....</b>	<b>3</b>
2.1 LE PROCÉDÉ .....	3
2.2 POURQUOI L'IMPRESSION EN TROIS DIMENSIONS ? .....	5
2.3 L'IMPRIMANTE PROMETAL R1 .....	5
<b>3. POUDRES METALLIQUES ET LIANT .....</b>	<b>7</b>
3.1 POUDRE D'ACIER INOXYDABLE PROMETAL .....	7
3.2 POUDRE D'ACIER INOXYDABLE 17-4 PH .....	9
3.3 POUDRE DE NIKEL-TITANE .....	9
3.4 POUDRE DE BRONZE .....	9
3.5 LIANT POLYMÈRE .....	11
<b>4. DELIANTAGE ET FRITTAGE .....</b>	<b>11</b>
<b>5. PIÈCES FRITTEES ET LEURS PROPRIÉTÉS .....</b>	<b>14</b>
5.1 DENSITÉ .....	14
5.2 RETRAIT .....	14
5.3 USINABILITÉ .....	15
5.4 RÉSISTANCE À LA CORROSION .....	15

<b>6. INFILTRATION.....</b>	<b>16</b>
6.1 PROCESSUS D'INFILTRATION.....	17
6.1.1 <i>Infiltration après frittage</i> .....	17
6.1.2 <i>One Step infiltration</i> .....	18
6.1.3 <i>Stilt infiltration</i> .....	18
6.2 ESSAI D'INFILTRATION .....	19
6.3 PIÈCES INFILTRÉES ET LEURS PROPRIÉTÉS.....	22
6.3.1 <i>Propriétés des pièces frittées</i> .....	22
6.3.2 <i>Propriétés des pièces infiltrées</i> .....	23
6.3.3 <i>Essais de traction</i> .....	23
6.4 ETUDE MICROGRAPHIQUE.....	26
<b>7. PROBLEMES D'IMPRESSION .....</b>	<b>31</b>
7.1 PROBLÈMES GÉNÉRAUX .....	31
7.2 POUDRES AVEC DES GRAINS DE PETITE TAILLE .....	31
<b>8. ETUDE DE CAS.....</b>	<b>33</b>
8.1 RESSORT EN NICKEL TITANE .....	33
8.2 TURBINE.....	34
<b>9. TRAVAUX FUTURS.....</b>	<b>35</b>
9.1 PIÈCES D'ACIER INOXYDABLE INFILTRÉES AVEC DU BRONZE .....	35
9.2 AUTRES MATERIAUX .....	35
<b>10. CONCLUSION .....</b>	<b>35</b>
<b>11. REFERENCES .....</b>	<b>36</b>
<b>12. ANNEXES .....</b>	<b>37</b>
ANNEXE 1 : CYCLES THERMIQUES .....	37
ANNEXE 2 : CALCULS, LOG FILE .....	41
ANNEXE 3 : DIMENSIONS ÉPROUVETTE .....	45
ANNEXE 4 : COURBES DE TRACTION .....	47
ANNEXE 5 : PHOTOS MICROSCOPE ÉLECTRONIQUE.....	49
ANNEXE 6 : LISTE DE MACHINES .....	51

# 1. Prototypage rapide

Le prototypage rapide comprend l'ensemble des procédés permettant de générer une pièce en trois dimensions à partir de la consolidation successive de couches en deux dimensions.

Ces procédés de fabrications présentent plusieurs avantages :

- Pas de perte de matière par enlèvement de matière.
- Pas besoin de moule ou autre investissement coûteux qui diffèrent pour chaque pièces géométriquement différentes.
- Fabrication de la pièce à partir d'un dessin sur ordinateur (format STL).
- Fabrication rapide même pour une seule unité, des pièces complexes.

Il existe plusieurs procédés de prototypage rapide comme :

- La stéréolithographie (STL)
- Fused deposition modeling (FDM).
- Laminated object manufacturing (LOM).

Et d'autres procédés qui font partie de la technologie des poudres comme :

- Selective laser sintering (SLS).
- Impression en trois dimensions (3DP).

## 2. Impression en trois dimensions

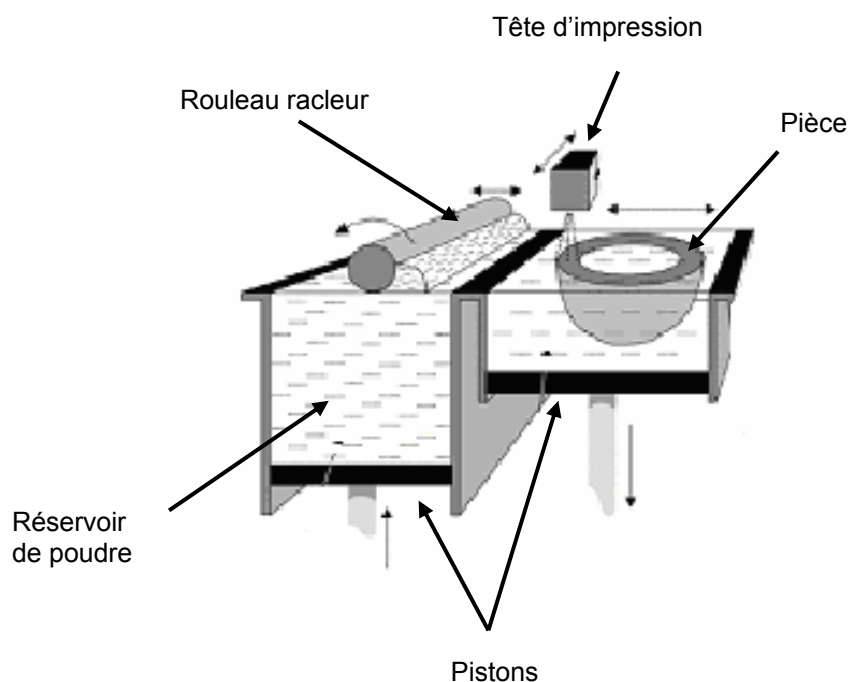
### 2.1 Le procédé

Une tête d'impression imprime la première section de la pièce sur un lit de poudre. Puis après séchage de l' "encre" (colle ou liant polymère), un rouleau racleur étale une fine couche de poudre provenant d'un réservoir. Ensuite la deuxième section de la pièce est imprimée, et ainsi de suite jusqu'à l'obtention de la pièce complète en trois dimensions (Cf. Figure 1).

La poudre peut être de nature :

- Polymère
- Métallique
- Céramique
- Composite

Pour les trois derniers types de poudres, après impression, la pièce est appelée corps vert. Elle est composée de grains de poudres métallique, céramique ou composite dont la cohésion est assurée par un liant polymère ("encre"). A ce stade, les propriétés mécaniques de la pièce sont médiocres, elle devra subir des traitements thermiques simultanés de déliantage et de frittage afin d'accroître ses propriétés mécaniques.



**Figure 1: Procédé d'impression en trois dimensions.**



## 2.2 Pourquoi l'impression en trois dimensions ?

L'impression en trois dimensions présente plusieurs avantages comparés à d'autres méthodes de prototypage rapide :

- Impression très rapide, pas de temps requis pour des transformations de phases.
- L'équipement est relativement peu coûteux par rapport à une autre méthode de prototypage rapide.
- Certaines propriétés comme le retrait, la densité etc. peuvent être contrôlées en modifiant des paramètres d'impression ou de frittage.
- Les multiples possibilités de développements futurs.
- La simplicité de mise en œuvre du procédé.

## 2.3 L'imprimante ProMetal R1

L'imprimante ProMetal possède une table d'impression avec les dimensions suivantes :

- Largeur : 40 mm
- Longueur : 60 mm
- Profondeur : 25 mm

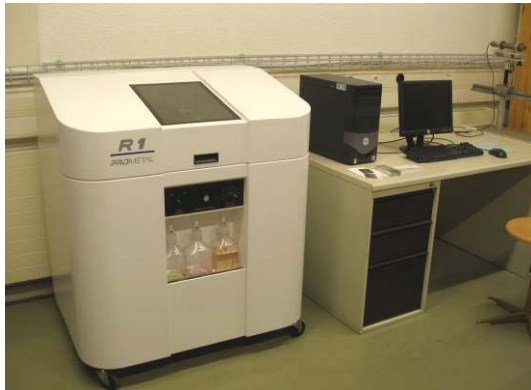
Le logiciel fourni avec la machine permet de régler plusieurs paramètres :

- Le nombre et la fréquence des cycles de nettoyage.
- L'épaisseur des couches de poudre.
- Le temps de séchage du liant.
- La vitesse d'avance de rouleau racleur.

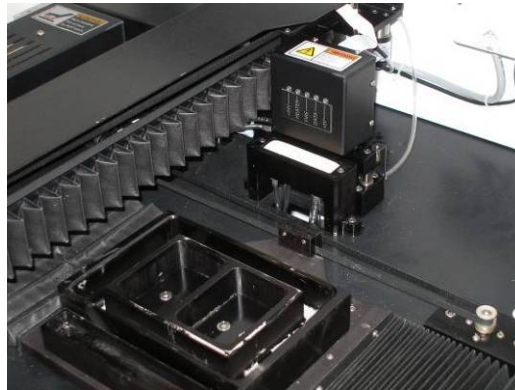
Toutefois, les paramètres ayant une influence cruciale sur la qualité de la pièce imprimée sont l'épaisseur des couches et le temps de séchage du liant.

Les pièces imprimées avec la poudre ProMetal avaient les paramètres d'impression suivants :

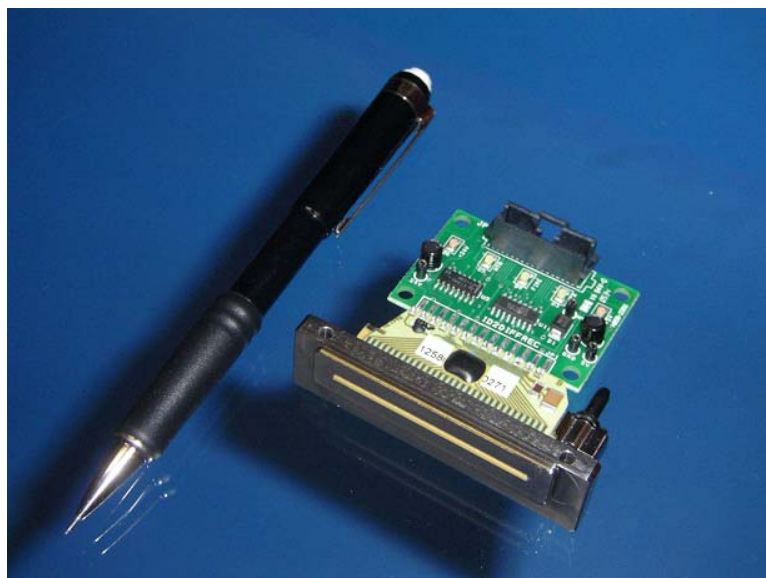
- Epaisseur de couche : 127  $\mu$ m.
- Temps de séchage : 20 secondes.



a



b



c

**Figure 2 : Imprimante ProMetal R1 (a), Plateforme d'impression (b), Tête d'impression piézoélectrique (c).**

## 3. Poudres métalliques et liant

### 3.1 Poudre d'acier inoxydable ProMetal

ProMetal fournit également des poudres d'aciers inoxydables pour l'impression en trois dimensions, elles sont de trois types et ont les dénominations de ProMetal :

- S3 : Poudre d'acier inoxydable 316 pour une résistance accrue à la corrosion.
- S4-30 : Poudre d'acier inoxydable 420 pour une meilleure résistance mécanique.
- S4H : Poudre d'acier inoxydable 420 avec une répartition de la taille des grains de poudre bimodale pour une meilleure densité frittée [1].

Ici la poudre étudiée pour l'impression est une poudre ProMetal S4-30 ce qui correspond à un acier inoxydable DIN X20 Cr13 (numéro du matériau : 1.4021).

Composition de l'acier inoxydable DIN X20 Cr13						
Elément	C	Si	Mn	P	S	Cr
% en poids	0.16 - 0.25	1.00	1.50	0.04	0.03	12.00 - 14.00

**Figure 3 : Composition de l'acier inoxydable S4-30, DIN X20 Cr13 [2].**

Propriétés mécaniques [2] :

- Dureté : HB30  $\leq$  230
- Résistance mécanique :  $R_m = 760 \text{ N/mm}^2$
- Résistance élastique :  $R_e = 550 \text{ N/mm}^2$
- Allongement à la rupture :  $A_5 = 12 \%$
- Module d'élasticité :  $E = 215'000 \text{ N/mm}^2$
- Densité :  $\rho = 7'700 \text{ Kg/m}^3$

La méthode de fabrication de la poudre n'étant pas donnée par ProMetal, elle peut cependant être déterminée grâce à une analyse par microscopie électronique (Cf.Figure 4) [3].

La figure montre une forme des grains de poudre sphérique dont la taille avoisine les quarante microns. De plus une analyse par diffractométrie laser de la poudre, donne une répartition gaussienne de la taille de la poudre et un diamètre moyen de quarante quatre microns (Cf.Figure 5).

Ce sont les caractéristiques typiques des poudres atomisées au gaz inerte.

Pour l'impression en trois dimensions, particulièrement lors de la création des couches de poudre, il est important d'avoir un faible coefficient de friction entre les grains de poudre et la poudre ne doit pas avoir tendance à s'agglomérer.

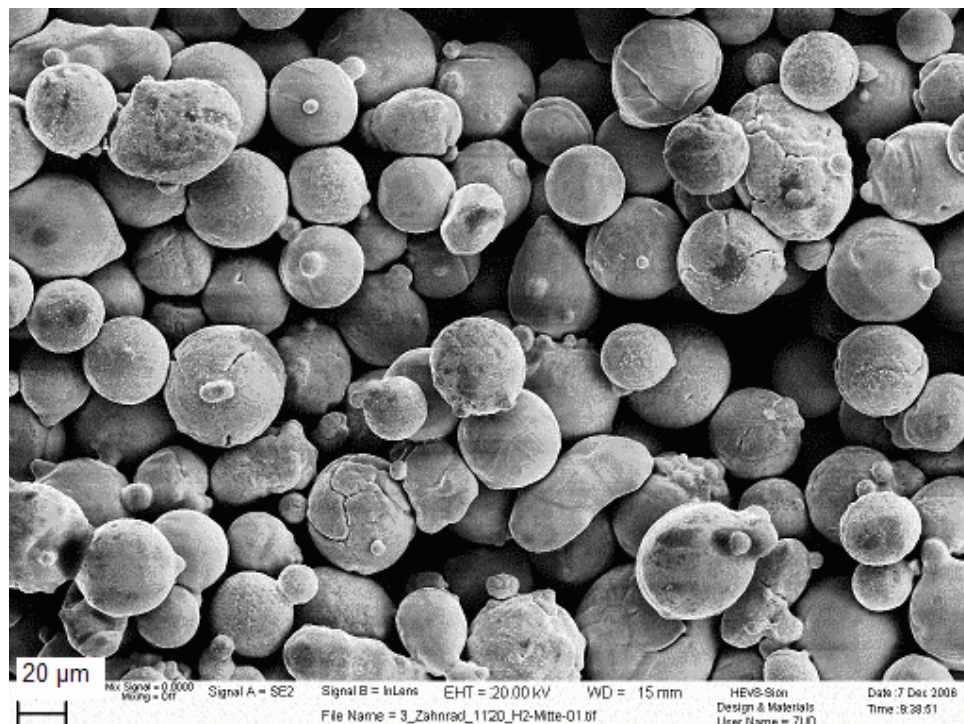


Figure 4 : microscopie électronique de la poudre ProMetal S4-30 [3].

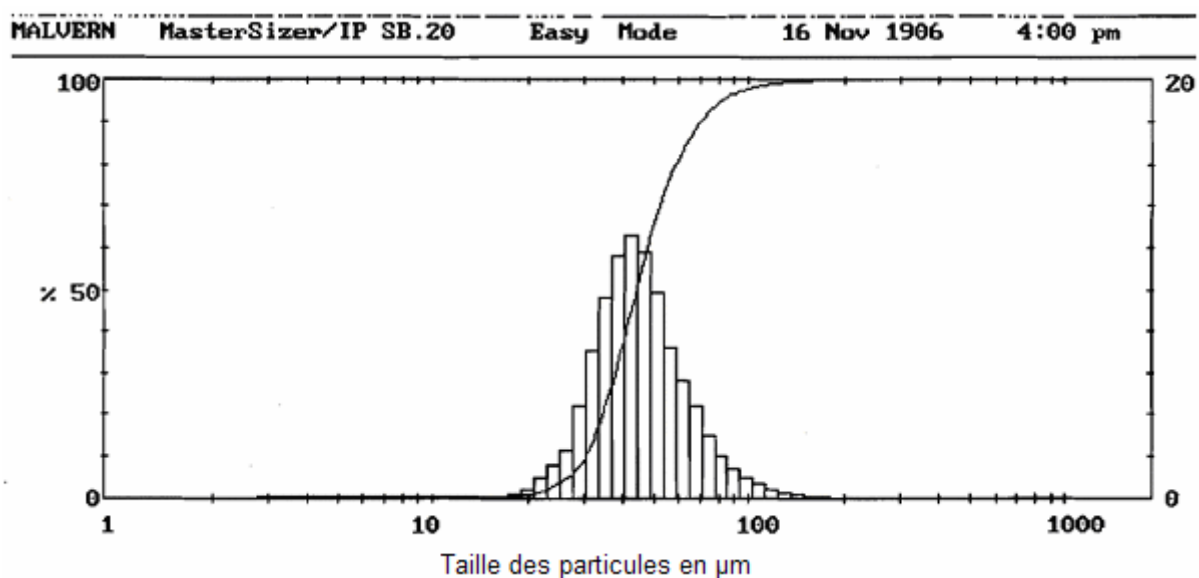


Figure 5 : Répartition de la taille des grains de poudre en microns [3].

### 3.2 Poudre d'acier inoxydable 17-4 PH

Un autre type d'acier inoxydable a été utilisé, nommé couramment acier 17-4 PH, il correspond à la norme DIN : X5CrNiCuNb16-4 (numéro du matériau : 1.4542).

Composition de l'acier inoxydable DIN X5CrNiCuNb16-4										
Elément	C	Si	Mn	P	S	Cr	Cu	Mo	Ni	Nb
% en poids	<=0.07	<=0.70	<=1.50	<=0.04	<=0.01	15.0 - 17.0	3.0 - 5.3	<=0.60	3.0 - 5.3	<=0.45

**Figure 6 : Composition de l'acier inoxydable 17-4 PH, DIN X5CrNiCuNb16-4 [2].**

Propriétés mécaniques [2] :

- Dureté : HB30  $\leq$  360
- Résistance mécanique :  $R_m = 1200 \text{ N/mm}^2$
- Résistance élastique :  $R_e = 720 \text{ N/mm}^2$
- Allongement à la rupture :  $A_5 = 16 \%$
- Module d'élasticité :  $E = 210'000 \text{ N/mm}^2$
- Densité :  $\rho = 7'800 \text{ Kg/m}^3$

Fournisseur : Carpenter.  
Désignation du produit : Micro – Melt 17-4PH.  
Taille de la poudre :  $D_{50} = 22 \mu\text{m}$ .

Pour cette poudre la forme des grains est inconnue, ainsi que la méthode de fabrication. Par contre, elle présente de bien moins bonnes propriétés d'écoulement que la poudre ProMetal.

### 3.3 Poudre de Nickel-Titane

Fournisseur : Nanoval.  
Désignation du produit : NiTi : 45  
Taille de la poudre :  $D_{50} = 31.6 \mu\text{m}$ .

### 3.4 Poudre de bronze

Après le frittage vient le processus d'infiltration, l'infiltrant a pour but de remplir la porosité ouverte de la pièce frittée. Ainsi la pièce présente des propriétés mécaniques meilleures.

Ici l'infiltrant utilisé est une poudre de bronze non pré alliée, elle est composée de poudre de cuivre mélangée à de la poudre d'étain.

Fournisseur : Alfa Aesar.

Numéro du produit : 88359.

Taille de la poudre : -100 Mesh (Ce qui correspond à un diamètre de grain maximum de moins de 150  $\mu\text{m}$ ).

Composition : 90% Cu + 10% Sn (% en poids).

Les caractéristiques comme la taille et la forme des grains sont ici moins intéressantes car le bronze va totalement fondre (Cf. Figure 7).

Propriétés mécaniques [2] :

- Résistance mécanique :  $R_m = 270 \text{ N/mm}^2$
- Résistance élastique :  $R_e = 130 \text{ N/mm}^2$
- Allongement à la rupture :  $A_5 = 12 \%$
- Module d'élasticité :  $E = 100'000 \text{ N/mm}^2$
- Densité :  $\rho = 8795 \text{ Kg/m}^3$

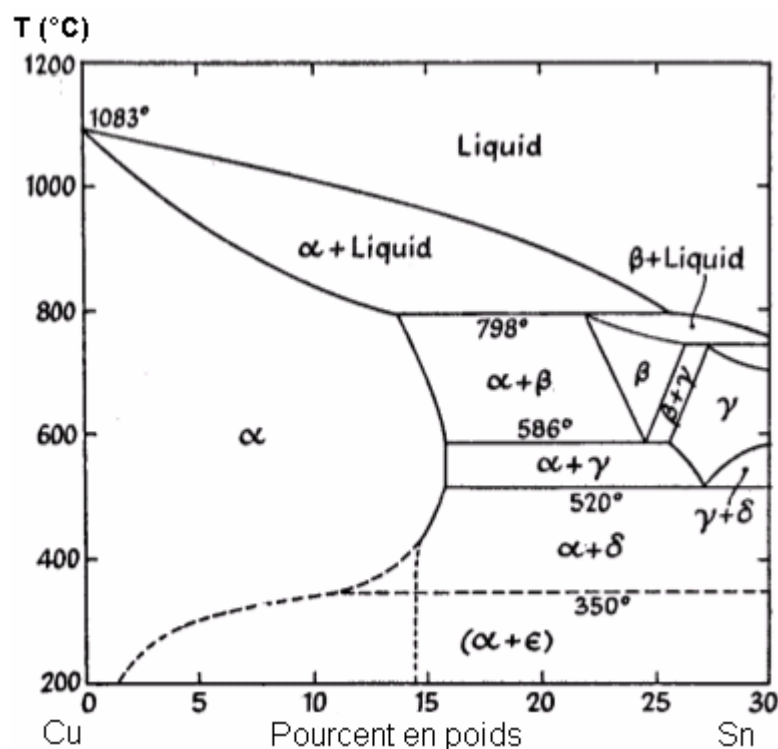


Figure 7 : Diagramme de phase cuivre étain.



### 3.5 Liant polymère

Le liant est directement giclé sur le lit de poudre par la tête d'impression, et c'est lui qui assure la cohésion des grains formant la surface en deux dimensions et plus tard le corps vert.

La résistance verte étant médiocre, le corps vert va être fritté, mais d'abord il va subir un déliantage, processus par lequel le liant est éliminé.

Le liant ProMetal utilisé est un liant polymère, il a la dénomination ProMetal S-Binder (PM-B-SR2-02) et est composé à raison de dix pour-cent en poids d'éthylène glycol monobuthyl éther ( $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ ), le reste étant de l'eau [1].

## 4. Déliantage et frittage

Après impression une pièce, appelée corps vert, ne bénéficie pas d'une résistance mécanique intéressante. Elle va devoir subir des traitements thermiques de déliantage puis de frittage.

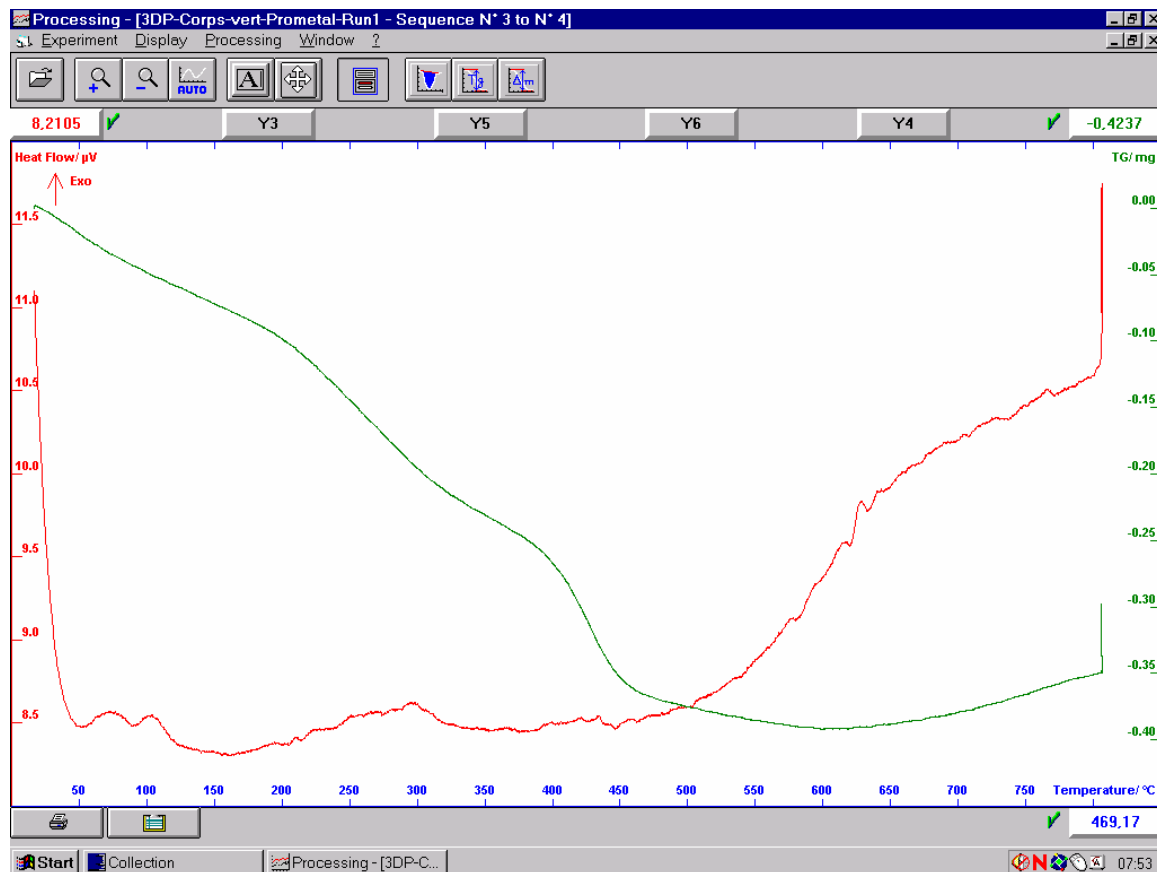
Le déliantage est le processus par lequel le liant est dégradé. Quant au frittage c'est le processus qui soude les grains de poudres les uns aux autres par des phénomènes de diffusion.

Pour son liant et sa poudre ProMetal préconise de faire un seul cycle thermique de déliantage frittage.

Idéalement le frittage devrait commencer lorsque tout le liant ait été dégradé. Pour déterminer les conditions de déliantage et savoir à quelle température et au bout de combien de temps le liant est totalement dégradé, il faut procéder à une analyse thermogravimétrique.

Une telle analyse a été effectuée pour un corps vert constitué de liant et de poudre ProMetal [3].

La variation de poids de l'échantillon en pour-cent est mesurée tandis qu'il est chauffé à une vitesse de chauffe constante. Lorsque le pourcentage de masse perdue passe par un minimum cela signifie que le liant a été totalement dégradé. Comme le montre le graphique de la Figure 8, à une température d'environ cinq cents degrés Celsius, la totalité du liant a été décomposée.

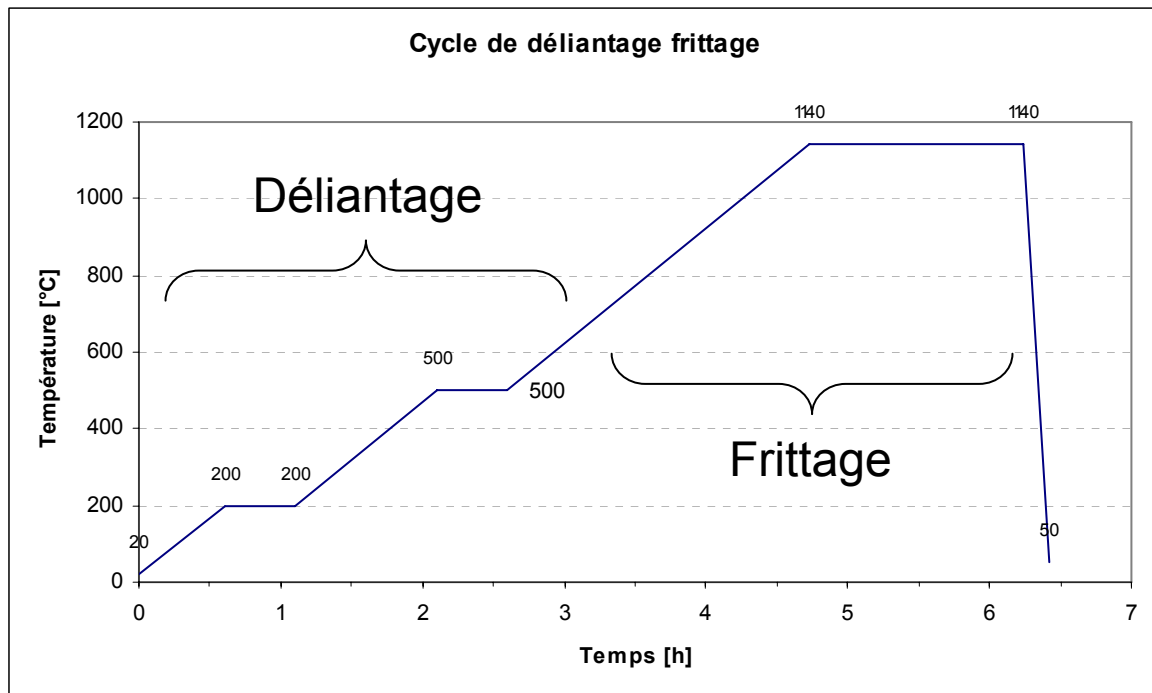


**Figure 8 : Analyse thermogravimétrique [3].**

Ici le cycle de déliantage frittage choisi est celui préconisé par ProMetal pour des pièces qui seront infiltrées ultérieurement (Cf. Figure 9).

Le cycle de déliantage frittage a été effectué dans un four ECM Lilliput (Cf. Figure 10). Ce four est équipé de corps de chauffages en graphite, une atmosphère oxydante est évidemment à exclure (combustion du graphite).

Toute la durée du cycle a été effectuée sous une "pression partielle" d'hydrogène. Ici le terme de pression partielle est un peu erroné car en fait, un vide est initialement créé à l'intérieur du four puis il est rempli jusqu'à deux millibar d'hydrogène, ensuite le vide est retiré jusqu'à  $210 \times 10^{-3}$  millibar. Ce processus de vide gonflage est répété durant tout le cycle et il permet d'extraire le liant de l'enceinte du four.



**Figure 9 : Cycle de déliantage frittage préconisé par ProMetal [1].**



**Figure 10 : Four ECM Lilliput.**

## 5. Pièces frittées et leurs propriétés

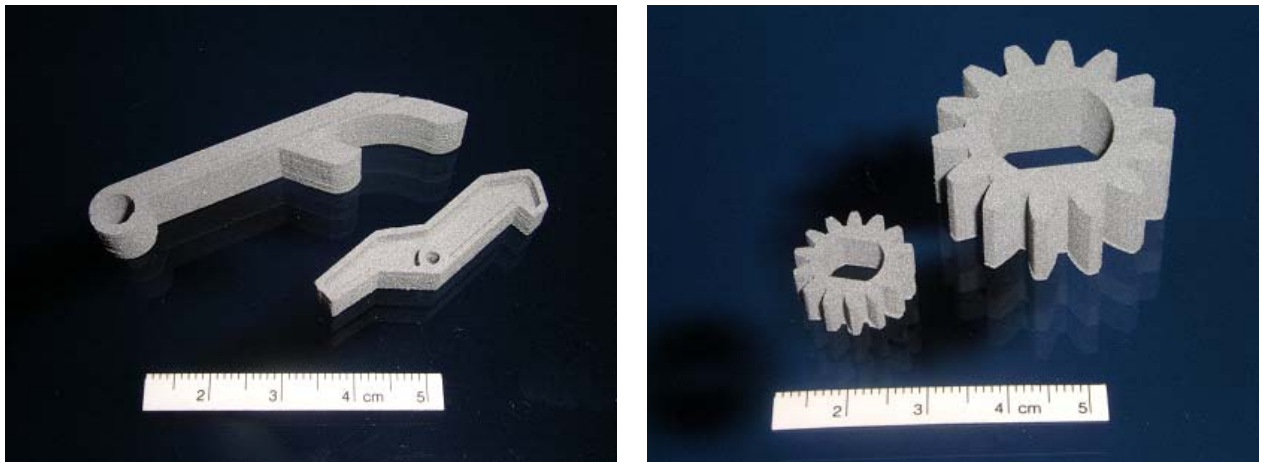


Figure 11 : Pièces frittées avant infiltration

### 5.1 Densité

Pour une pièce poreuse, la mesure de densité par Archimède a tendance à donner la densité théorique du matériau utilisé. Car le liquide servant à la détermination de la densité s'infiltré dans la pièce et le volume considéré ne correspond plus au volume de la géométrie extérieure de la pièce.

C'est pourquoi ici la densité a été déterminée par le simple rapport de la masse de la pièce par son volume. Le volume étant calculé par un programme informatique de dessin à partir du fichier CAO de la pièce.

La densité aurait également pu être déterminée par une analyse d'image d'une macrographie de la pièce, ou encore par la méthode d'Archimède en imprégnant au préalable la pièce avec un liquide de densité connue.

### 5.2 Retrait

Avec les paramètres d'impression et le cycle de déliantage frittage préconisés par ProMetal, les pièces subissent un retrait faible dans toutes les directions (Cf. Figure 19).

### 5.3 Usinabilité

Les pièces imprimées puis frittées selon les conditions de ProMetal présentent une mauvaise usinabilité. Les outils ont tendance à arracher les grains de poudre et l'état de surface reste médiocre.

L'usinage après infiltration procure un état de surface bien meilleur.

### 5.4 Résistance à la corrosion

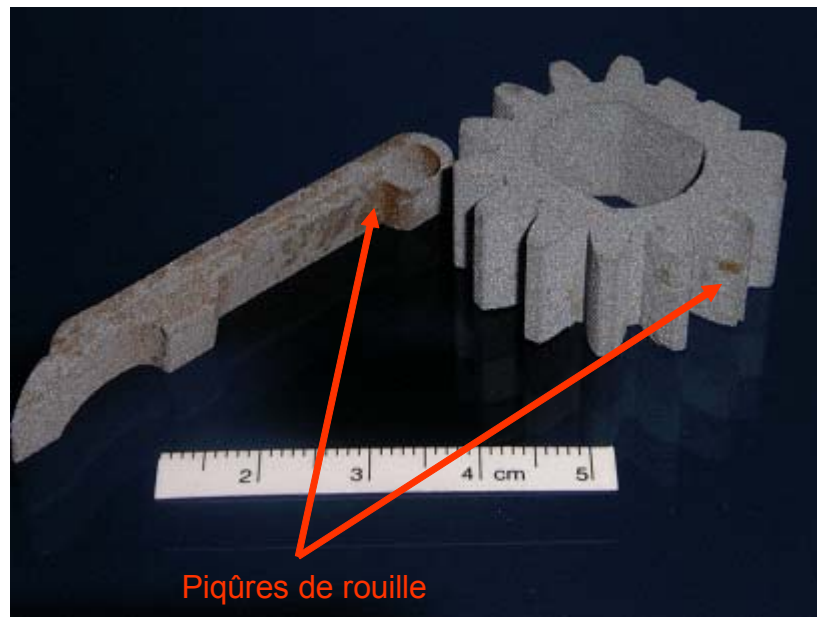
Après immersion dans de l'eau, des piqûres de rouille sont rapidement (environ cinq minutes) apparues sur les pièces frittées (Cf. Figure 12). Phénomène curieux car il s'agit de poudre d'acier inoxydable.

Une certitude est que si le matériau rouille, c'est que la couche d'oxyde de chrome protectrice n'a pas totalement recouvert la surface de la pièce.

Et ceci en raison d'une insuffisance d'atomes de chrome "libres", pouvant se combiner avec de l'oxygène afin former à la surface le film protecteurs.

Quelques hypothèses peuvent être émises pour expliquer ce manque de chrome "libres" :

- Premièrement d'après la composition de l'acier inoxydable, particulièrement de la teneur en chrome et en carbone, ce matériau appartient à la famille des aciers inoxydables martensitiques. Ceux-ci présentent la plus faible résistance à la corrosion parmi les aciers inoxydables.  
En effet en raison de leur relativement grand pourcentage de carbone, celui-ci a tendance à se lier avec le chrome pour former des carbures ( $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ ). Ainsi le chrome se trouve en insuffisance pour former le film passif [4].
- L'atmosphère carbonisante du four (corps de chauffe en graphite) peut également être une cause de la formation de ces carbures de chromes.
- L'évaporation de chrome peut aussi être envisagée.
- La surface spécifique d'une pièce poreuse étant plus grande que la surface spécifique d'une pièce dense, pour un même volume contenant un nombre identique d'atomes de chrome, il y aura une plus importante surface pour une pièce poreuse que pour une pièce dense. D'où peut-être un manque de chrome.



**Figure 12 : Corrosion par piqûres des pièces frittées.**

## **6. Infiltration**

Afin d'améliorer les propriétés mécaniques des pièces frittées, elles peuvent être infiltrées avec un métal dont le point de fusion est inférieur à celui du matériau composant le squelette de la pièce.

Le processus consiste à placer la pièce frittée en présence d'infiltrant sous forme de poudre. Puis le tout est monté en température dans une atmosphère réductrice jusqu'à ce que l'infiltrant soit totalement fondu, celui-ci infiltre la pièce grâce aux forces de capillarité.



## 6.1 Processus d'infiltration

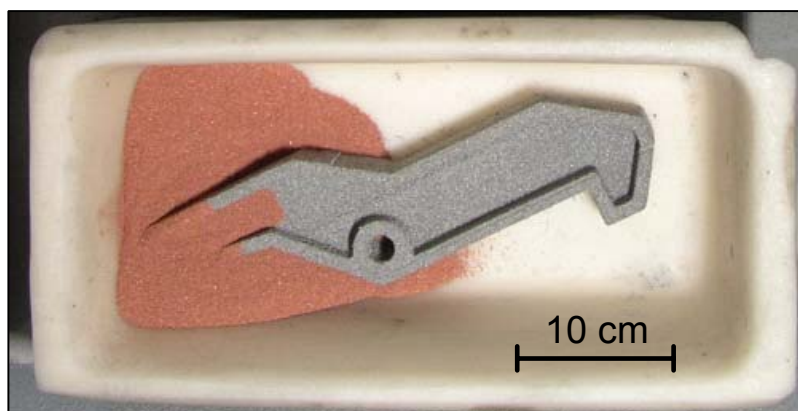
### 6.1.1 Infiltration après frittage

Cette méthode consiste d'abord à fritter la pièce, ensuite, la quantité d'infiltrant peut être déterminée en mesurant la porosité ouverte de la pièce frittée. Pour finir la pièce et l'infiltrant subissent un nouveau cycle thermique pour procéder à l'infiltration (Cf. Figure 13 ).

Afin qu'il n'y ait pas d'infiltrant en excès sur la pièce, ou au contraire, pour qu'il ne manque pas d'infiltrant, il faut déterminer la quantité exacte d'infiltrant à ajouter.

Une méthode particulièrement adaptée consiste premièrement à peser la pièce frittée, puis de l'infiltrer avec un liquide de masse volumique connue (Par exemple de l'eau) et de la peser ainsi. En soustrayant ces deux poids, la masse de liquide infiltré peut être déterminée et avec la masse volumique on peut obtenir le volume infiltré.

Si on considère que toute la porosité ouverte a été infiltrée, le volume infiltré correspond au volume de la porosité ouverte et avec la masse volumique de l'infiltrant, on peut calculer la masse d'infiltrant nécessaire.



**Figure 13 : Pièce frittée, prête pour l'infiltration avec la quantité exacte de bronze.**

### 6.1.2 One Step infiltration

Afin d'économiser du temps, le déliantage, le frittage et l'infiltration peuvent être regroupés en un seul cycle thermique. Le corps vert est placé en présence de la quantité prédéterminée d'infiltrant, et le cycle thermique peut démarrer (Cf. Annexe 1 : Cycles thermiques).

Cette méthode a l'avantage d'être rapide et économique, par contre, elle nécessite une bonne maîtrise du cycle thermique, car les pièces sont plus facilement sujettes à des distorsions géométriques.

Pour cette méthode, il faut aussi déterminer avec précision la quantité d'infiltrant à ajouter. La tâche est ici un peu plus complexe car le corps vert ne peut être plongé dans de l'eau sous risque de le détruire. Il faut en outre tenir compte du poids du liant composant le corps vert ainsi que du retrait après frittage.

Mais grâce au "Log file", fichier texte propre à chaque impression créé par le logiciel ProMetal, ce fichier nous donne le volume imprimé ainsi que la quantité de liant utilisée (Cf. Annexe 2 : Calculs, log file).

Avec le poids du corps vert, le poids du liant, le volume imprimé, le retrait préalablement déterminé, la masse volumique de l'infiltrant et celle du matériau composant la pièce, il est possible de calculer la masse d'infiltrant optimale à ajouter.

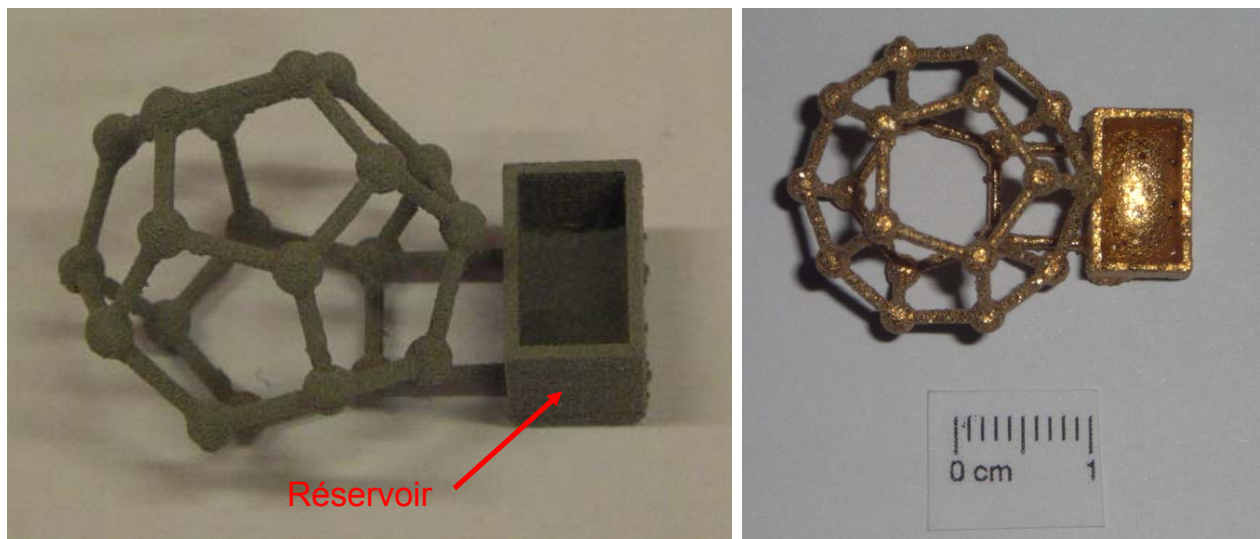
### 6.1.3 Stilt infiltration

Parfois la géométrie du corps vert n'est pas adéquate pour contenir l'infiltrant et lors du processus d'infiltration, une quantité d'infiltrant peut tomber à côté de la pièce. De plus il est fréquent qu'une partie de l'infiltrant s'oxyde et par conséquent la pièce n'est pas infiltrée en suffisance.

Pour palier au manque d'infiltrant, une méthode consiste à intégrer un réservoir lors de la conception de la pièce. Ensuite l'infiltrant est placé dans le réservoir et lors de la fusion du bronze pendant le processus d'infiltration, celui-ci infiltre le réservoir et la pièce en passant par les points de fixation du réservoir sur la pièce.

Pour procéder à une infiltration réussie, il faut dimensionner le réservoir de manière à ce qu'il puisse contenir de l'infiltrant en excès, et les sections reliant la pièce au réservoir doivent être assez grandes pour permettre au débit d'infiltrant de passer. Lorsque la pièce est totalement infiltrée, l'excès d'infiltrant reste dans le réservoir (Cf. Figure 14).

Celui-ci doit être ultérieurement enlevé au moyen d'opérations d'usinage.



**Figure 14 : Stilt infiltration : A gauche, le corps vert. A droite, le corps fritté et infiltré, l'infiltrant en excès est resté dans le réservoir.**

## 6.2 Essai d'infiltration

Avant le premier essai d'infiltration, il a fallu prendre quelques précautions pour ne pas polluer le four.

Premièrement lors du tirage du vide il ne fallait pas que la poudre de bronze se fasse disperser dans le four par le déplacement du gaz. C'est pourquoi un couvercle a été placé sur le creuset.

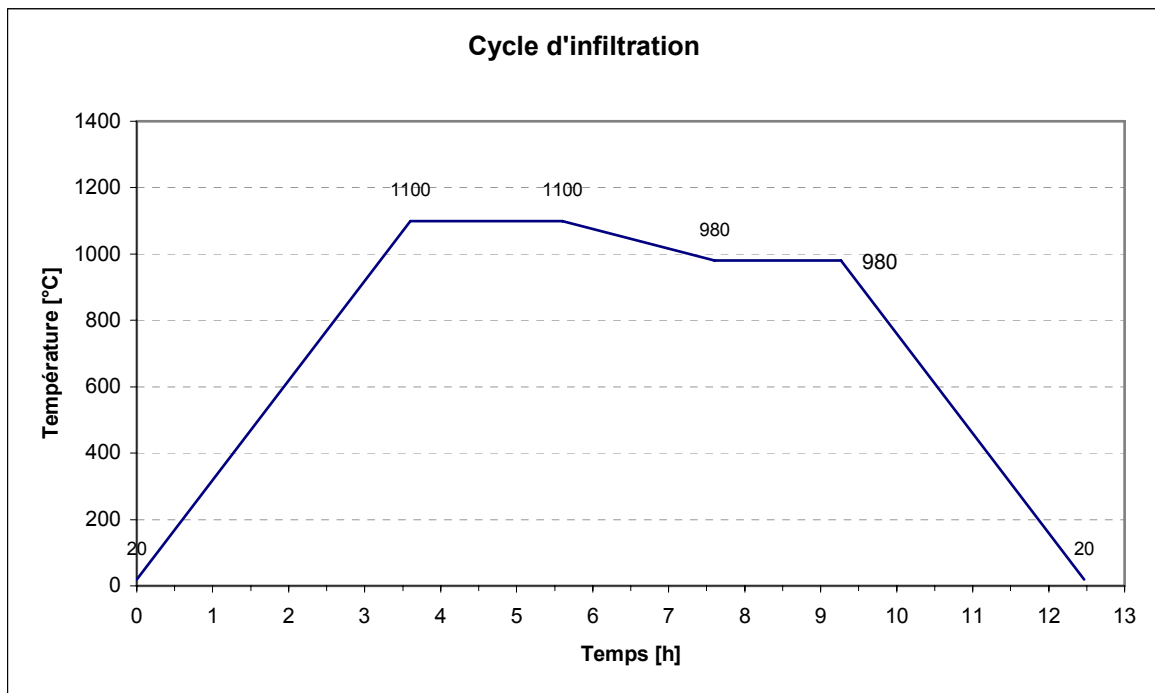
Deuxièmement, ni le cuivre, ni l'étain ne devaient se vaporiser. Il a fallu vérifier la tension de vapeur pour ces éléments à la température maximale atteinte durant le cycle (Cf. Figure 15) [5].

Tension de vapeur à 1100 C°	
Elément	Tension de vapeur [mbar]
Cu	$1.16 \times 10^{-3}$
Sn	$0.46 \times 10^{-3}$

**Figure 15 : Tension de vapeur pour le cuivre et l'étain à 1100 C° [5].**

Le tableau en Figure 15 montre qu'il ne devrait pas y avoir de problème d'évaporation du cuivre ou de l'étain car dans le four la pression minimale est de  $210 \times 10^{-3}$  millibars.

Le cycle d'infiltration est lui aussi réalisé avec une "pression partielle" d'hydrogène, la température maximale atteint 1100 C°, température à laquelle le bronze est totalement liquide (Cf. Figure 7, Figure 16).



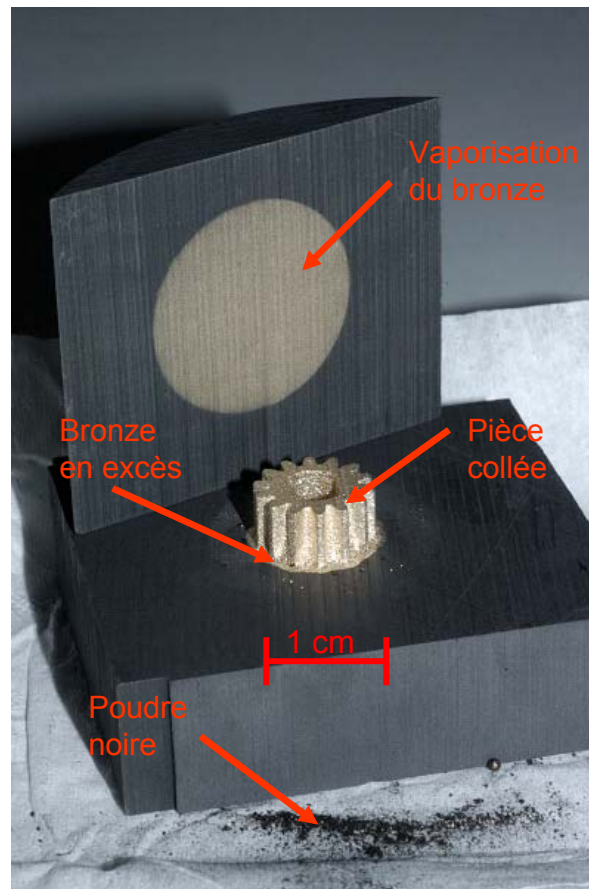
**Figure 16 : Cycle d'infiltration préconisé par ProMetal [1].**

Lorsque la pièce a été sortie du four, on a remarqué plusieurs choses :

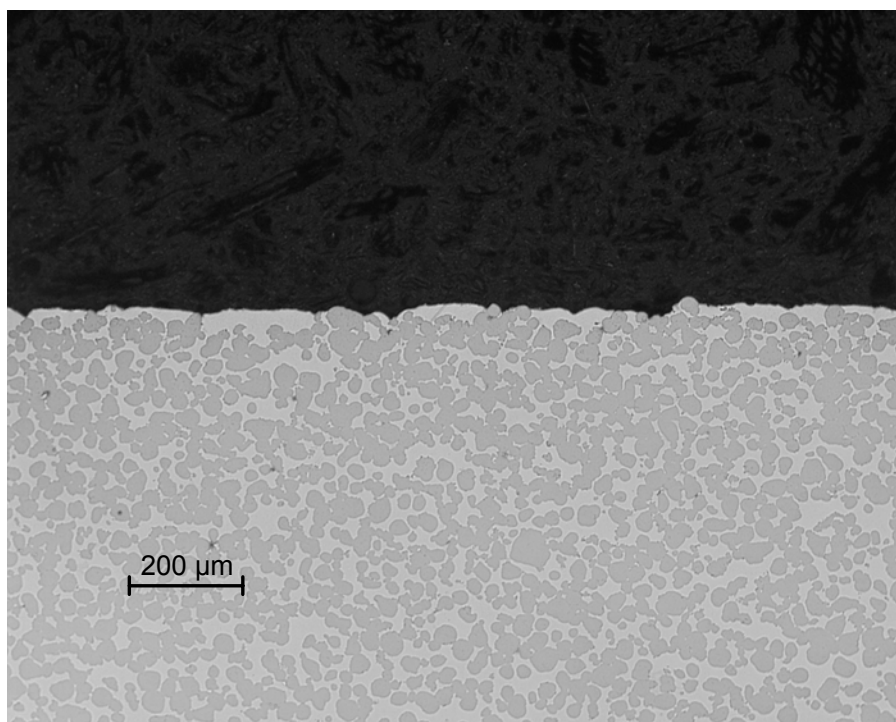
- Le bronze s'est quand même évaporé et est venu se déposer sur le couvercle.
- La pièce s'est collée sur le support en graphite
- Une poudre noire est apparue autour de la pièce.
- Le bronze a bien mouillé la surface de la pièce et a gardé une couleur brillante.
- Il y avait du bronze en excès (Cf. Figure 17).

La pénétration à cœur du liant peut uniquement être déterminée grâce à une macrographie (Cf. Figure 18).

La figure 18 montre une porosité faible, l'infiltration a été à cœur.



**Figure 17 : Essai d'infiltration à la sortie du four.**



**Figure 18 : Micrographie après infiltration avec du bronze.**

### 6.3 Pièces infiltrées et leurs propriétés

Afin de caractériser les propriétés des pièces infiltrées, plusieurs éprouvettes de tractions ont été imprimées, puis frittées aux différentes températures de 1140 °C, 1200°C, et 1320°C. Le retrait linéaire, la densité, et le taux de porosité ont ensuite été déterminés, puis les éprouvettes ont toutes subi le même cycle d'infiltration (Cf. Figure 16, Annexe 3 : Dimensions éprouvette ).

Avant de procéder aux essais de tractions, les éprouvettes ont été usinées afin d'améliorer l'état de surface pour éviter les concentrations de contraintes par effet d'entaille, et des amorces de ruptures.

#### 6.3.1 Propriétés des pièces frittées

Les éprouvettes frittées à 1140°C présentent un retrait faible et reproductible. La géométrie est remarquablement bien conservée. Quant aux éprouvettes frittées à 1200°C, le retrait s'accroît, néanmoins la géométrie reste toujours bien conservée.

Tandis que pour les éprouvettes frittées à 1320°C, de fortes distorsions sont constatées ainsi qu'un retrait élevé et difficile à caractériser en raison des distorsions, celles-ci proviennent de la forte densification des éprouvettes (Cf. Figure 19).

Propriétés des pièces frittées					
Température de frittage [°C]	Densité [g/cm <sup>3</sup> ]	Taux de porosité [%]	Retrait selon l'axe x [%]	Retrait selon l'axe y [%]	Retrait selon l'axe z [%]
1140	4.09	46.89	1.50	1.30	1.80
1200	4.33	43.78	2.20	1.90	2.30
1320	5.85	24.01	4.70	4.40	6.80

**Figure 19 : Propriétés des pièces frittées.**



### 6.3.2 Propriétés des pièces infiltrées

Après infiltration, les pièces présentent un très faible taux de porosité, celui-ci a été déterminé grâce au rapport densité mesurée, densité théorique, celle-ci étant calculée au moyen de la loi des mélanges. Le pourcentage de bronze composant la pièce diminue lorsque la température de frittage des pièces augmente. (Cf. Figure 20, Annexe 2 : Calculs, log file).

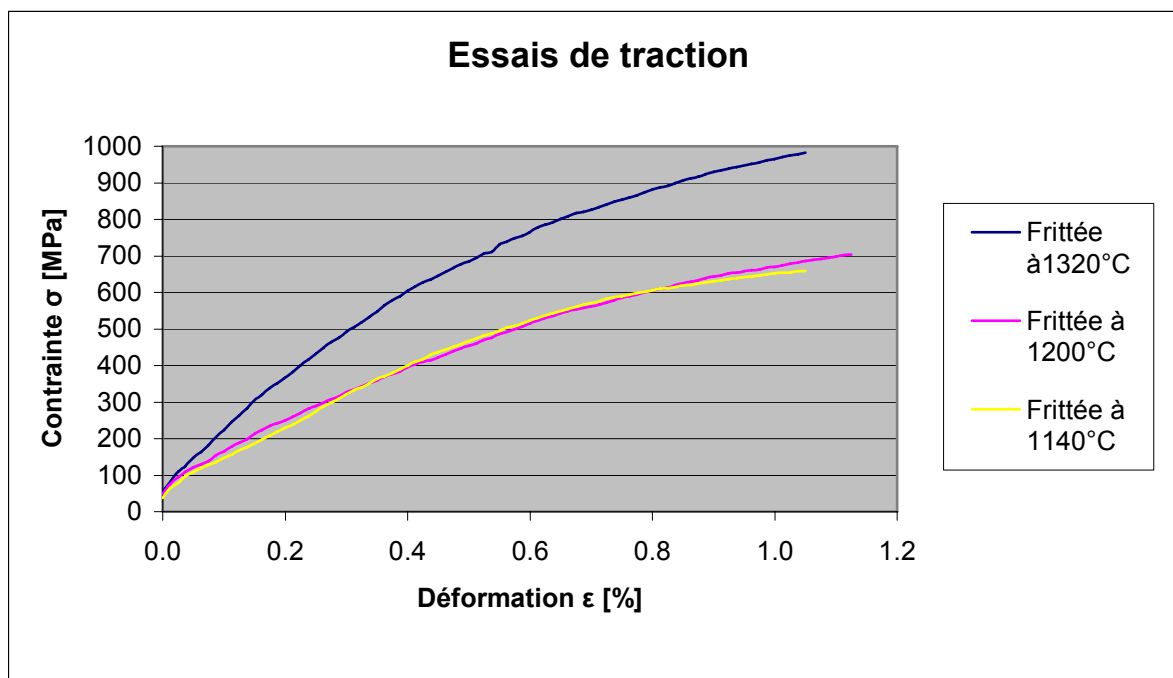
Propriétés des pièces infiltrées					
Température de frittage [°C]	Densité [g/cm <sup>3</sup> ]	Taux de porosité [%]	Masse d'infiltrant [g]	Pourcentage de bronze [%] en masse	Dureté [HB2.5/62.5]
1140	8.23	0.23	6.77	50.21	233
1200	8.18	0.49	6.08	47.07	280
1320	7.92	0.86	2.29	26.52	390

**Figure 20 : Propriétés des pièces infiltrées.**

### 6.3.3 Essais de traction

Les essais de traction effectués sur les éprouvettes frittés aux différentes températures puis infiltrées, révèlent en général, une résistance mécanique assez élevée et un allongement à la rupture plutôt faible, par rapport aux valeurs fournies pour l'acier inoxydable 420 (Cf. Figure 3). Sur les courbes, il est difficile de remarquer un comportement linéaire et la rupture est du type fragile.

Un module de Young ainsi qu'une limite d'élasticité sont par conséquent difficiles à déterminer (Cf. Figure 21). De plus aucune striction n'a été observée sur les éprouvettes rompues.

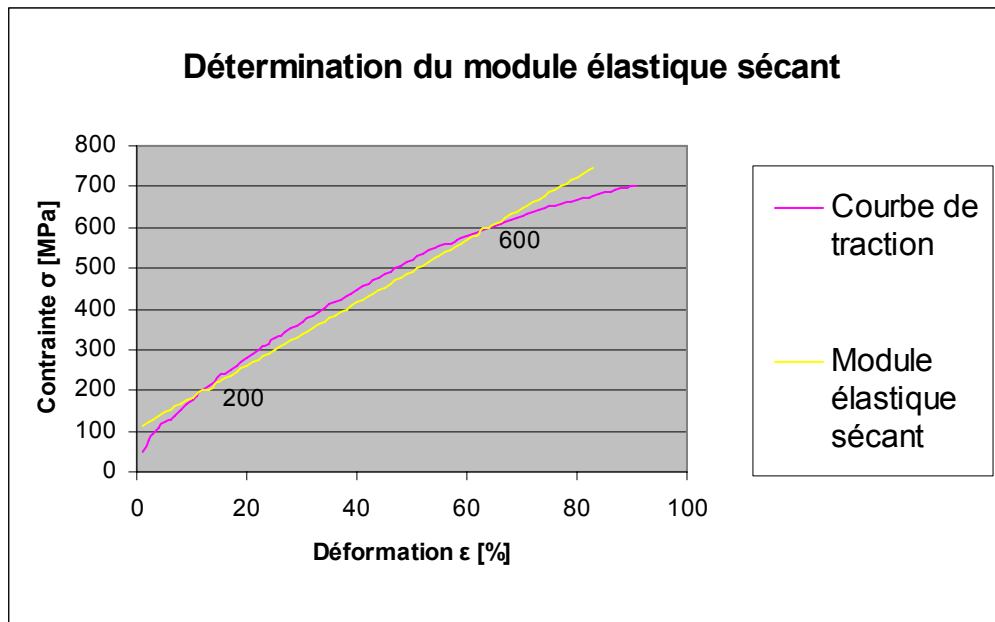


**Figure 21 : Courbes de tractions des éprouvettes frittées à 1140°C, 1200°C, et 1320°C, puis infiltrées.**

A titre informatif un module élastique sécant propre à chaque courbe a été calculé. Les points d'intersections avec les courbes servant à calculer le module se trouvent à 200 et 600 MPa (Cf. Figure 22, Figure 23).

Modules élastiques sécants des éprouvettes			
Température de frittage [°C]	1320°C	1200°C	1140°C
Module élastique sécant [GPa]	128	62	65

**Figure 22 : Modules élastiques sécants des éprouvettes.**



**Figure 23 : Détermination du module élastique sécant.**

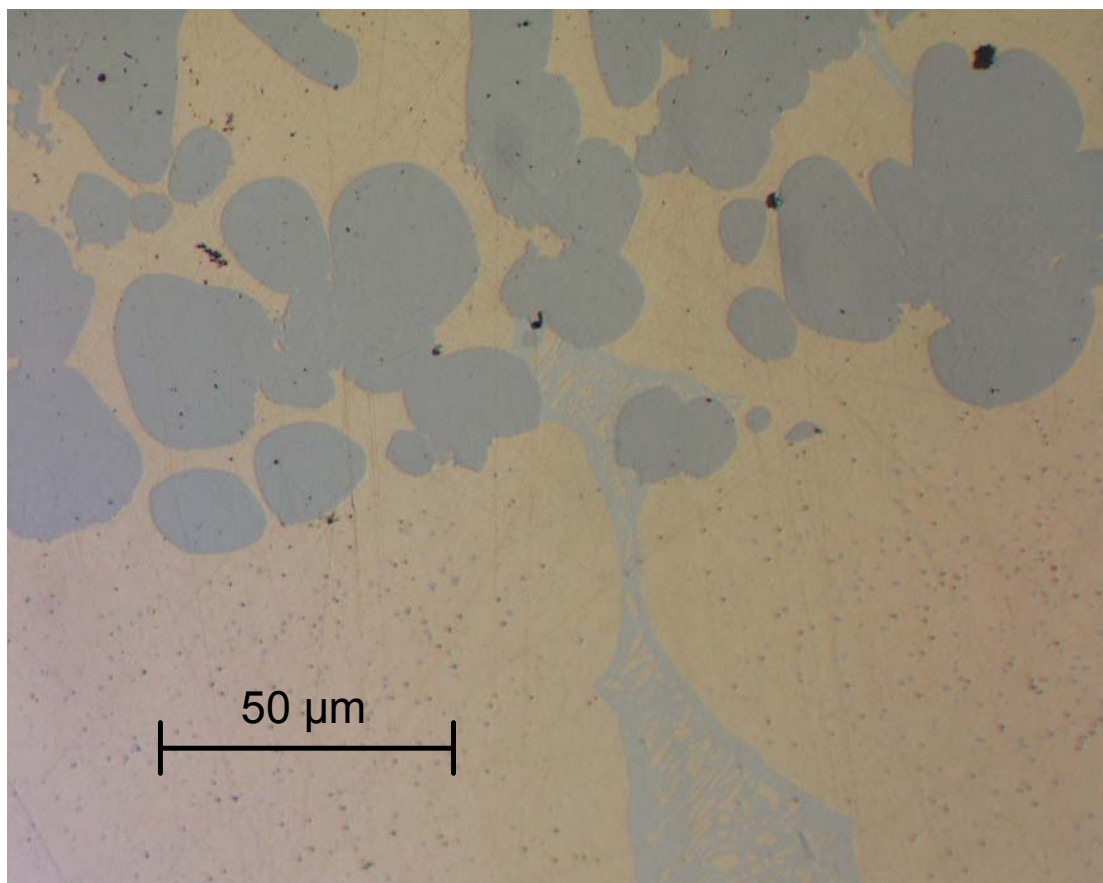
Les mesures de résistance mécanique ont une précision de  $\pm 100$  MPa. Ces valeurs, ainsi que celles des modules élastiques sécants sont à prendre à titre informatif. Les mesures présentent toutefois une bonne reproductibilité (Cf. Annexe 4 : Courbes de traction).

Elles sont toutefois assez réjouissantes et prouvent que l'infiltration permet d'augmenter la résistance mécanique de manière significative. Les essais de traction effectués sur des éprouvettes non infiltrées ont donné une valeur de  $R_m$  se situant entre 140 et 170 MPa [3].

## 6.4 Etude micrographique

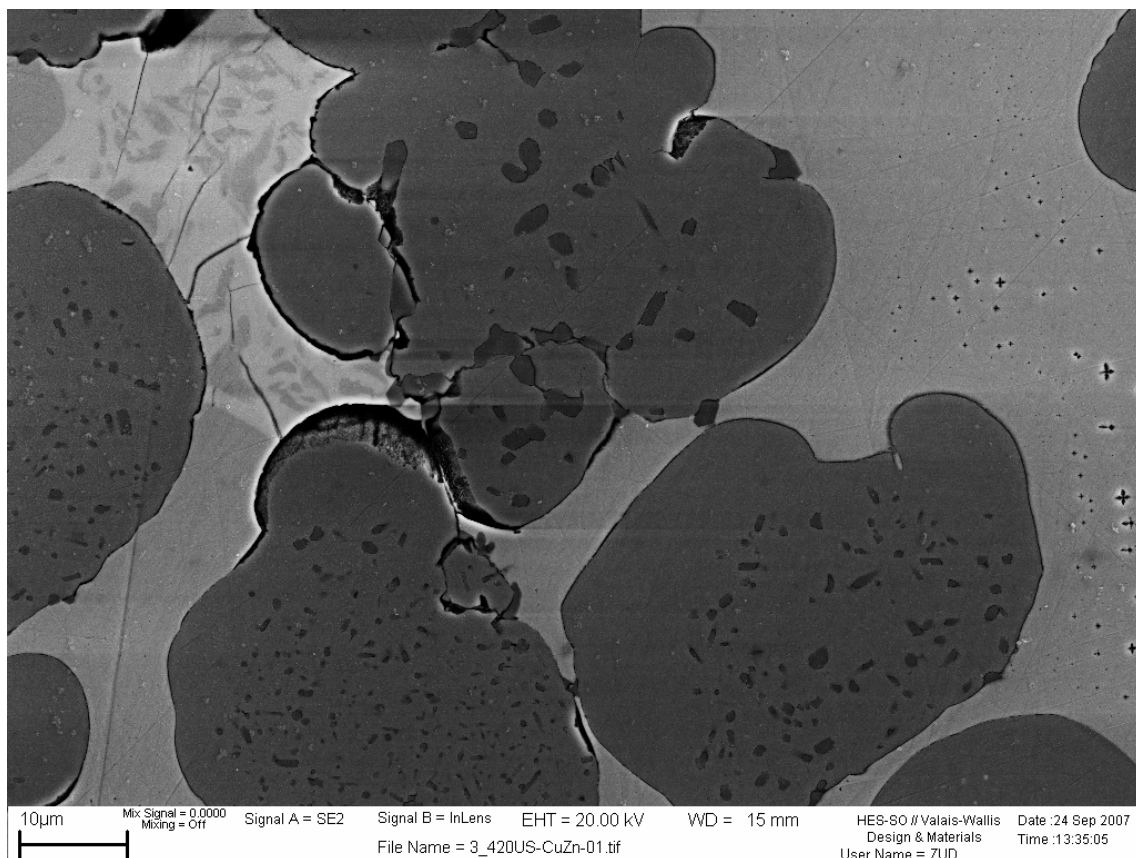
Afin de caractériser la microstructure, des parties de pièces infiltrées ont été débitées puis polies. Une première analyse au microscope optique semble révéler quatre phases.

La première phase étant l'acier inoxydable en gris foncé, on peut facilement reconnaître les grains de poudre. La deuxième phase étant le bronze entourant les particules d'acier inoxydable. Une troisième phase apparaît en gris clair à l'intérieur du bronze. Il y a également beaucoup de petits points gris foncés à l'intérieur du bronze. (Cf. Figure 24).



**Figure 24 : Micrographie d'une pièce frittée puis infiltrée avec du bronze.**

Après une attaque chimique avec du chlorure ferrique pendant dix secondes, une cinquième phase apparaît à l'intérieur des grains d'acier inoxydable (Cf. Figure 25)

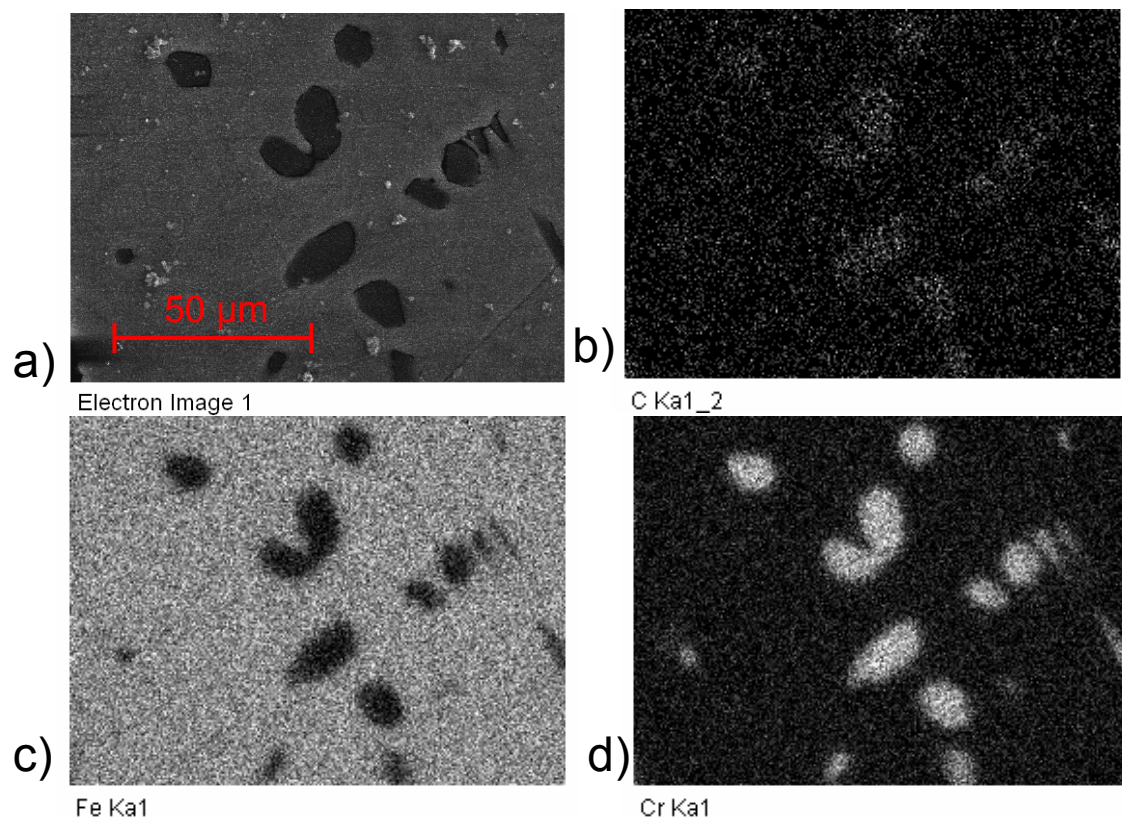


**Figure 25 :** Image obtenue par microscopie électronique, montrant la microstructure d'une pièce infiltrée, la phase foncée à l'intérieur des grains de poudre a été mise en évidence par l'attaque chimique.

Il est pour l'instant difficile de se prononcer sur la composition chimique des phases en présence, une analyse plus poussée au microscope électronique à balayage est nécessaire.



La méthode requise pour déterminer les éléments chimiques constituant les phases, s'appelle un mapping. Un site d'intérêt (une zone de la pièce) est décomposé en plusieurs images, chacune propre à un élément chimique. La localisation des éléments apparaît en clair sur les images (Cf. Figure 26).

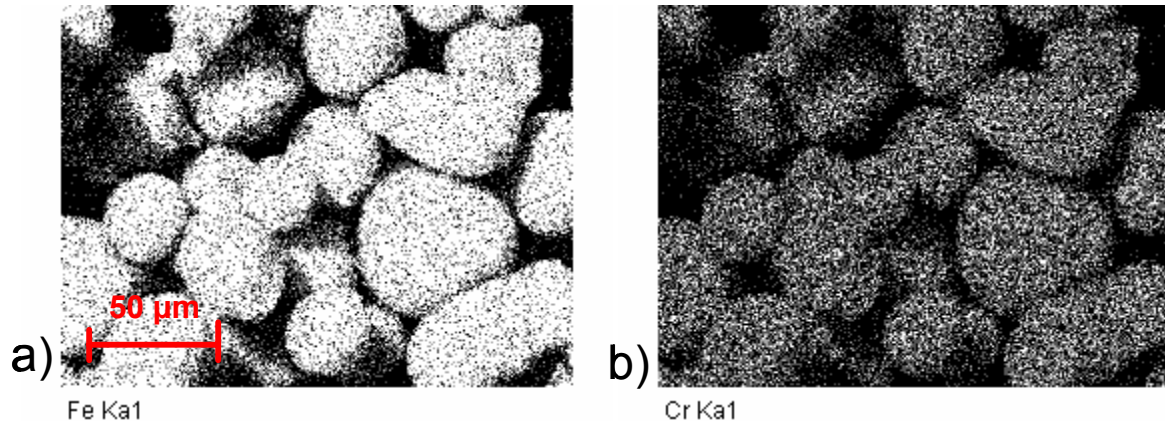


**Figure 26 :** Mapping, a) Image électronique d'un grain de poudre inox ProMetal après frittage à 1140°C, et suivi d'une infiltration, b) Localisation du carbone, c) localisation du fer, d) localisation du chrome.

La cinquième phase découverte dans les grains d'acier se révèle riche en chrome et en carbone, par contre elle est pauvre en fer (Cf. Figure 26).



Une analyse de la microstructure des grains de poudre avant frittage, montre que le chrome est réparti de manière uniforme dans les grains (Cf. Figure 27).



**Figure 27 :** Mapping des grains de poudre acier inox 420 avant frittage, a) Localisation du fer, b) Localisation du chrome.

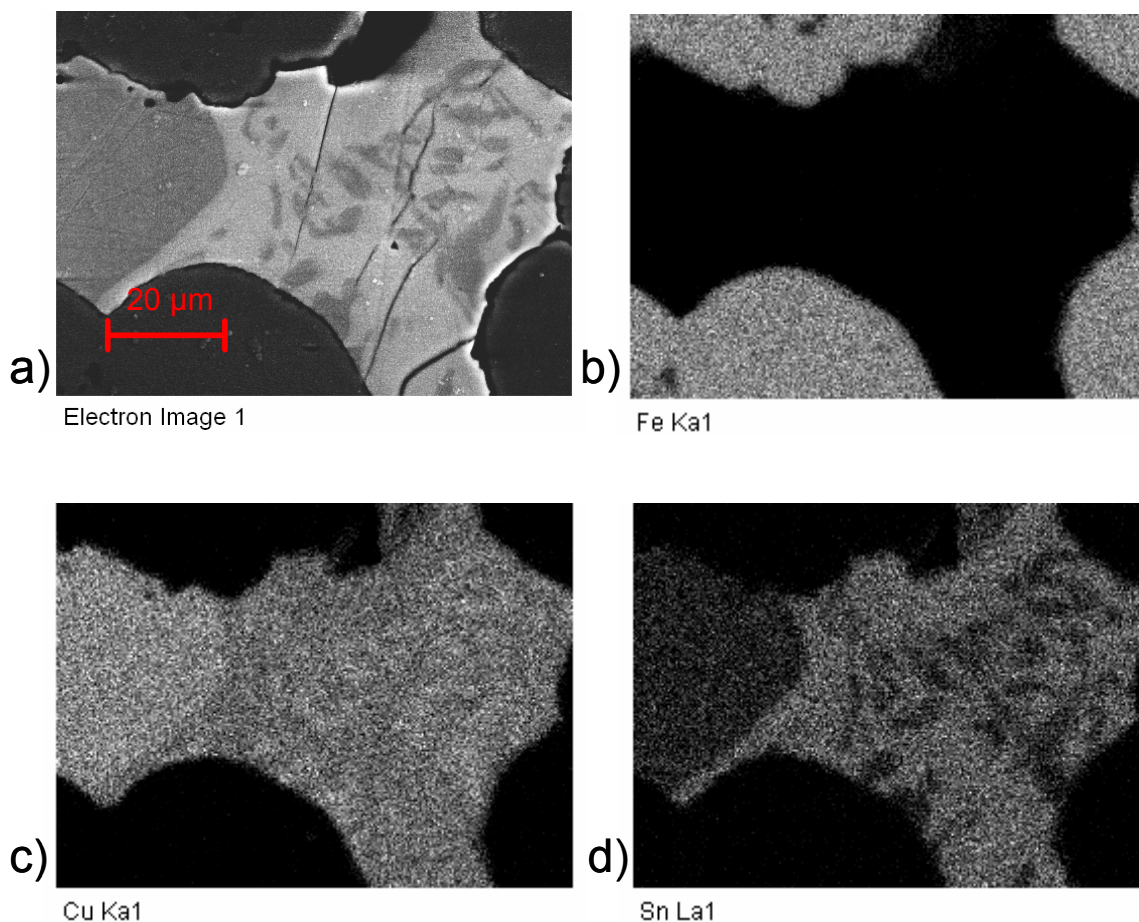
Il est très probable que lors du refroidissement après le frittage, le chrome a précipité sous forme de carbure de chrome ( $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ ).

En effet cet acier appartient à la famille des aciers inoxydables martensitiques en raison de son faible taux de chrome et son taux relativement élevé de carbone. Ces aciers inoxydables martensitiques sont bien connus pour leur forte propension à former des carbures  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  lors du refroidissement ou lors d'un éventuel revenu.

La précipitation des carbures  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  entraîne un durcissement qui se traduit par une résistance mécanique maximale ainsi qu'à une diminution de ténacité. Par ailleurs la résistance à la corrosion est fortement réduite car le chrome lié sous forme de carbure ne peut pas participer à la formation du film passif protecteur [4].

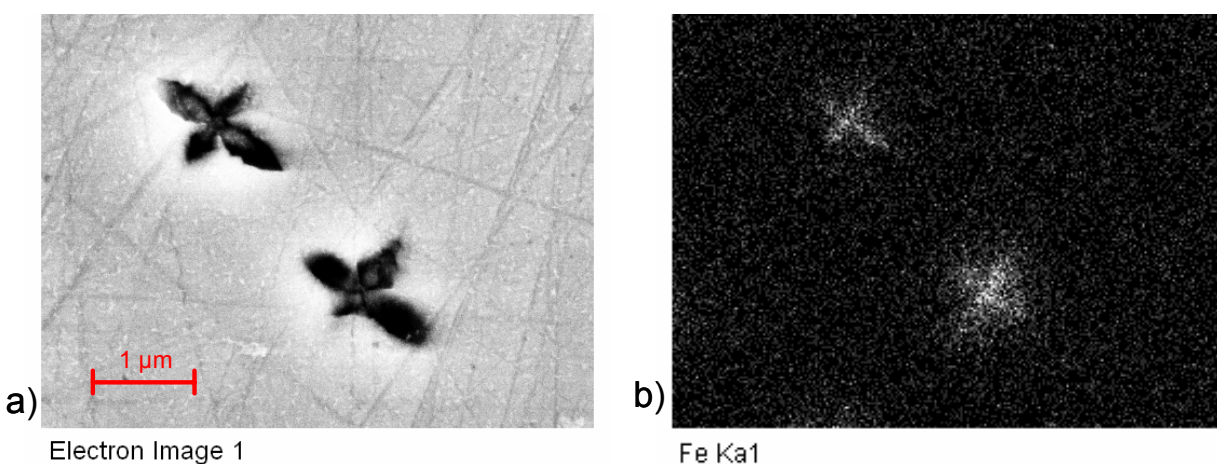
Ces affirmations expliqueraient les valeurs élevées de la résistance mécanique ainsi que le faible allongement à la rupture obtenues lors des essais de tractions (Cf. 6.33 Essais de traction).

On distingue deux phases dans le bronze, la phase grise claire est un bronze riche en étain et la grise foncée est une phase riche en cuivre (Cf. Figure 28).



**Figure 28 :** Mapping à l'intérieur du bronze, a) Image électronique, b) Localisation du fer, c) Localisation du cuivre, d) Localisation de l'étain.

A l'intérieur du bronze, on distingue des petits précipités en forme d'étoile, ces précipités sont riches en fer et en cuivre (Cf. Figure 29).



**Figure 29 :** Mapping à l'intérieur du bronze, a) Image électronique, b) Localisation du fer.

Du fer est donc dissous dans le bronze lors de l'infiltration.

## 7. Problèmes d'impression

### 7.1 Problèmes généraux

Parfois, lors de l'impression, une buse de la tête d'impression peut se boucher. Il en résulte une ligne manquante sur la section de la pièce. Si la buse reste bouchée pendant tout le processus d'impression, la pièce est coupée.

Des nettoyages automatiques fréquents permettent d'éviter ce problème. Si toutefois une buse est définitivement bouchée ou détruite, le logiciel permet de déplacer la tête d'impression et la ligne manquante est imprimée par une autre buse.

Lorsque la première section imprimée est grande, cette face de la pièce aura un état de surface médiocre. Ceci se produit car le liant a tendance à couler vers le bas et à lier aléatoirement des grains de poudres des couches inférieures.

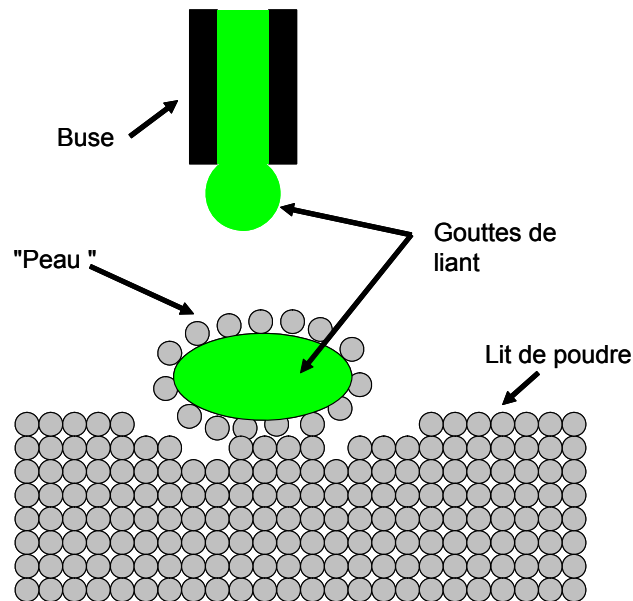
### 7.2 Poudres avec des grains de petite taille

Pour les poudres dont le diamètre des grains est inférieur à 30  $\mu\text{m}$ , certains phénomènes physiques perturbent l'impression.

On peut rencontrer des difficultés lors de la création de la couche de poudre car les poudres de fine taille ont tendance à s'agglomérer et ont des mauvaises caractéristiques d'écoulement (friction entre particules).

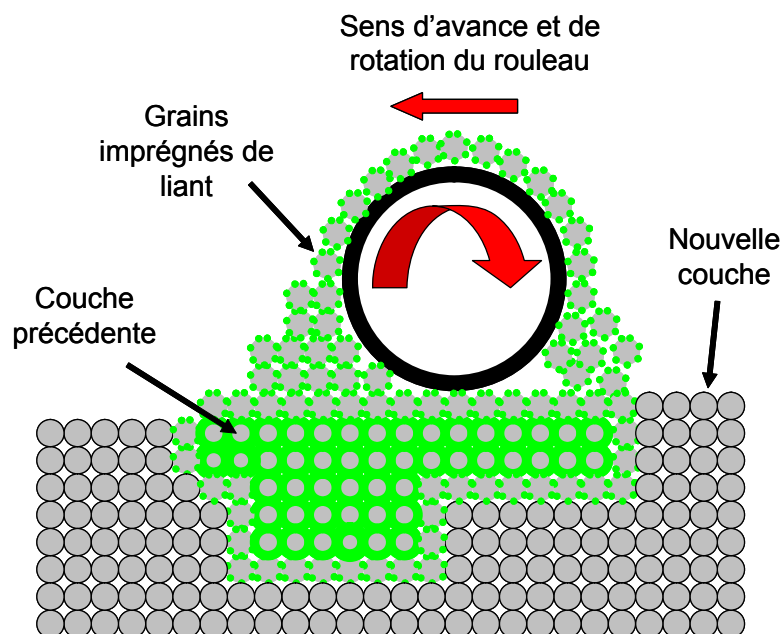
De plus le liant a tendance à glisser sur le lit de poudre. Lorsque la buse envoie une goutte de liant sur le lit de poudre, celle-ci a tendance à happer les grains de poudre. Ce phénomène est engendré par la tension de surface du couple liant, poudre. Les grains de poudre entourent la goutte et forment une sorte de peau qui empêche la goutte d'imprégner le lit de poudre et permet à celle-ci de glisser sur le lit de poudre (Cf. Figure 30).

Ce phénomène peut être minimisé en variant la viscosité ainsi que la nature du liant.



**Figure 30 :** Problème de tension de surface. La goutte munie de sa peau glisse sur le lit de poudre.

Un autre problème intervient également lors de la création d'une nouvelle couche de poudre. Du liant provenant de la couche précédente peut par effet de capillarité remonter au niveau de la couche en création et adhérer au rouleau racleur. Celui-ci va transporter de la poudre sur la nouvelle couche (Cf. Figure 31). Ce problème peut être minimisé en adaptant le temps de séchage du liant.



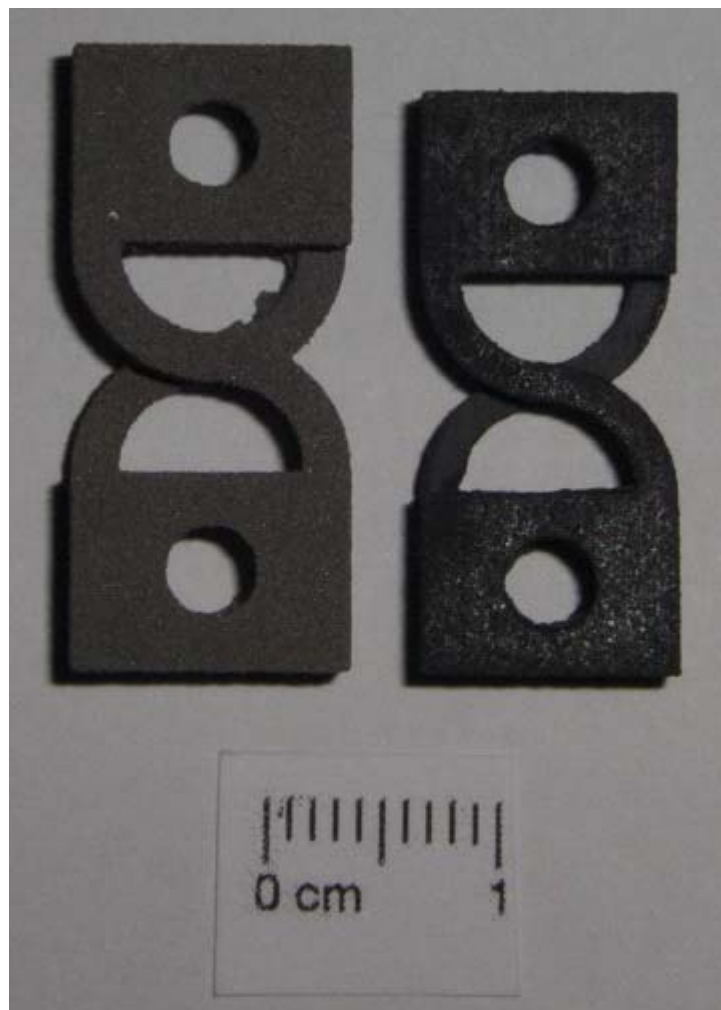
**Figure 31 :** Problème de transport de poudre par le rouleau racleur.



## 8. Etude de cas

### 8.1 Ressort en nickel titane

Cette pièce réalisée avec de la poudre de nickel titane peut être utilisée comme ressort avec des propriétés super élastiques ou alors les effets de mémoire de forme peuvent servir à effectuer un petit mouvement (Cf. Figure 32, 3.3 Poudre de Nickel-Titane, Annexe 1 : Cycles thermiques).



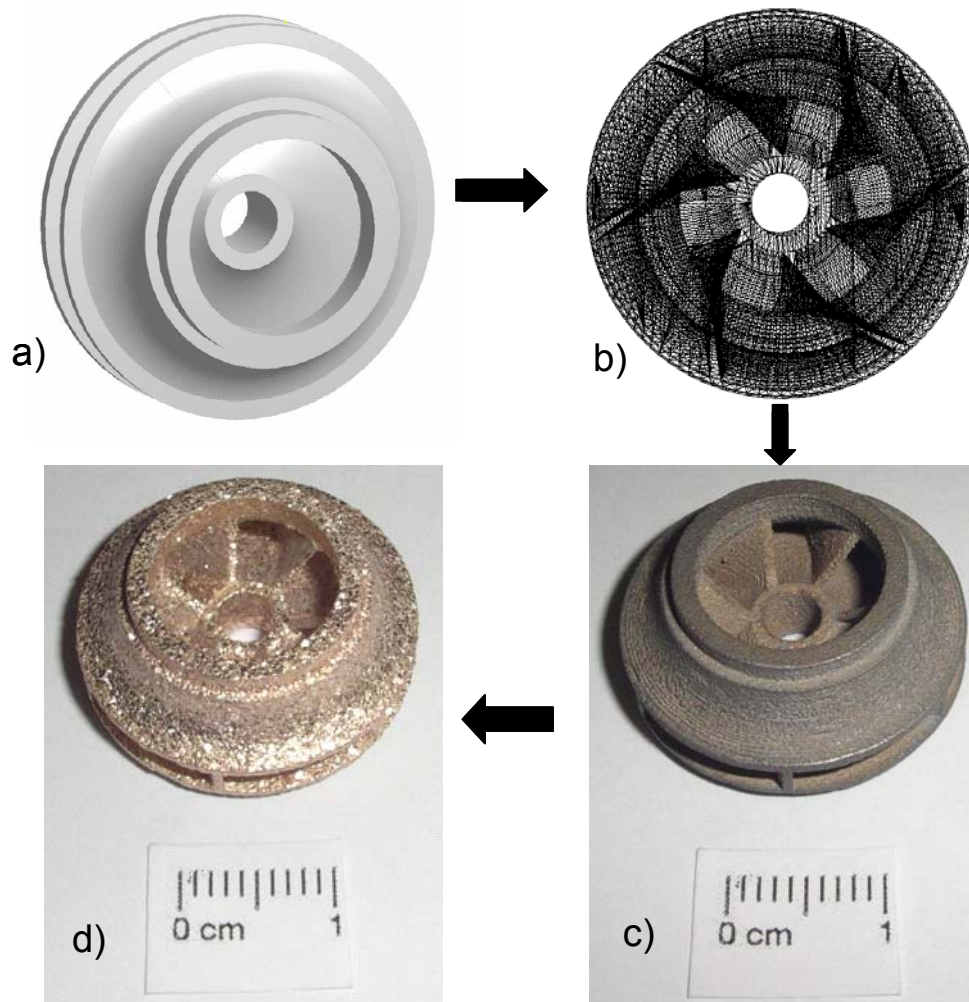
**Figure 32 : Ressort en nickel titane, à gauche le corps vert, à droite le corps fritté.**

Paramètres d'impression :

- Epaisseur de couche : 130  $\mu\text{m}$ .
- Temps de séchage : 35 secondes.

Cycle de frittage Cf. Annexe 1 : Cycles thermiques

## 8.2 Turbine



**Figure 33 :** Roue de turbine, a) Fichier CAD, b) Conversion du fichier au format STL, c) Pièce en acier inoxydable 420 frittée, d) Pièce infiltrée avec du bronze.

Voici typiquement une pièce non réalisable par usinage. Il s'agit d'une roue de turbine Francis miniature.

Ici l'impression en trois dimensions offre l'avantage de créer une pièce complexe de manière rapide. Si pour des raisons hydrodynamiques par exemple, on décide de changer la géométrie des aubes, une nouvelle turbine peut être rapidement fabriquée.



## 9. Travaux futurs

### 9.1 Pièces d'acier inoxydable infiltrées avec du bronze

Il serait intéressant de caractériser les propriétés mécaniques ( $R_m$ ,  $E$ ,  $R_e$ ) d'une manière plus précise. Pour ce faire, il faudrait procéder à un plus grand nombre d'essais et utiliser des capteurs possédant une plus grande précision.

Il serait également intéressant de caractériser le matériau par des essais de fatigue, et d'observer comment se comporte l'interface acier inoxydable bronze.

Et enfin des essais de traitement thermiques pourraient être entrepris pour essayer de dissoudre les carbures de chrome, afin d'augmenter l'allongement à la rupture des pièces.

### 9.2 Autres matériaux

La réalisation de pièces dans des matériaux non standards serait très intéressante. Par exemple des pièces en céramique ou des matériaux métalliques comme les alliages nickel titane.

Pour ces matériaux les perspectives futures sont très vastes, et la maîtrise de l'impression avec ces matériaux agrandirait les domaines d'application de l'impression en trois dimensions.

## 10. Conclusion

L'impression en trois dimensions permet la fabrication rapide de prototypes avec une bonne fidélité géométrique par rapport au fichier CAO.

L'infiltration avec du bronze permet d'augmenter de manière considérable la résistance mécanique. A tel point que le prototype peut être utilisé comme pièce fonctionnelle, par exemple dans un mécanisme.

L'impression en trois dimensions permet de créer des pièces complexes, parfois non réalisables avec d'autres méthodes de fabrication.

C'est une technologie jeune avec beaucoup de perspectives de développements futurs, notamment pour la réalisation de pièces dans des matériaux non standards comme par exemple les matériaux céramiques ou les alliages à mémoire de forme.

## 11. Références

- [1] ProMetal RX-1 Technical Manual
- [2] Wegst C. Wegst M. "Stahlschlüssel", 20.vollständig neu bearbeitete und erweiterte Auflage, Verlag Stahlschlüssel Wegst GMBH, Marbach 2004. ISBN 3-922599-20-6.
- [3] Mucks L., "Processing and optimisation of metal parts by 3-dimensional printing", Practical semester report, Haute Ecole Spécialisée de Suisse occidentale, Sion 2007.
- [4] Bailon J.P. Dorlot J. M. "Des Matériaux", 3<sup>ème</sup> édition, Presses internationales polytechniques, Montréal 2000. ISBN 2-553-00770-1.
- [5] Brandes E.A. "Smithells Metals Reference Book", 6. ed, Butterworths 1983

## 12. Annexes

### Annexe 1 : Cycles thermiques

**PROGRAMME N° 10**      **Date :** 14.05.2007      **Opérateur** Cardis Benoît

**Nombre de segments :** 8

#### Segment 1

Type : Rampe  
°C/min 5  
T°C : 200

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
	X				X	
X		X	X	X		X

#### Segment 2

Type : Palier  
min 30  
T°C : 200

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
	X				X	
X		X	X	X		X

#### Segment 3

Type : Rampe  
°C/min 5  
T°C : 500

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
	X				X	
X		X	X	X		X

#### Segment 4

Type : Palier  
min 30  
T°C : 500

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
	X				X	
X		X	X	X		X

#### Segment 5

Type : Rampe  
°C/min 5  
T°C : 1140

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
	X				X	
X		X	X	X		X

#### Segment 6

Type : Palier  
min 90  
T°C : 1140

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
	X				X	
X		X	X	X		X

#### Segment 7

Type : Rampe  
°C/min 100  
T°C : 50

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
X	X	X	X	X	X	X

#### Segment 8

Type : Fin  
T°C :

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
						X
X	X	X	X	X	X	

#### Segment 9

Type :  
T°C :

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin

#### Segment10

Type :  
T°C :

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin

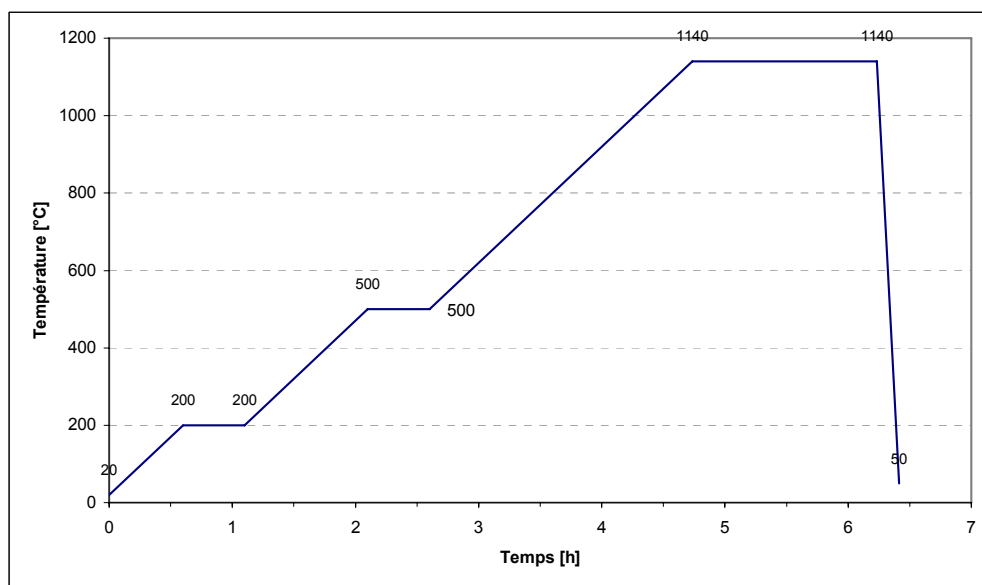


Figure 34 : Cycle de déliantage et de frittage.

**PROGRAMME N° 8**      **Date :** 10.09.2007      **Opérateur** Cardis Benoît

**Nombre de segments :** 6

**Segment 1**

Type : Rampe  
°C/min 5  
T°C : 1100

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
	X				X	
X		X	X	X		X

**Segment 2**

Type : Palier  
min 120  
T°C : 1100

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
	X				X	
X		X	X	X		X

**Segment 3**

Type : Rampe  
°C/min -1  
T°C : 980

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
	X				X	
X		X	X	X		X

**Segment 4**

Type : Palier  
min 60  
T°C : 980

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
	X				X	
X		X	X	X		X

**Segment 5**

Type : Rampe  
°C/min 100  
T°C : 50

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
					X	
X	X	X	X	X		X

**Segment 6**

Type : Fin  
T°C :

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
						X
X	X	X	X	X	X	

**Segment 7**

Type :  
T°C :

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin

**Segment 8**

Type :  
T°C :

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin

**Segment 9**

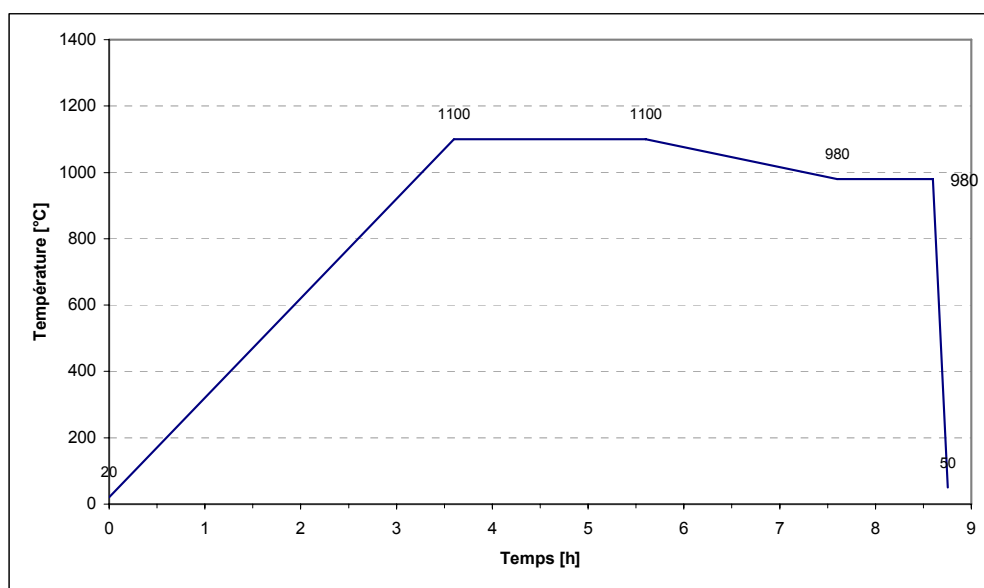
Type :  
T°C :

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin

**Segment10**

Type :  
T°C :

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin



**Figure 35 : Cycle d'infiltration.**

**PROGRAMME N° 9**      **Date :** 22.10.2007      **Opérateur** CARDIS B.

**Nombre de segments :** 10

**Segment 1**

Type : Rampe  
°C/min 2  
T°C : 200

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
	X				X	
X		X	X	X		X

**Segment 2**

Type : Palier  
min 60  
T°C : 200

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
	X				X	
X		X	X	X		X

**Segment 3**

Type : Rampe  
°C/min 2  
T°C : 500

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
	X				X	
X		X	X	X		X

**Segment 4**

Type : Palier  
min 120  
T°C : 500

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
	X				X	
X		X	X	X		X

**Segment 5**

Type : Rampe  
°C/min 2  
T°C : 1000

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
	X				X	
X		X	X	X		X

**Segment 6**

Type : Rampe  
°C/min 1  
T°C : 1150

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
	X				X	
X		X	X	X		X

**Segment 7**

Type : Palier  
min 120  
T°C : 1150

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
	X				X	
X		X	X	X		X

**Segment 8**

Type : Rampe  
°C/min 1  
T°C : 950

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
	X				X	
X		X	X	X		X

**Segment 9**

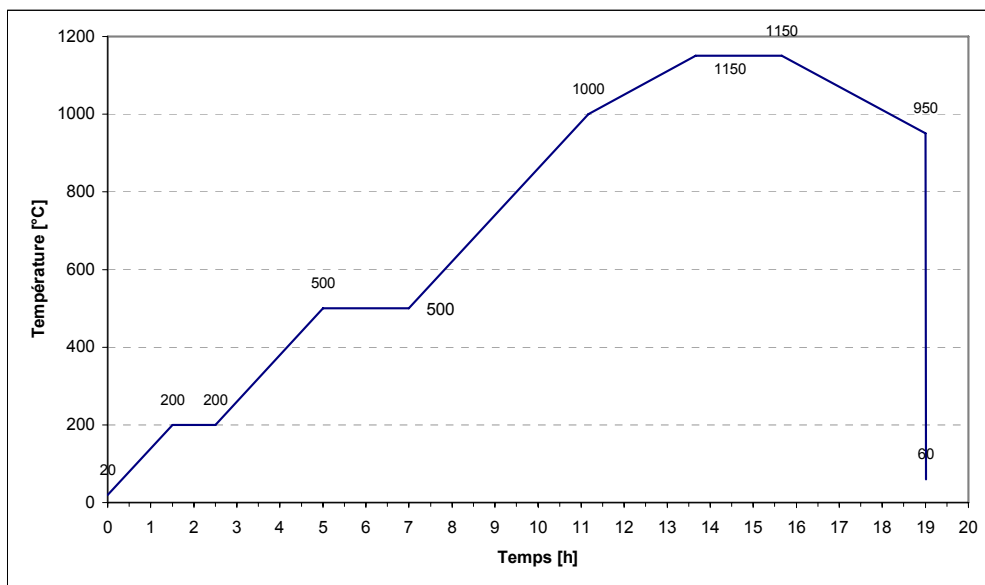
Type : Rampe  
°C/min 1600  
T°C : 60

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
					X	
X	X	X	X	X		X

**Segment10**

Type : Fin  
T°C :

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
						X
X	X	X	X	X	X	



**Figure 36 : Cycle combiné, déliantage, frittage, infiltration : One step infiltration.**

**PROGRAMME N° 10**

**Date : 10.10.2007**

**Opérateur Cardis Benoît**

**Nombre de segments : 8**

**Segment 1**

Type : Rampe  
°C/min 5  
T°C : 200

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
	X				X	
X		X	X	X		X

**Segment 2**

Type : Palier  
min 30  
T°C : 200

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
	X				X	
X		X	X	X		X

**Segment 3**

Type : Rampe  
°C/min 1  
T°C : 500

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
	X				X	
X		X	X	X		X

**Segment 4**

Type : Palier  
min 30  
T°C : 500

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
	X				X	
X		X	X	X		X

**Segment 5**

Type : Rampe  
°C/min 5  
T°C : 1200

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
	X				X	
X		X	X	X		X

**Segment 6**

Type : Palier  
min 120  
T°C : 1200

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
	X				X	
X		X	X	X		X

**Segment 7**

Type : Rampe  
°C/min 100  
T°C : 50

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
	X				X	
X	X	X	X	X	X	X

**Segment 8**

Type : Fin  
T°C :

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin
						X
X	X	X	X	X	X	

**Segment 9**

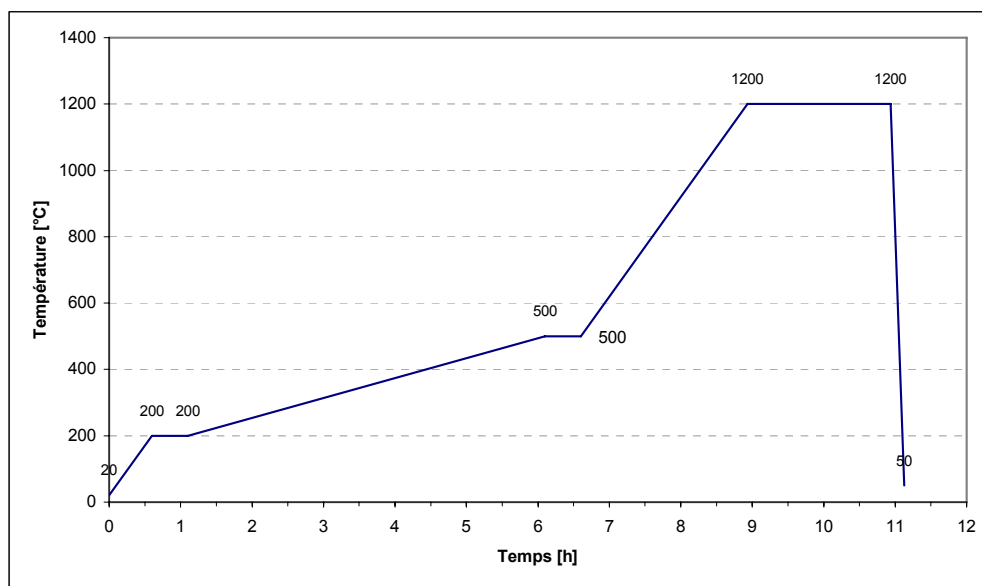
Type :  
T°C :

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin

**Segment10**

Type :  
T°C :

Vi.	Ch.	N2	Ba.	Ar	H2	Fin



**Figure 37 : Cycle de déliantage et de frittage pour les pièces en Nickel-Titane.**



## *Annexe 2 : Calculs, log file*

Retrait linéique :

$$\delta = \frac{L_0 - L}{L_0} \bullet 100[\%]$$

$L_0$  : Dimension du corps vert.

$L$  : Dimension de la pièce frittée.

Taux de porosités :

$$\% \text{ porosité} = \left( 1 - \frac{\rho_F}{\rho_{Th}} \right) \bullet 100[\%]$$

$\rho_F$  : Masse volumique frittée.

$\rho_{TH}$  : Masse volumique théorique du matériau.

Calcul de la masse d'infiltrant par infiltration avec un liquide.

$$m_{CuSn} = V_P \bullet \rho_{CuSn}$$

$$m_{CuSn} = \frac{m_{Inf}}{\rho_{Inf}} \bullet \rho_{CuSn}$$

$$m_{CuSn} = \frac{A - B}{\rho_{Inf}} \bullet \rho_{CuSn}$$

$m_{CuSn}$  : Masse d'infiltrant de bronze.

$V_P$  : Volume des pores.

$\rho_{CuSn}$  : Masse volumique du bronze.

$m_{Inf}$  : Masse de liquide infiltré.

$\rho_{Inf}$  : Masse volumique du liquide.

$A$  : Masse de la pièce infiltrée avec le liquide.

$B$  : Masse de la pièce frittée.

Calcul de la masse d'infiltrant au moyen du LOG file.

$$m_{CuSn} = V_P \cdot \rho_{CuSn}$$

$$m_{CuSn} = (V_F - V_{Mat})$$

$$m_{CuSn} = \left( V_F - \frac{B - m_B}{\rho_{Mat}} \right)$$

$m_{CuSn}$  : Masse d'infiltrant de bronze.

$V_P$  : Volume des pores.

$\rho_{CuSn}$  : Masse volumique du bronze.

$V_F$  : Volume des dimensions géométriques de la pièce frittée.

$V_{Mat}$  : Volume de la poudre composant le corps fritté.

$B$  : Masse du corps vert.

$m_B$  : Masse du liant.

$\rho_{Mat}$  : Masse volumique de la poudre.

$$V_F = V_G \cdot \delta^3$$

$$m_B = N \cdot V_G \cdot \rho_B$$

$N$  : Nombre de gouttes.

$V_G$  : Volume d'une goutte.

$\rho_B$  : Masse volumique du liant.

## Log file

\*\*\*\*\*

DATE; 11/12/2007  
TIME; 11:26:00 PM  
PART FILE COUNT; 2  
BUILD LAYER COUNT; 154  
LAYER THICKNESS (µm); 127  
X,Y DROP SPACING (µm); 45.180; 45.959

\*\*\*\*\*

TOTAL LAYERS PRINTED; 154  
TOTAL DROPS PRINTED; 7652015  
TOTAL VOLUME PRINTED (mm³); 2017.884

\*\*\*\*\*

PART FILE; C:\ProMetal\RX-D Print Files\STL Files\Cardis\bucky\_binary.stl  
X,Y BED LOCATION (mm); 27.499; 46.500  
DROP COUNT; 3825995  
PRINTED VOLUME (mm³); 1008.939

PART FILE; C:\ProMetal\RX-D Print Files\STL Files\Cardis\bucky\_binary.stl  
X,Y BED LOCATION (mm); 27.499; 21.500  
DROP COUNT; 3826020  
PRINTED VOLUME (mm³); 1008.945

### Annexe 3 : Dimensions éprouvette

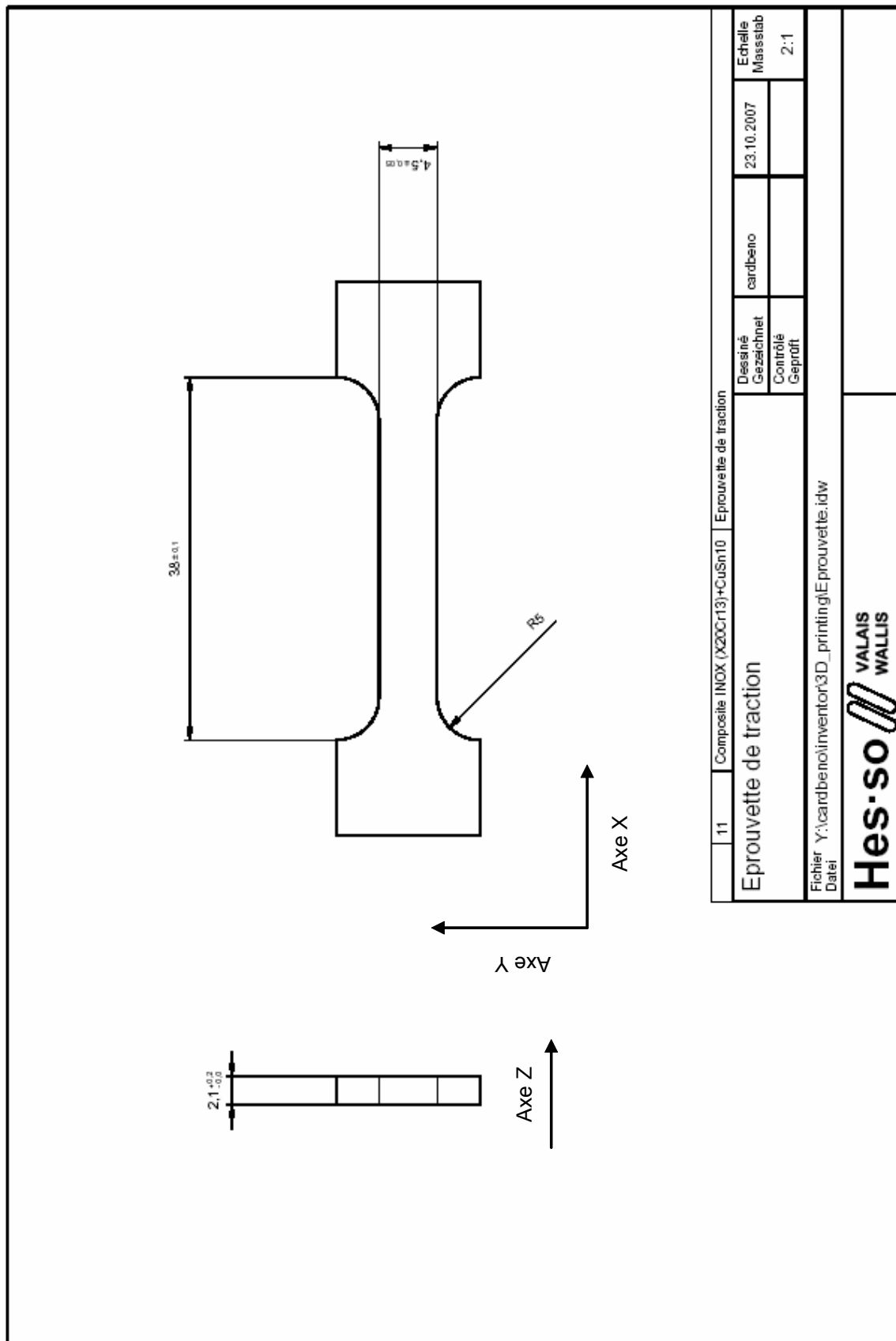


Figure 38 : Dimensions de l'éprouvette usinée.

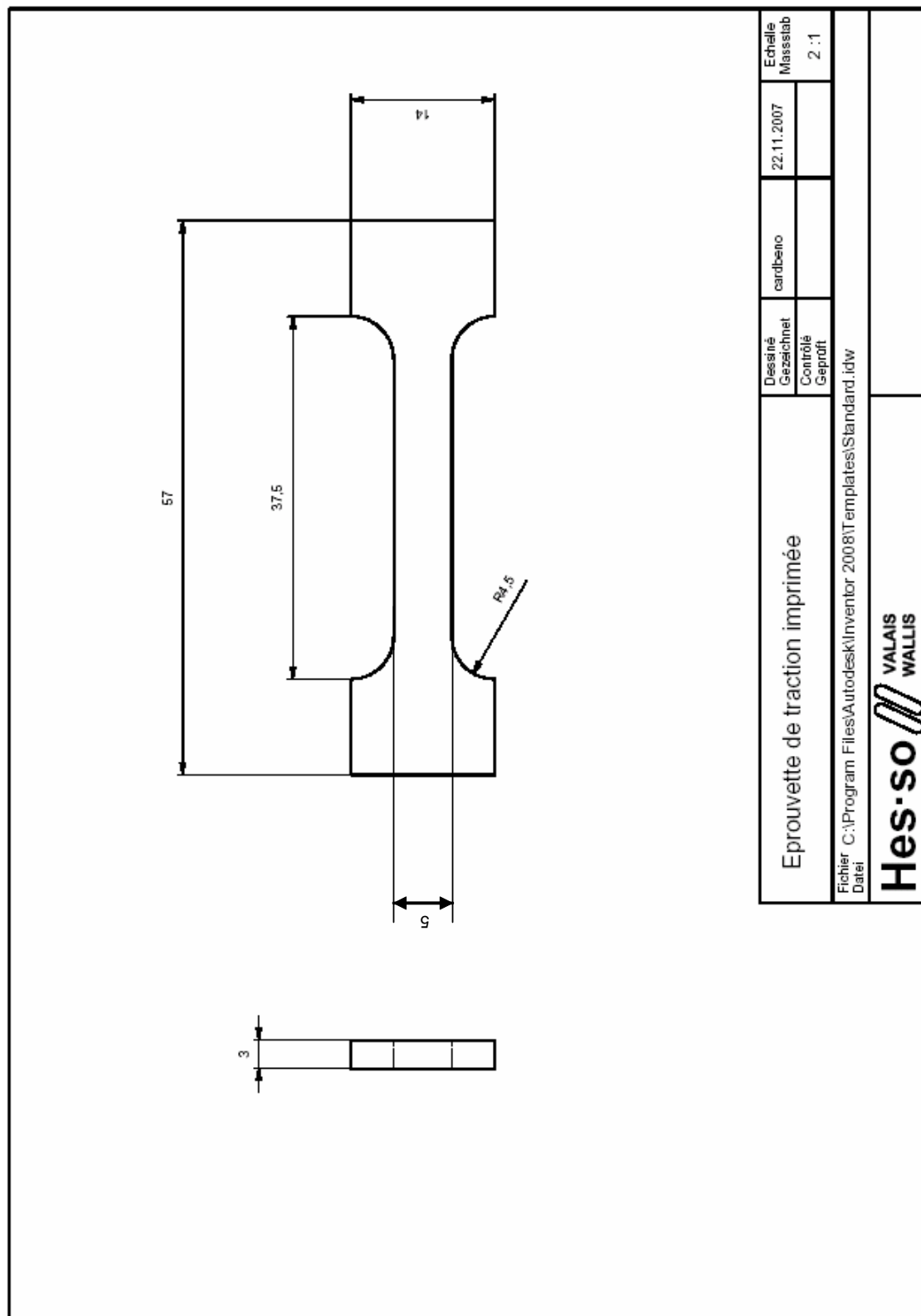


Figure 39 : Dimensions de l'éprouvette imprimée.



#### Annexe 4 : Courbes de traction

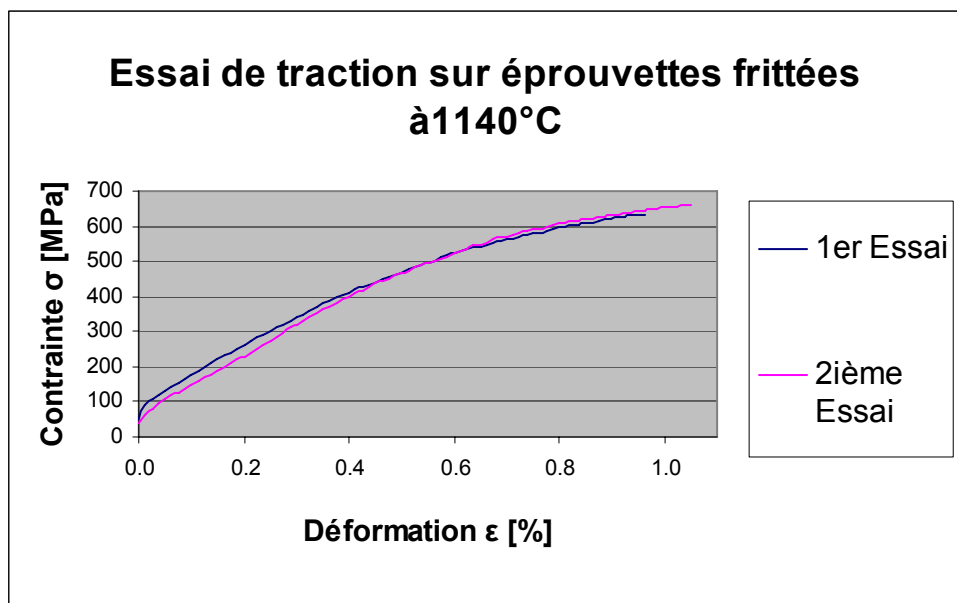


Figure 40: Essais de traction sur les éprouvettes frittées à 1140°C.

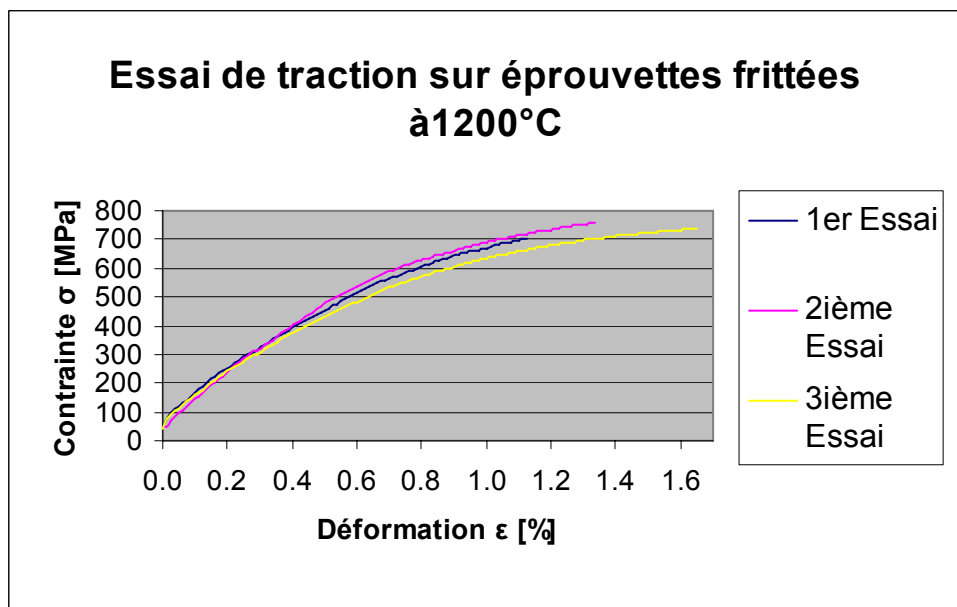


Figure 41: Essais de traction sur les éprouvettes frittées à 1200°C.

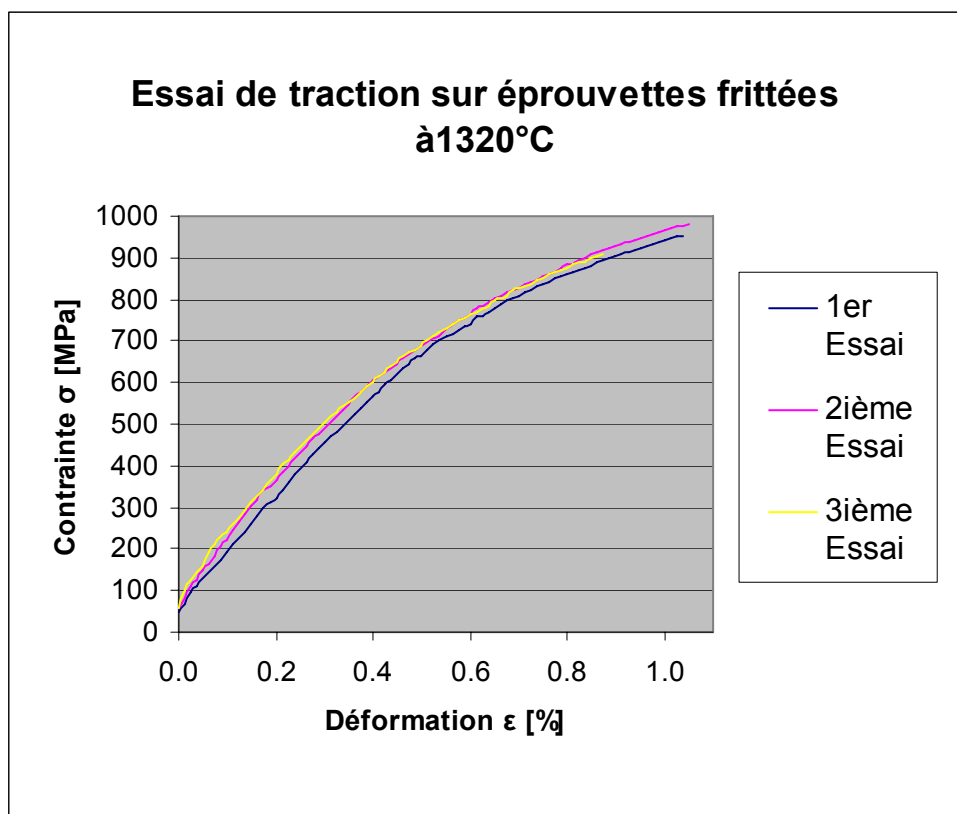
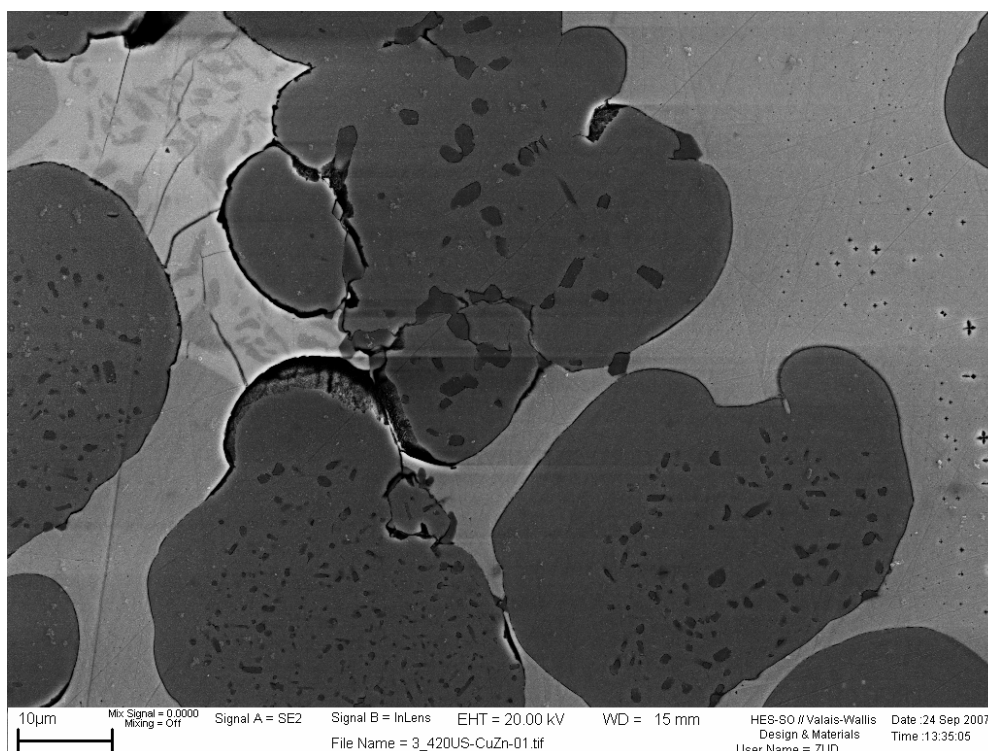
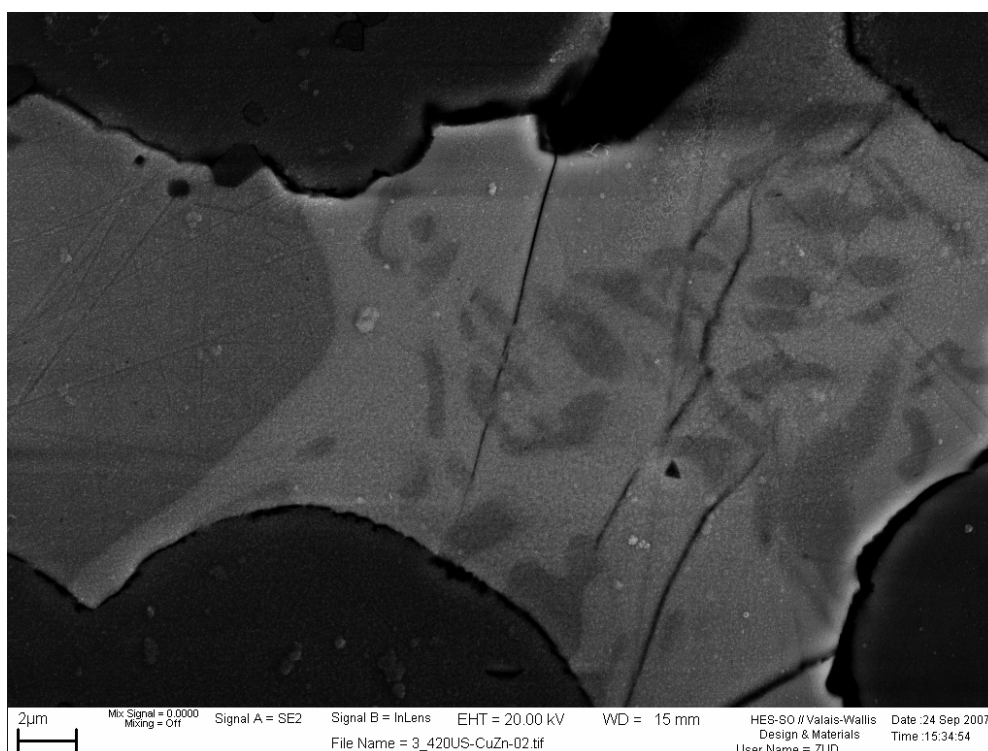


Figure 42 : Essais de traction sur les éprouvettes frittées à 1320°C.

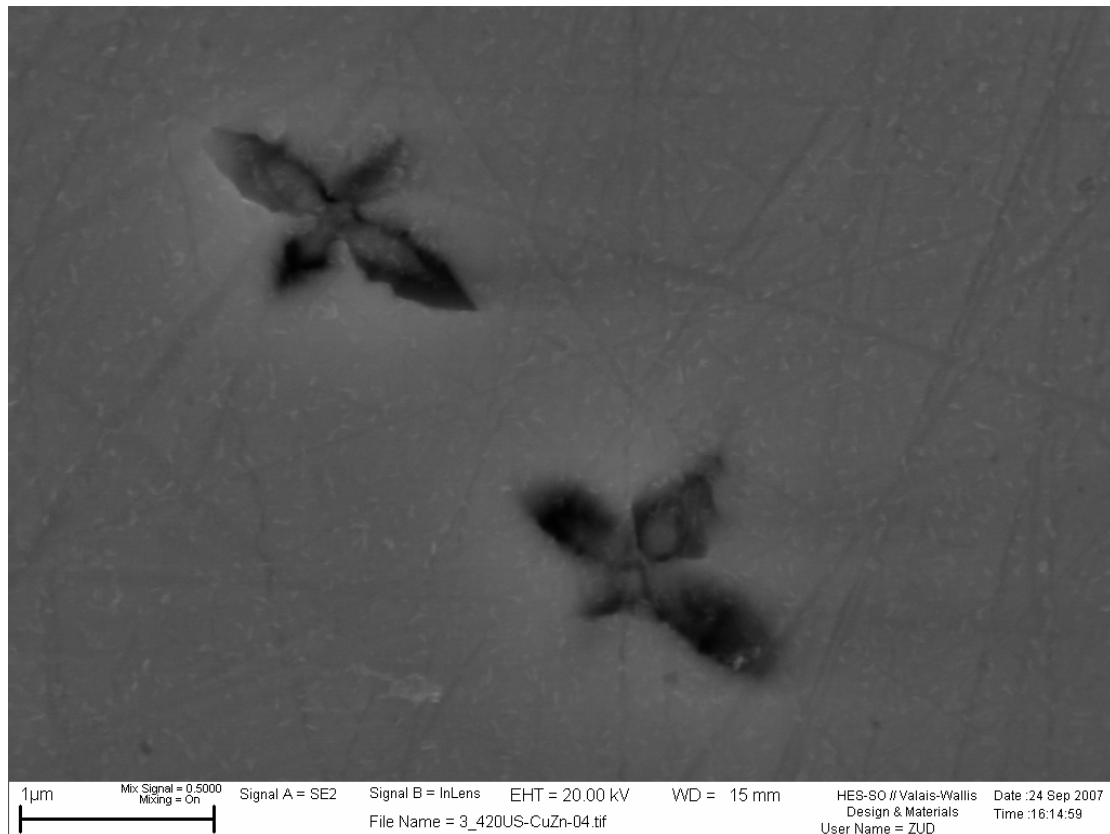
## Annexe 5 : Photos microscope électronique



**Figure 43 : Image électronique, microstructure d'une pièce infiltrée.**



**Figure 44 : Image électronique, microstructure d'une pièce infiltrée.**



**Figure 45 : Image électronique, microstructure d'une pièce infiltrée.**

## *Annexe 6 : Liste de machines*

- 1) Autodesk Inventor 2008 : Logiciel de dessin CAD. Création des dessins des pièces en 3 dimensions en format .ipn.
- 2) Rhinoceros 3.0 : Logiciel surfacique. Conversion des fichiers Inventor format .ipn en fichiers format .stl (stéréolithographie) lisible sur la machine ProMetal R1.
- 3) Machine d'impression 3 dimensions ProMetal R1 : Impression des pièces en 3 dimensions par technologie des poudres, réalisation de pièces en 3D.  
Logiciel ProMetal RX-D : Utilisation et commande de la machine ProMetal R1.
- 4) Four d'étuve WTB BINDER : Type F115 (Température maximale : 250°C).  
Séchage des corps verts après impression.
- 5) Four ECM LILIPUT à sole élévatrice et à résistor en graphite (Température maximale : 1600°C) : Frittage et infiltration des corps verts.
- 6) Microscope optique OLYMPUS PMG-3 : Micrographie des échantillons.
- 7) Microscope électronique à balayage LEO 1525 FEM. Détecteur : SE In-Lens.  
Résolution : 3-1.5 nm.  
Micrographie des échantillons et analyse des compositions chimiques des microstructures (Mapping).
- 8) Machine de dureté INSTRON WOLPERT : Type TESTOR 930/250.  
Détermination de la dureté des éprouvettes.
- 9) Machine de traction : ZWICK 1475 (force maximale : 100 KN)  
Capteur de force : 100 KN, précision  $\pm 1\%$  de la Force maximale = 1 KN.  
Capteur  $\Delta L$  : Extensomètres longs précision  $\pm 2.5 \mu\text{m}$ .