Analyses & Surface

NAE Normandie AeroEspace La passion de l'Excellence

Etude bibliographique sur les poudres métalliques pour la fabrication additive

Focus sur : la caractérisation des poudres dans le contexte de la fabrication additive métallique

26/05/2020

groupe 6NAPSE

Sébastien Boileau

s.boileau@groupe-6napse.com

0232250400 – Analyses et surface

Au programme :

Analyses & Surface
LABORATOIRE ERIC BEUCHER

GROUPE **6NAPSE**

- Le groupe et le laboratoire

- La fabrication additive :
Focus sur le procédé de fusion sur lit de poudre métallique

- Quelques chiffres

- Comment caractériser une poudre ? et lien entre les propriétés des poudres et pièces finies.

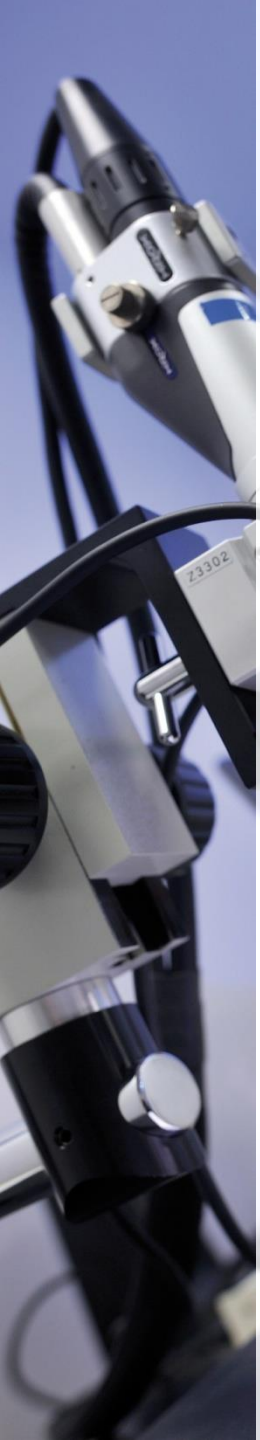
- Le projet CLIP-FAM

- Normalisation en fabrication additive

Le groupe et le laboratoire

Analyses & Surface
LABORATOIRE ERIC BEUCHER

GROUPE **6NAPSE**



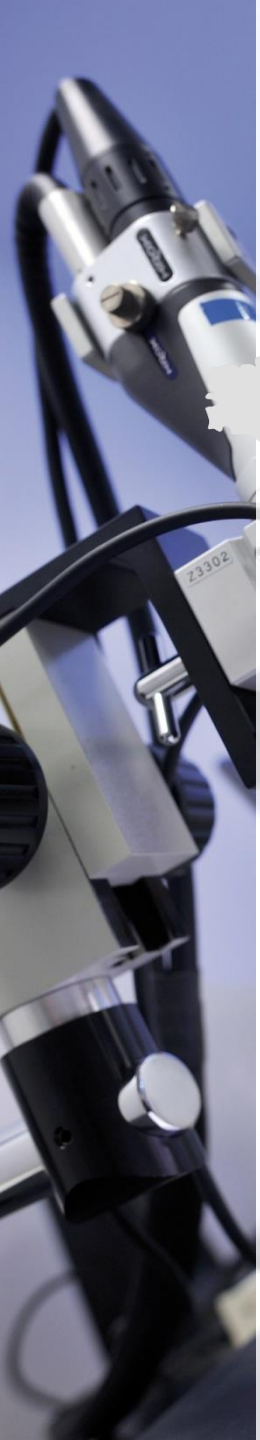
Solutions for your products optimization and qualification

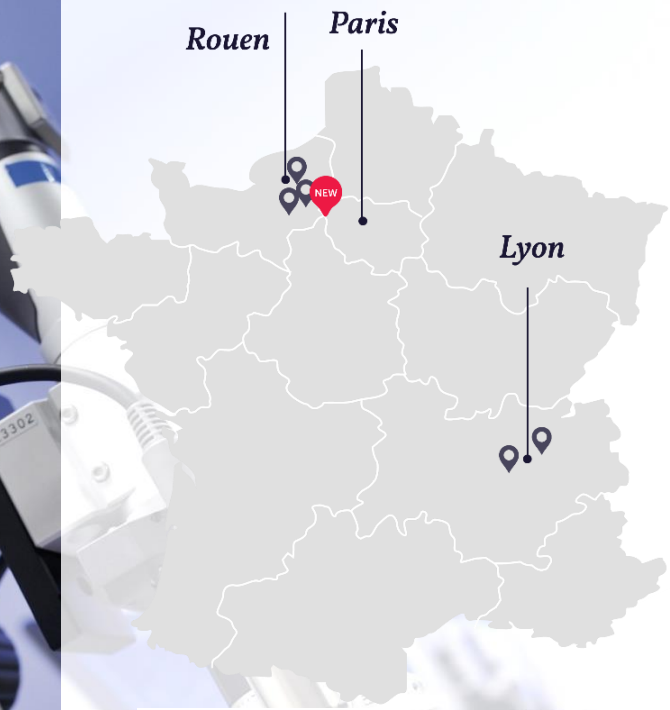
- TESTS AND QUALIFICATIONS
- MODELLING AND CALCULATION
- VIBRO-ACOUSTIC EXPERTISE
- MATERIALS
- FAILURE EXPERTISE
- SEALING

Le groupe et le laboratoire

Analyses & Surface
LABORATOIRE ERIC BEUCHER

GROUPE **6NAPSE**





Région de Lyon

- ***CREALINS** : Villeurbanne (69)*
- ***EMTT** : Irigny (69)*

Région de Rouen-Paris

- ***CEVAA** : St-Etienne-du-Rouvray (76)*
- ***Analyses & Surface** : Val-de-Reuil*
- *(27)*
- NEW ***6LING** : Val-de-Reuil (27)*
- ***6NAPSE** : Vernon (27)*

6NAPSE — TESTING

CEVAA — NVH

6LING — SEALING

Analyses & Surface — MATERIALS EXPERTISE

EMTT — METALLURGY AND THERMAL TREATMENT

CREALINS — CHEMICAL ANALYSES

Our privileged partner
FLUID MECHANICS AND ENERGETICS

AREELIS Technologies

Le groupe et le laboratoire

Analyses & Surface
LABORATOIRE ERIC BEUCHER

GROUPE **6NAPSE**

MATERIALS EXPERTISE

Polymers, glass, plastic, metals

► **Failure expertise**
Failure analysis, appearance defect, corrosion, short circuit, radiography

► **Materials study**
Morphological analysis, crystallography analysis, foreign body characterization, metallurgical analysis

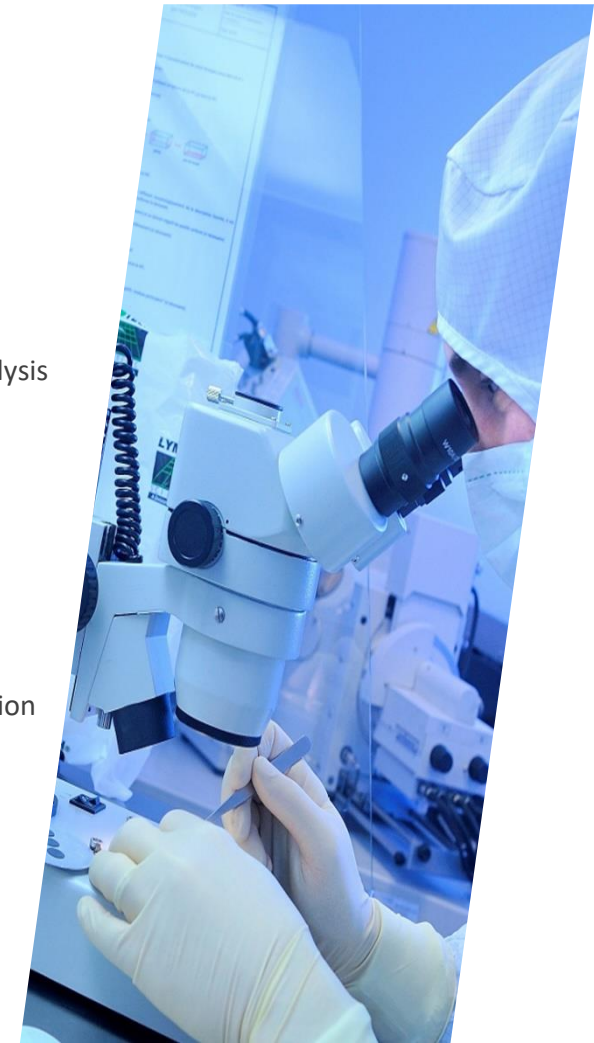
► **Characterization of surfaces and coatings**
Non-contact topography, coating performance

► **Study of the aging of materials in a controlled environment**
Environmental, corrosion and climatic tests

► **Chemical analyses**
Contract analysis, material analysis, search for contaminants and catalytic residues, characterization of synthetic products, analysis of biological tissues, composition analysis of active ingredients

► **Metallurgy and thermal treatments**
Metallic wear over time, wear degradation, mechanical failure, development of material characteristics (steels, cast irons, aluminum, copper, titanium and nickel alloys)

► **Collaborative research project management**
Thin film development, metallurgical characterization



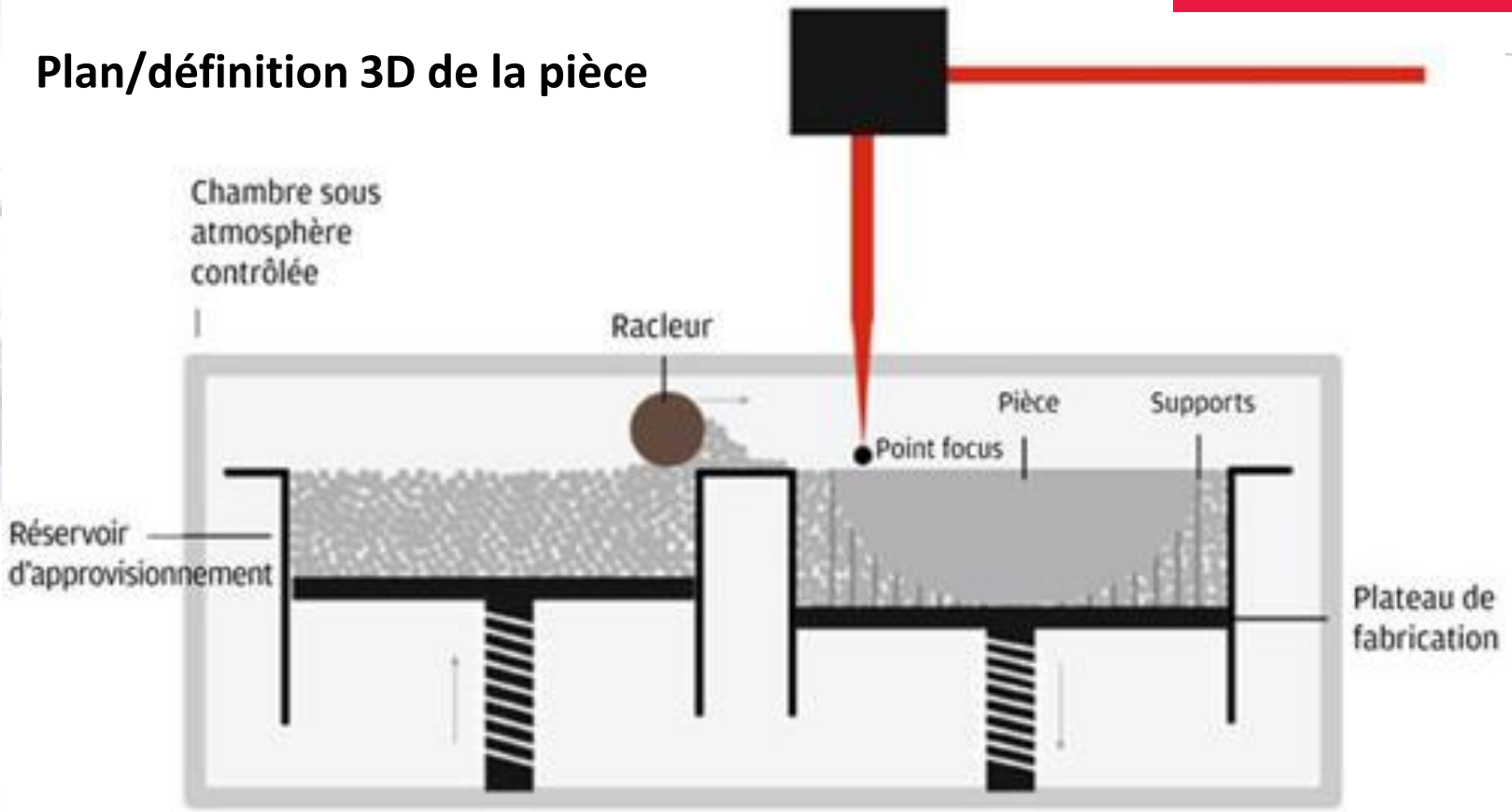
La fabrication additive

Focus sur le procédé de fusion sur lit de poudre métallique

Analyses & Surface
LABORATOIRE ERIC BEUCHER

GROUPE **6NAPSE**

Plan/définition 3D de la pièce



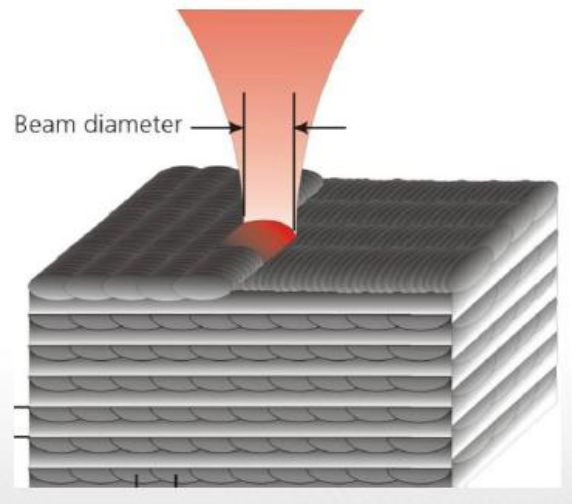
Source : http://traitementsetmateriaux.fr/Archives-article/Fiche/1639/
Focus-sur-la-fusion-de-poudre-metallique-par-laser-et-ses-applications

La fabrication additive

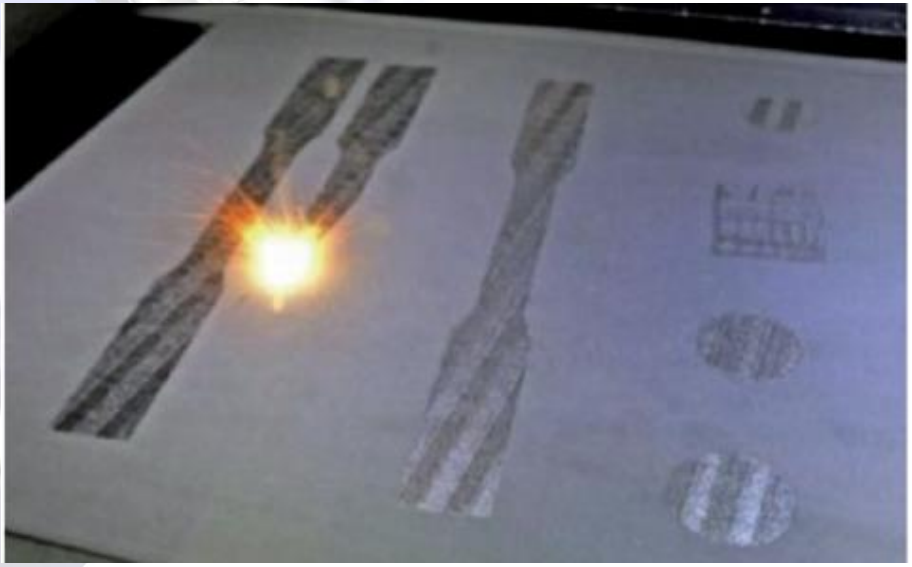
Focus sur le procédé de fusion sur lit de poudre métallique

Analyses & Surface
LABORATOIRE ERIC BEUCHER

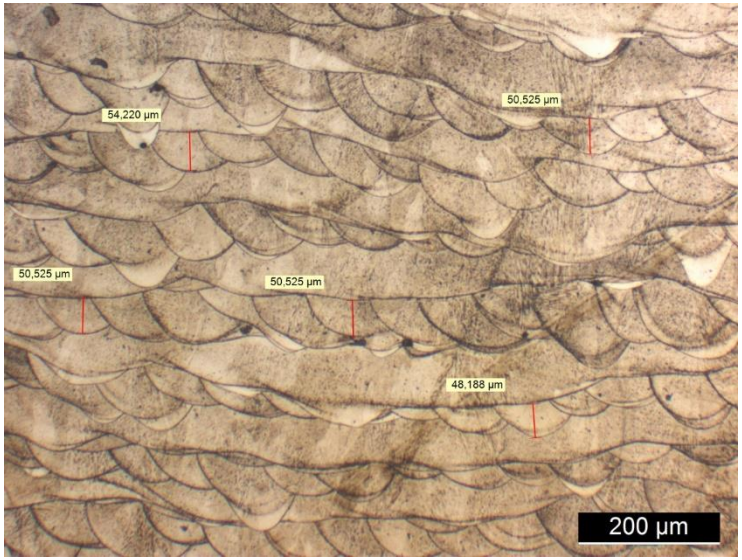
GROUPE **6NAPSE**



Principe de la fabrication additive de poudre métallique par frittage laser



Observation en coupe d'une pièce métallique brute de fabrication



La fabrication additive

Focus sur le procédé de fusion sur lit de poudre métallique

Analyses & Surface
LABORATOIRE ERIC BEUCHER

GROUPE **6NAPSE**

« Qualité » de la pièce finie : le procédé et <u>la poudre</u>

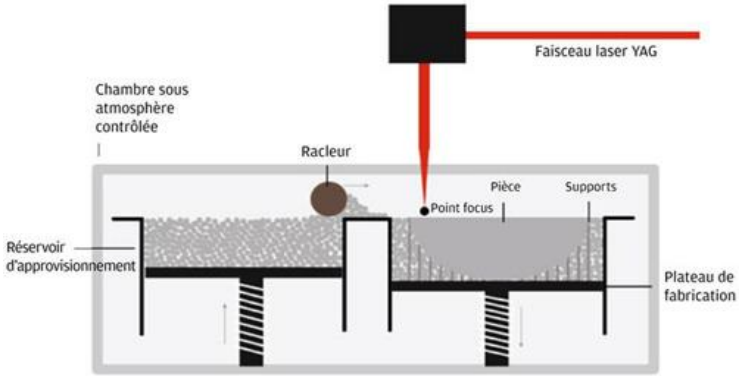
Impact de la méthode de production

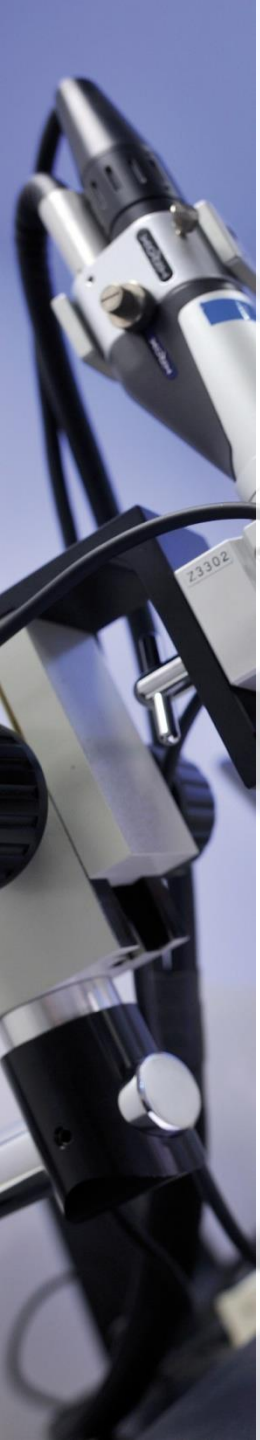
<u>Impact du recyclage</u> : sur la morphogranulométrie et la composition chimique

Impact du stockage/vieillissement

Défaut dans le lit de poudre : porosités ?

Défaut de la chimie de la poudre : propriétés mécaniques/microstructure

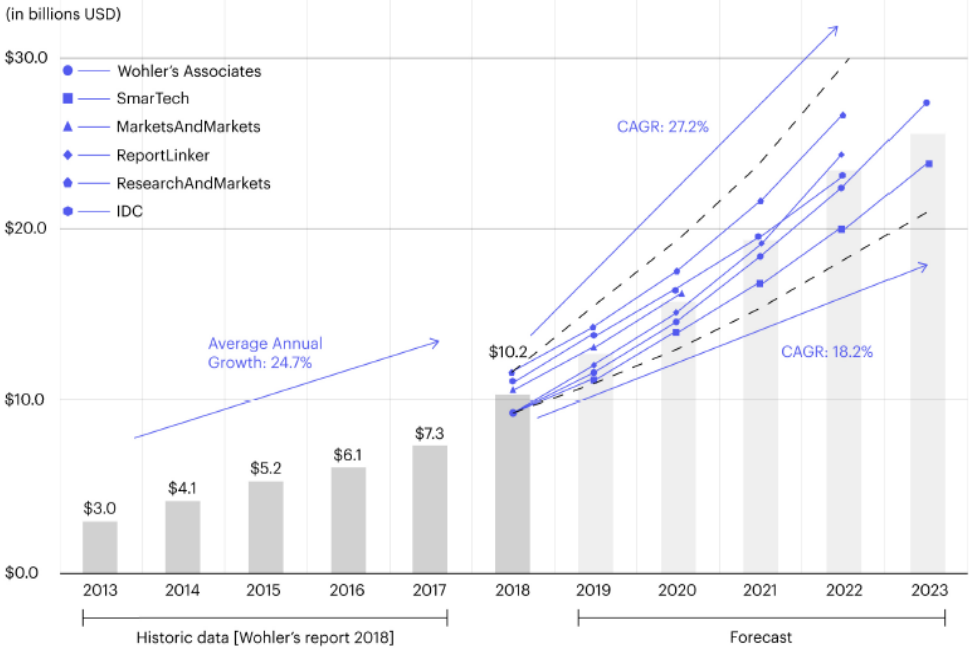




Quelques chiffres : Le marché et la recherche

Un marché en forte croissance :

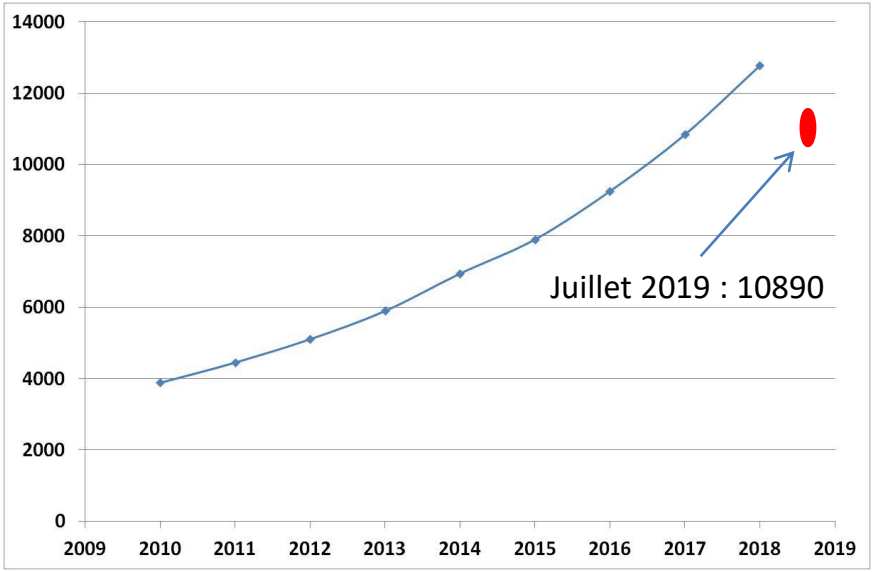
- 10,2 Milliards de dollars en 2018 - +25% / an
- Une utilisation pour la production de plus en plus forte
- +100% offre d'emploi en impression 3D en France en 2017
- France = 3% du parc mondial (USA = 40%)



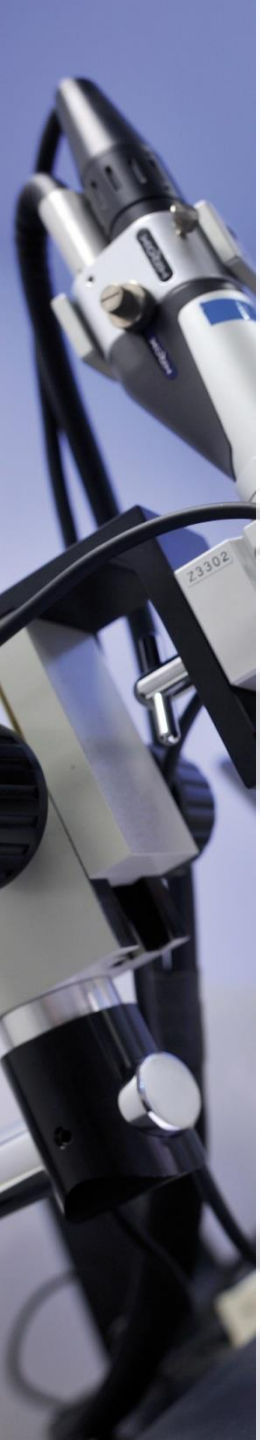
Nombre de publications scientifiques : entre 2011 et 2012 (x10) de 1600 à 16000 [SLO2015]

Additive Manufacturing : https://www.journals.elsevier.com/additive-manufacturing associé à America Makes

Mots clef « additive manufacturing » // sciences direct
Nombre de publications par année



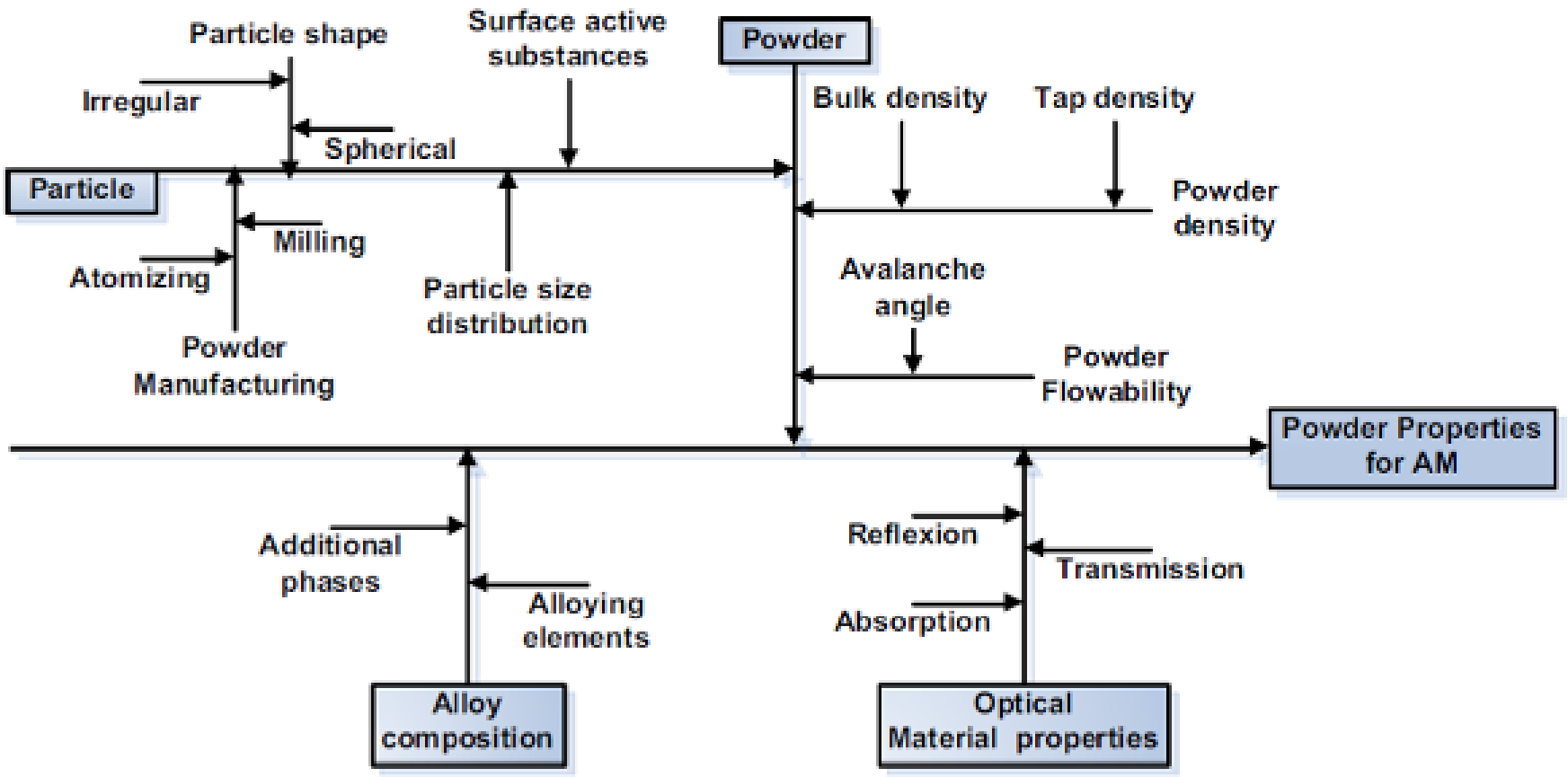
Source : *3D_Hub trends (et extrait présentation NAE Yoann Le Souquet)*
[SLO2015] Metrology Needs for Metal Additive Manufacturing Powders
Résultats de recherches sur sciences direct (début juillet 2019)



Comment caractérise t'on une poudre ?
Et que caractérise t'on ?

Analyses & Surface
LABORATOIRE ERIC BEUCHER

GROUPE **6NAPSE**



[SPI2015] Powder flowability characterisation methodology for powder-bed metal additive manufacturing

Analyses & Surface
LABORATOIRE ERIC BEUCHER

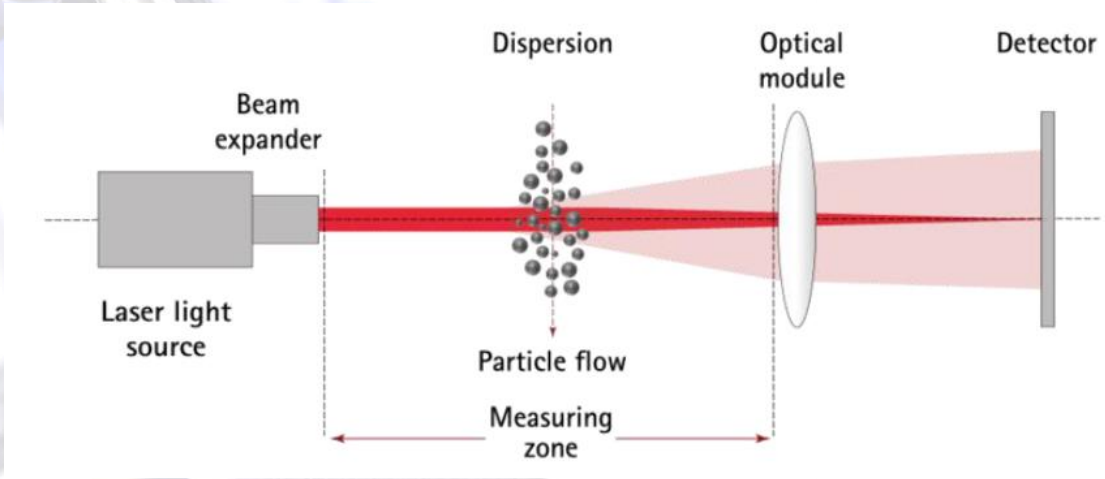
GROUPE **6NAPSE**

*La granulométrie **[SUT2016]:***

Le tamisage : ISO 2591-1:1988 ; ASTM B214

Limitations : Contrôle de la morphologie, variabilité, temps de manipulation

La granulométrie laser : ASTM B822, ISO 13320:2009



En voie liquide pour les poudres métalliques

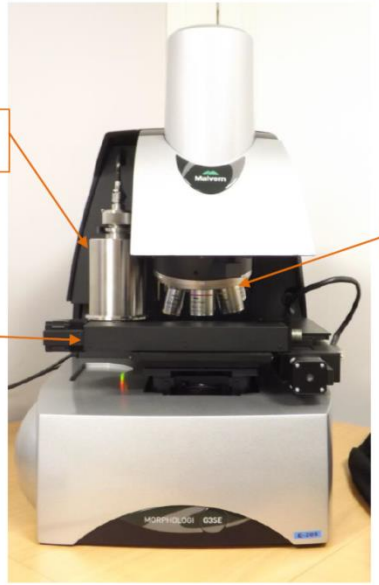
Limitations : pas de prise en compte de la morphologie, détection // prise en compte des agglomérats

[SUT2016]: POWDERS FOR ADDITIVE MANUFACTURING PROCESSES: CHARACTERIZATION TECHNIQUES AND EFFECTS ON PART PROPERTIES

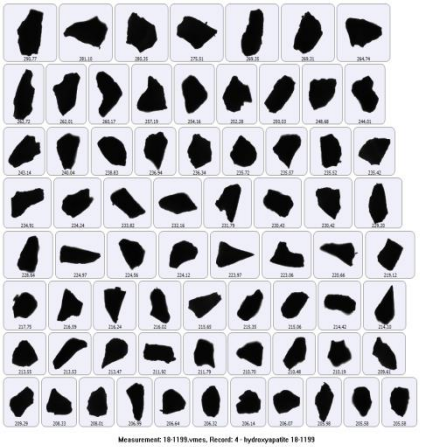
Analyses & Surface
LABORATOIRE ERIC BEUCHER

GROUPE **6NAPSE**

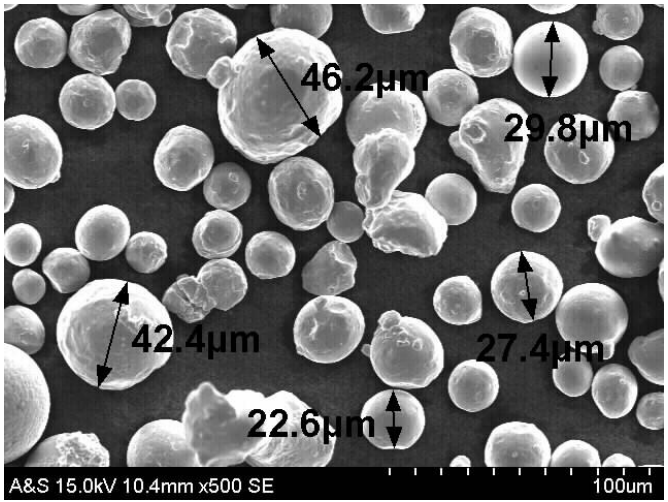
Morphogranulométrie
Normes : ISO 13322-1:2014 (statique) et ISO 13322-2:2006 (dynamique)



Morphologi G3SE

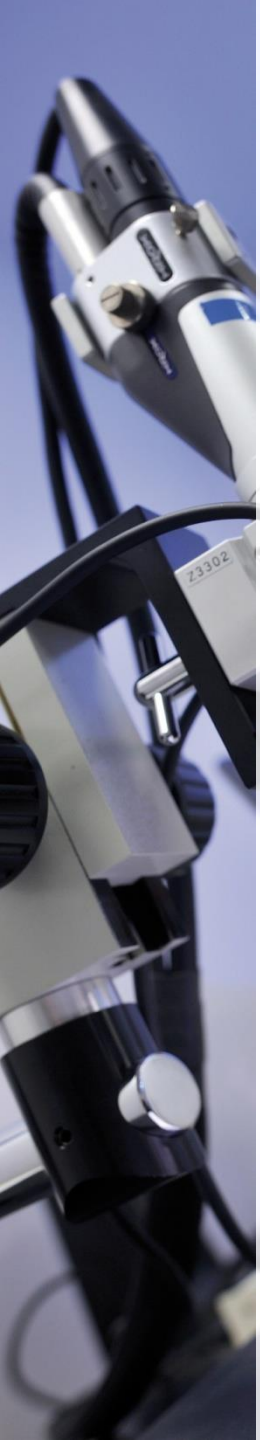


MEB-EDX



Analyses chimique par ICP (inductively coupled plasma) [STA2012]

CONTROLLING PHASE COMPOSITION IN SELECTIVE LASER MELTED STAINLESS STEELS

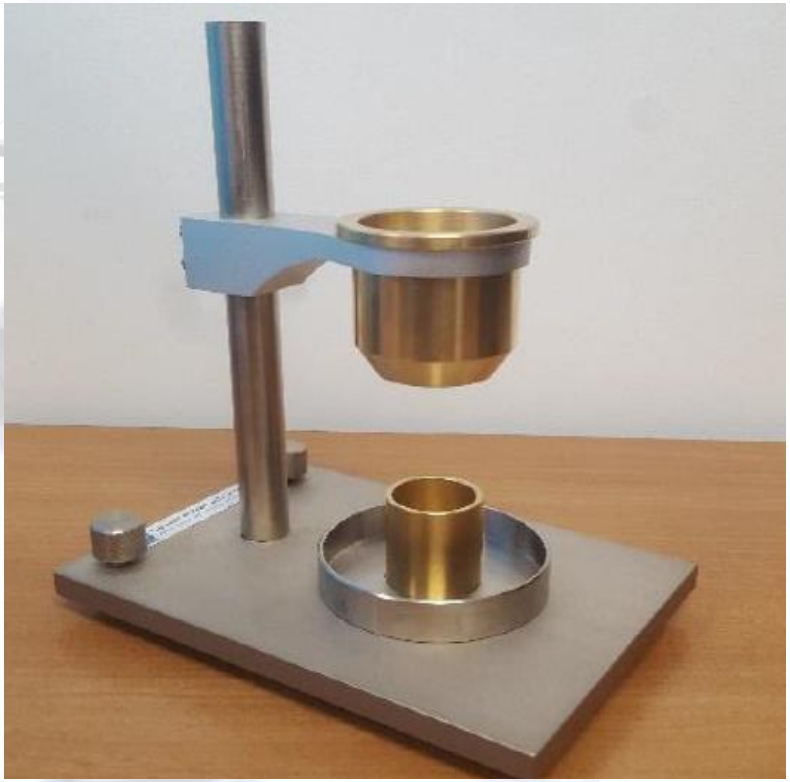


Comment caractérise t'on une poudre ?

Analyses & Surface
LABORATOIRE ERIC BEUCHER

GROUPE **6NAPSE**

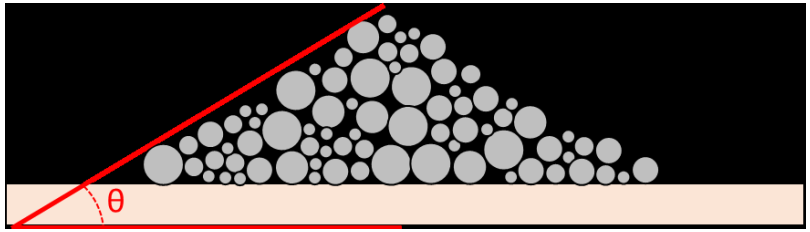
Coulabilité et densité apparente (cône de Hall // Carney)
ASTM B212, B417 et ISO 3923 : Densité apparente (Hall et Carney)
ASTM B213 et ISO 4490 : coulabilité Hall



Influence opérateur?
Corrélation avec la qualité du lit de poudre ? ➔ pas systématique, voir contre intuitive **[SOH2006]**

[SOH2006] New Indices to Characterize Powder Flow Based on Their Avalanching Behavior

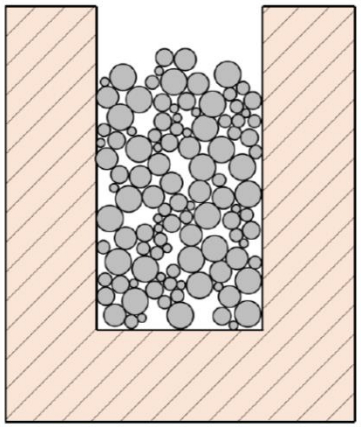
Angle de talus (de repos)

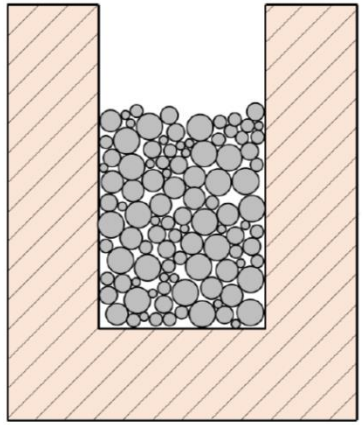


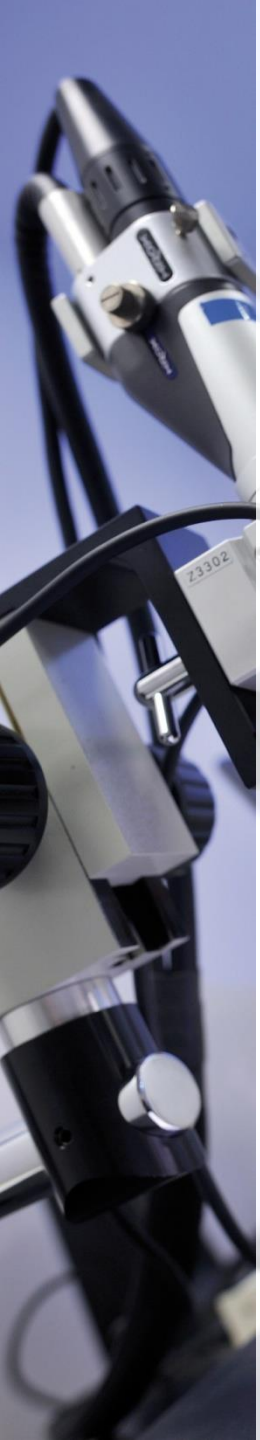
Densité tapée // calcul du ratio d'Hausner Normes : ASTM B527 et ISO 3953, ASTM D7481

Densité tapée/densité apparente = ratio d'Hausner

R_h <1,2 = bonne coulabilité







Comment caractérise t'on une poudre ?

Analyses & Surface
LABORATOIRE ERIC BEUCHER

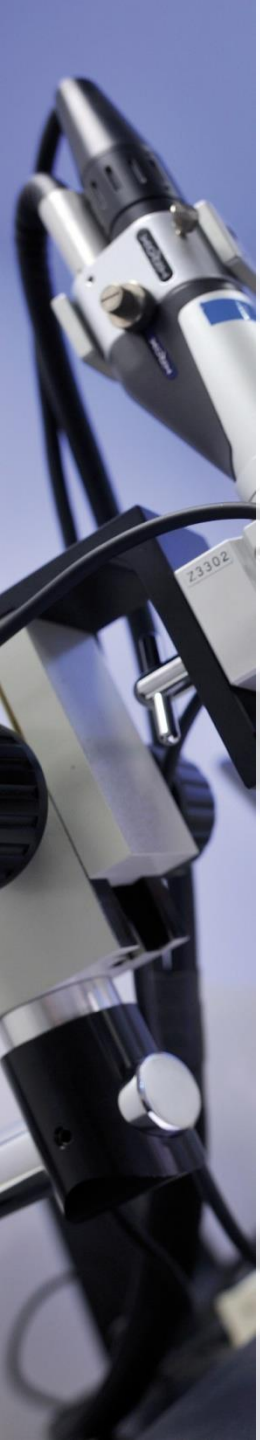
GROUPE **6NAPSE**

Tambour rotatif

[FBA2018] *Energie de rupture*
Angle d'avalanche
Surface fractale
Angle de repos…

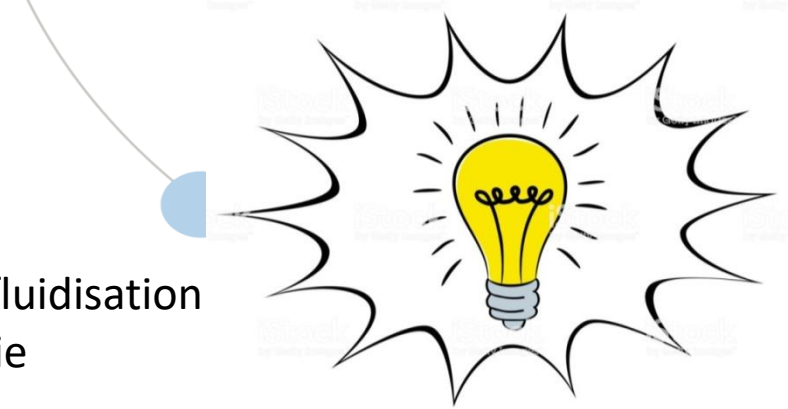
Algorithmes utilisés ? Lien avec la qualité de la pièce finie

Cisaillement : Propriétés en vrac, sous cisaillement, en écoulement, en interaction avec des surfaces…



Comment caractérise t'on une poudre ?

Un classement en grand groupe de « coulabilité » ?

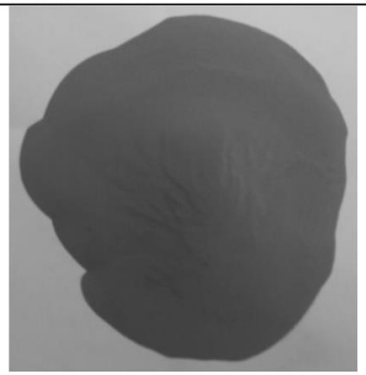
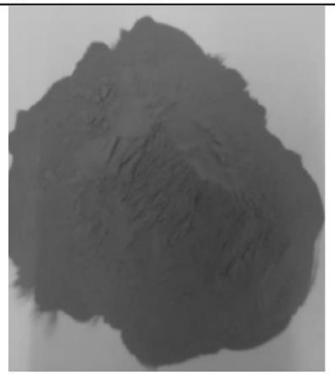
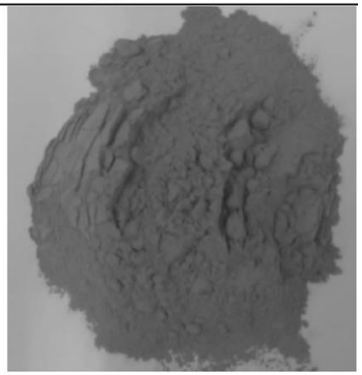
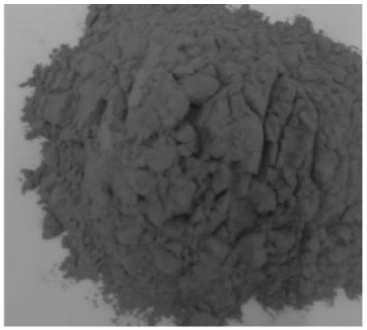


[CAR1965] un indice unique de classement
[GEL1973] 4 groupes ayant des comportements de fluidisation différents, (en lien avec la densité et la granulométrie de la poudre)

[CAR1965] *Evaluating flow properties of solids*
[GEL1973] *Types of Gas Fluidization*
[KRA2009] *Characterization of powder flow: Static and dynamic testing*
[AMA2011] *ADVANCES IN SLS POWDER CHARACTERIZATION*
[SPI2015] *Powder flowability characterisation methodology for powder-bedbasedmetal additive manufacturing*

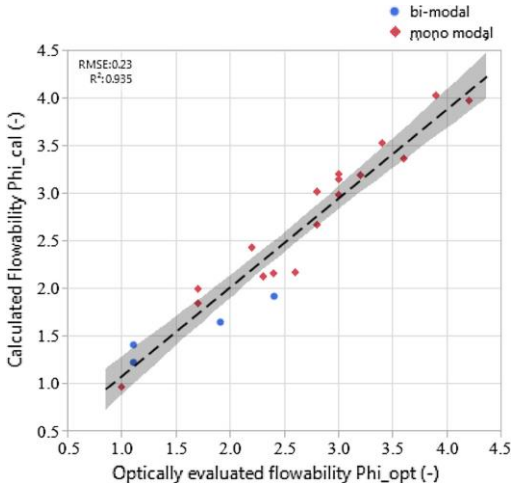
Comment caractérise t'on une poudre ?

Un classement en grand groupe de « coulabilité » ?

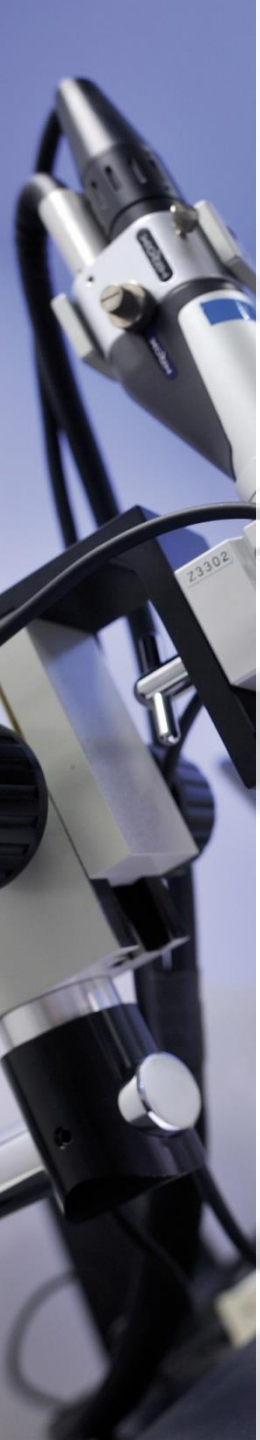
φ = 1 – very good flowability no agglomerations	φ = 2 – sufficient flowability Very loose agglomerations	φ = 3 – critical flowability loose agglomerations	
			

Corrélation grains de poudre // comportement « macroscopique » ?

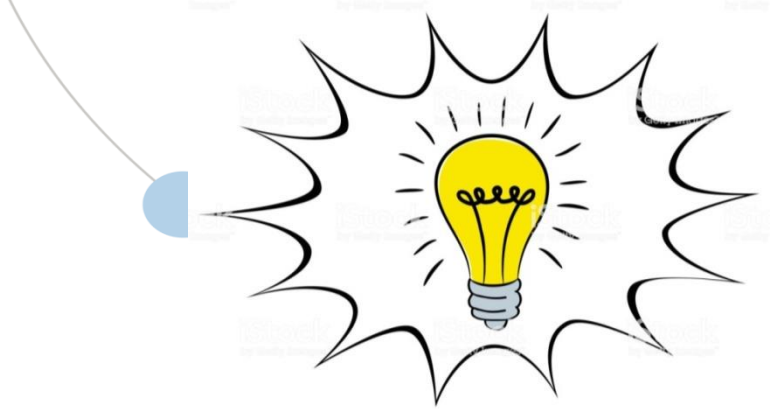
[SPI2015] : Corrélation entre l'observation et la combinaison de deux paramètres du test d'avalanche (surface fractale et angle d'avalanche)



[CAR1965] *Evaluating flow properties of solids*
[GEL1973] *Types of Gas Fluidization*
[KRA2009] *Characterization of powder flow: Static and dynamic testing*
[AMA2011] *ADVANCES IN SLS POWDER CHARACTERIZATION*
[SPI2015] *Powder flowability characterisation methodology for powder-bedbasedmetal additive manufacturing*



Comment caractérise t'on une poudre ?



[KRA2009] [AMA2011] [SPI2015] [SIM2017]:

➔ La technique de caractérisation du comportement « macroscopique » doit mettre la poudre dans un état de contrainte proche de celui du procédé auquel elle est destinée

[CAR1965] *Evaluating flow properties of solids*
[GEL1973] *Types of Gas Fluidization*
[KRA2009] *Characterization of powder flow: Static and dynamic testing*
[AMA2011] *ADVANCES IN SLS POWDER CHARACTERIZATION*
[SPI2015] *Powder flowability characterisation methodology for powder-bedbasedmetal additive manufacturing*

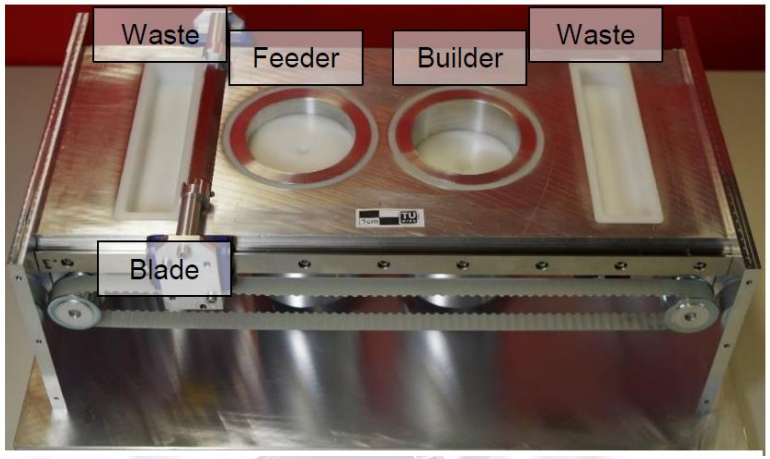
Peu de publications :

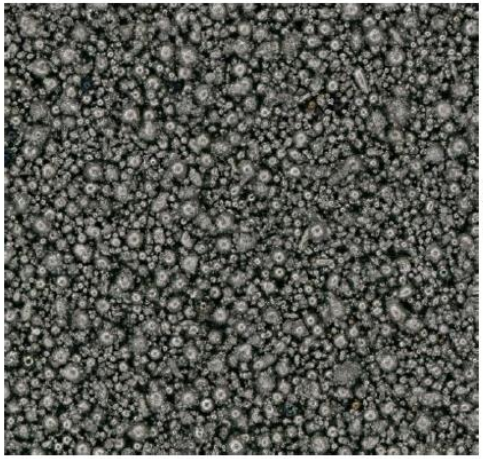
[BEI2019] : impact de la forme du racleur sur la morphologie du lit de poudre (polymère)
Détermine un racleur plus adapté à l'utilisation pour les poudres polymères testées

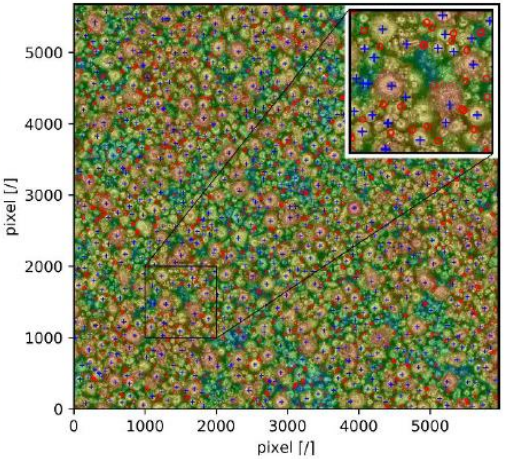
[VAN2015] polymère également. Pesée de la couche étalée pour mesure de la densité du lit de poudre. Les auteurs constatent une différence entre l'état du lit de poudre sur le banc et dans la machine ➔ ils n'utilisent pas le même racleur.

[SUN2015] : utilisation d'un système de raclage d'une machine + analyses d'images
Constatation : l'une des poudres testée, se comporte « mal » avec les caractérisations classiques, mais mieux lors du test sur le banc d'essai.

[MIT2017] [MIT2018] : développement d'un banc spécifique + traitement d'image







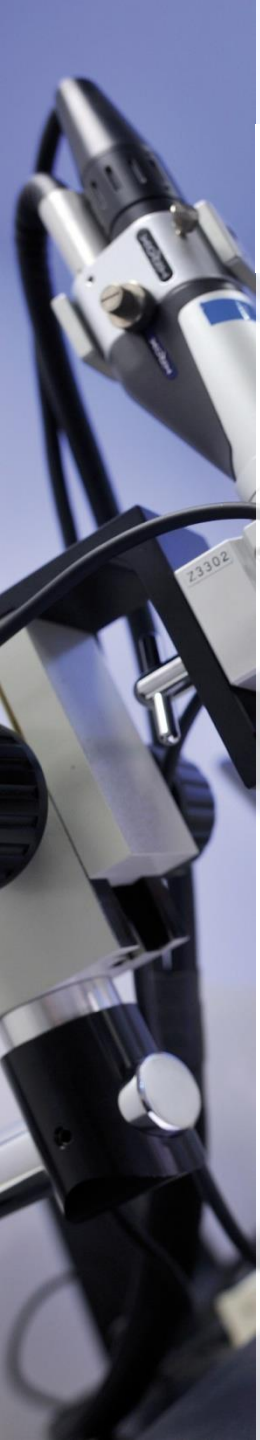
Calcul d'une densité de couche via le traitement d'image

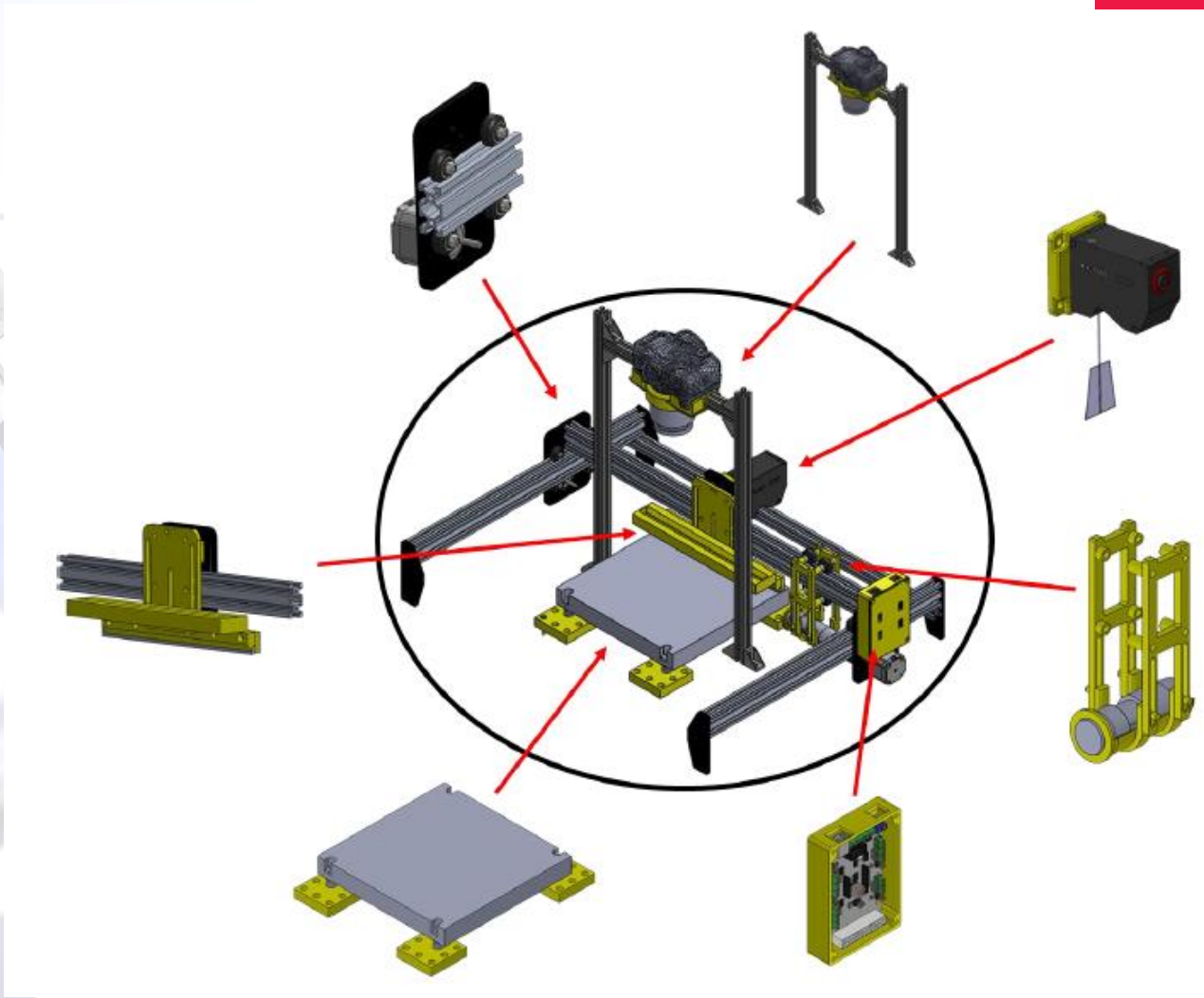
Etalabilité OK et Cône de Hall NOK pour l'une des poudres

Mais des tendances sont observées entre les paramètres évalués (lisse, rugueux) ici et les caractéristiques de la poudre évaluées via des méthodologies « classiques »

[SNO2018] Mise au point d'un banc + évaluation de quelques critères d'analyse du lit de poudre

GROUPE **6NAPSE**





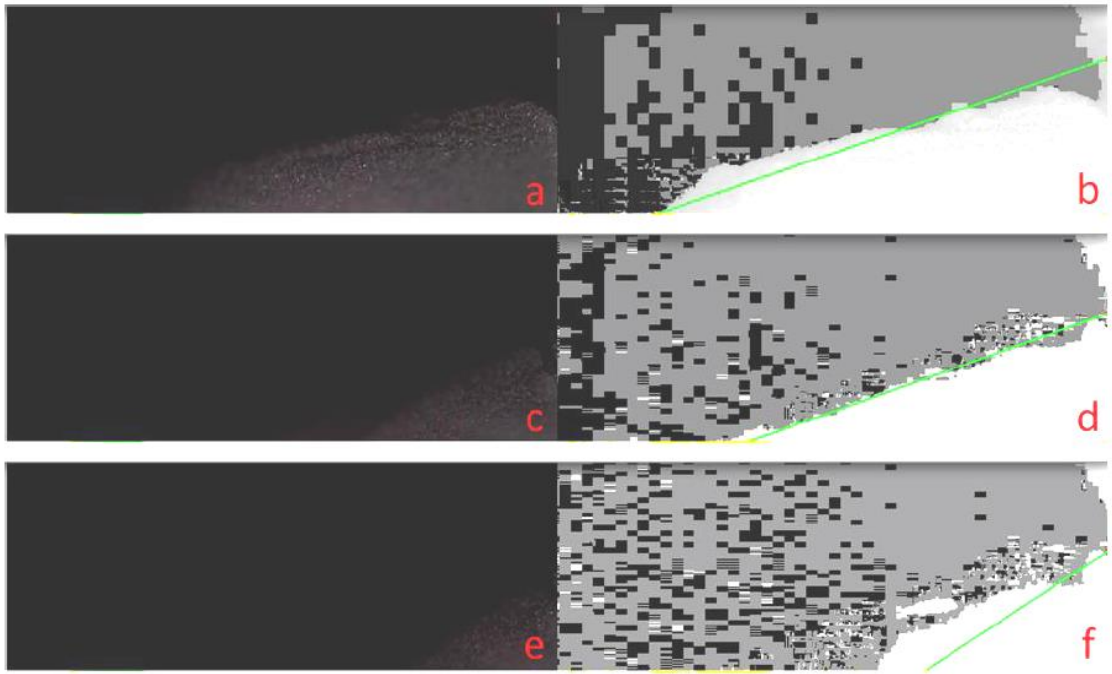
[SNO2018] Understanding powder spreadability in powder bed fusion additive manufacturing

Analyses & Surface
LABORATOIRE ERIC BEUCHER

GROUPE **6NAPSE**

[SNO2018] Mise au point d'un banc + évaluation de quelques critères d'analyse du lit de poudre

1) Evaluation visuelle qualitative
2) Le pourcentage de la surface du plateau recouvert par la poudre
3) Le taux de dépôt de la poudre
4) L'angle d'avalanche moyen de la poudre
5) Le taux de variation de l'angle d'avalanche
6 et 7) La rugosité mesurée par deux moyens différents



Analyses & Surface
LABORATOIRE ERIC BEUCHER

GROUPE **6NAPSE**

[SNO2018] Mise au point d'un banc + évaluation de quelques critères d'analyse du lit de poudre

~~1) Evaluation visuelle qualitative~~

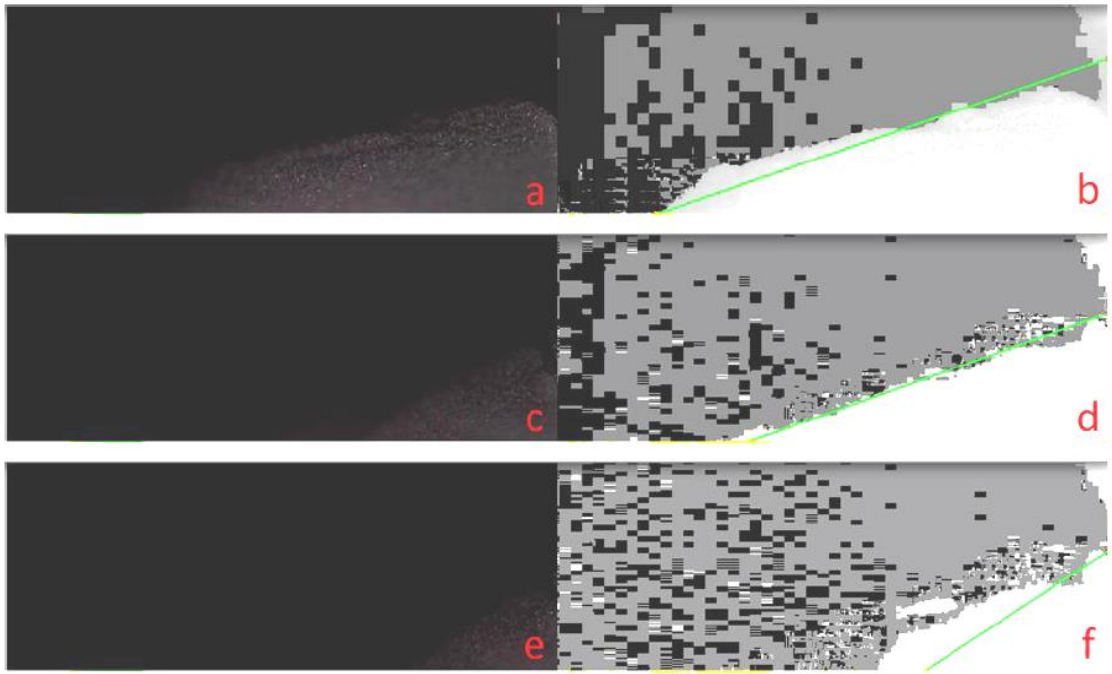
2) Le pourcentage de la surface du plateau recouvert par la poudre

~~3) Le taux de dépôt de la poudre~~

4) L'angle d'avalanche moyen de la poudre

~~5) Le taux de variation de l'angle d'avalanche~~

~~6 et 7) La rugosité mesurée par deux moyens différents~~



Analyses & Surface
LABORATOIRE ERIC BEUCHER

GROUPE **6NAPSE**

Impact de la granulométrie et de la morphologie :

[LIU2011] [SPI2011]

Joue sur la cinétique de frittage (particules sur ou sous fondues), l'état de surface des pièces, la densité du lit de poudre (et donc la densité de la pièce finie).

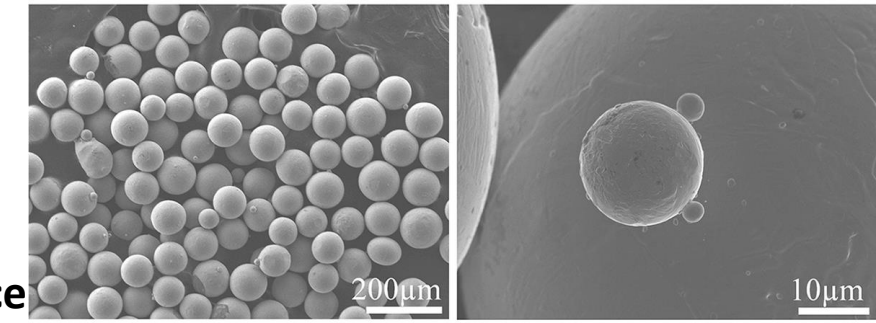
[STR2015] Particules sphériques : moins de friction interne, meilleure coulabilité.

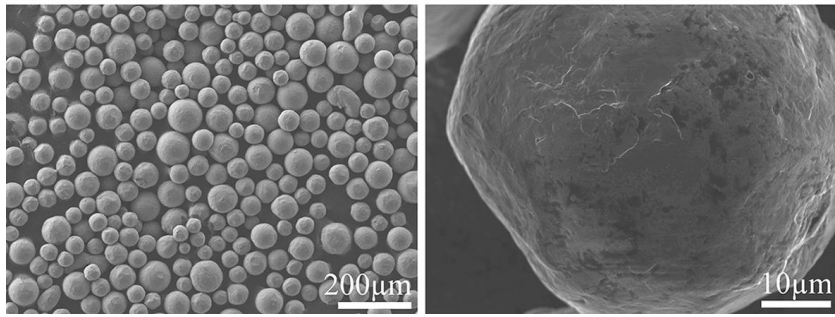
[SUT2016] ➔ le comportement dépend également de la machine de fabrication

Etude de l'impact du recyclage

[TAN2015] TA6V

Modification du taux d'oxygène, source de variation des propriétés mécaniques de la pièce finie
Amélioration de la coulabilité !

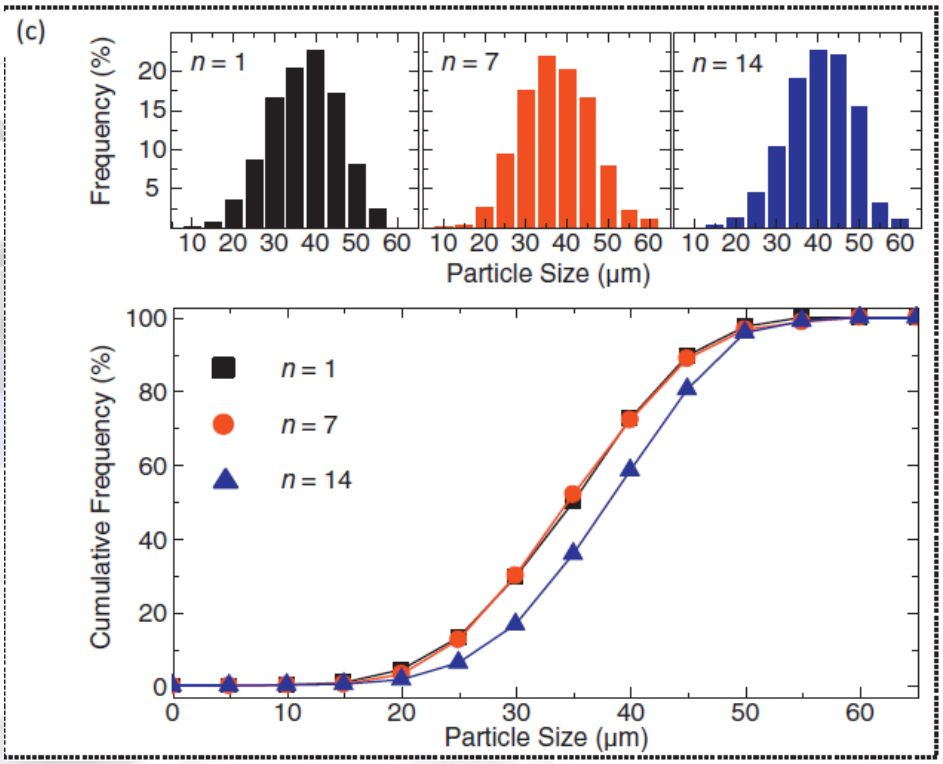


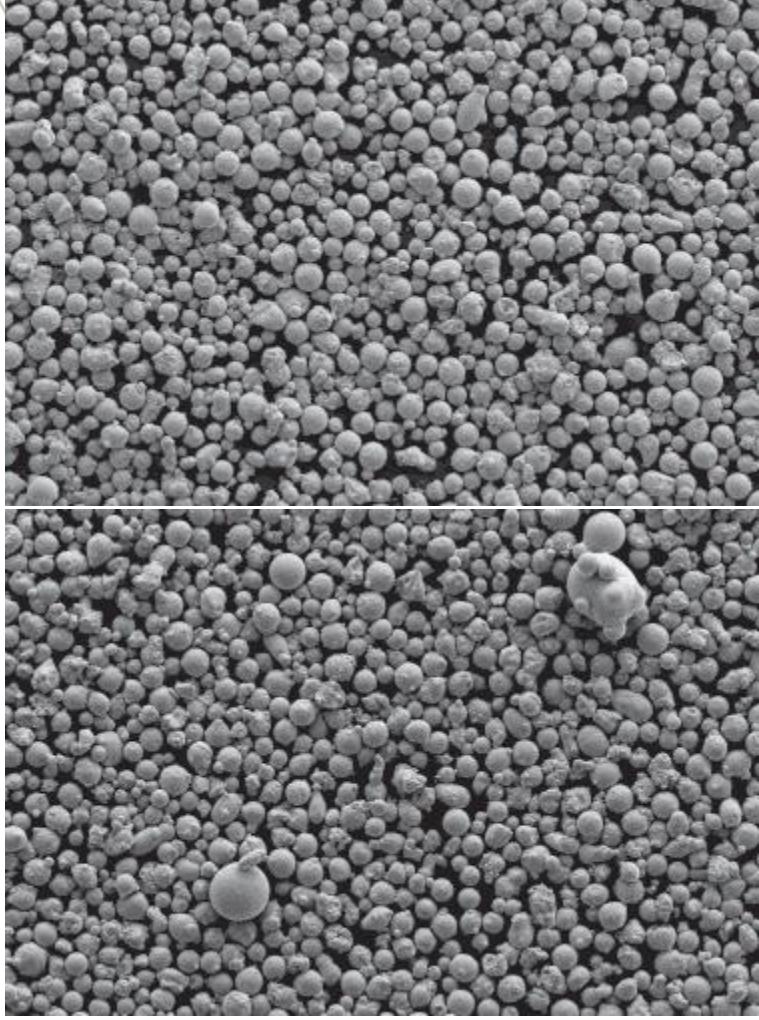


[SPI2011] Influence of the particle size distribution on surface quality and mechanical properties in AM steel parts. Rapid Prototypin
[STR2015] Characterization and Control of Powder Properties for Additive Manufacturing
[SUT2016] POWDERS FOR ADDITIVE MANUFACTURING PROCESSES: CHARACTERIZATION TECHNIQUES AND EFFECTS ON PART PROPERTIES
[LIU2011] INVESTIGATION THE EFFECT OF PARTICLE SIZE DISTRIBUTION ON PROCESSING PARAMETERS OPTIMISATION IN SELECTIVE LASER MELTING PROCESS

Etude de l'impact du recyclage INCO 718

Sur les propriétés de la poudre :





[ARD2014] Agrégation de particules, satellites, modification de la granulométrie

Conclusion : l'impact sur les propriétés mécaniques est visible mais faible

CONCLUSION

Analyses & Surface
LABORATOIRE ERIC BEUCHER

GROUPE **6NAPSE**

[PIP2017]

Le développement de normes et de procédures de mesures et d'essais associés devrait ainsi être approfondi pour simplifier les relations entre le fournisseur et l'utilisateur. »

[AME2018]
« Plusieurs processus de FA impliquent la mise en couche de poudre; cependant, il n'y a pas de normes FA spécifiant comment évaluer quantitativement la capacité d'étalabilité de la poudre »

Recommandation : Il convient **de créer une norme guidant la mesure de l'étalement d'une poudre**. Cette norme peut comprendre une série d'essais décrivant les performances d'étalement d'une poudre.

État d'avancement: **non commencé ou inconnu**

Mise à jour: **Il n'y a pas de méthodes d'essai standard ASTM pour les propriétés d'étalabilité.**

Sources :
[PIP2017] Futur de la fabrication additive, par PIPAME, le pôle interministériel de prospective et d'anticipation des mutations économiques
[AME2018] Standardization Roadmap for Additive Manufacturing

Le projet CLIP-FAM

Les partenaires

Analyses & Surface
LABORATOIRE ERIC BEUCHER

GROUPE **6NAPSE**

NAE Normandie AeroEspace

RÉGION NORMANDIE

arianeGROUP

Analyses & Surface LABORATOIRE ERIC BEUCHER

GPM Groupe de Physique des Matériaux

AUBERT&DUVAL

VOLUM-e 3DComplexProduction

CEVAA

RISMA

NAE Normandie AeroEspace

LMN

ENSI CAEN

UNICAEN

INSA ROUEN NORMANDIE

CNRT Matériaux

RÉGION NORMANDIE

groupe 6NAPSE

Le projet CLIP-FAM

Contexte du projet

GROUPE **6NAPSE**

La **Fabrication Additive Métallique** est identifiée comme une technologique clé de par ses avantages (intégration de fonctions, réalisation des pièces complexes, etc…)

On estime que **le marché croit de 20% chaque année** et il est primordial que la France reste dans la compétition par rapport à cette technologie.

De **nombreux projets** portent sur la Fabrication Additive que ce soit sur :

–La conception, le numérique

–La caractérisation et performance des pièces

–La mise en œuvre de cette technologie et les nouveaux procédés

La **Normandie possède des compétences** fortes autour de la fabrication additive avec un positionnement des acteurs sur plusieurs segments de la chaine de valeur de la FA : Conception du produit, Elaboration matière, Mise en œuvre, Contrôle produit.

Le projet CLIP-FAM

Description du projet et les Objectifs recherchés

Aujourd'hui:

–Caractérisation non représentative du réel (méthode de l'entonnoir…)
–Variabilité des résultats suivant les machines
–Caractérisation de la poudre(morphogranulométrie, MEB)

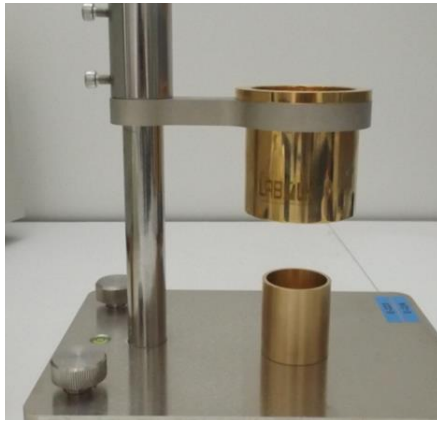
Demain:

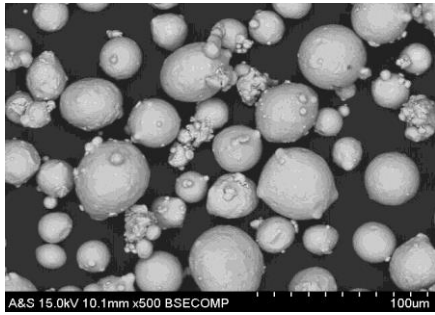
Disposer d'un outil de caractérisation réaliste et simple de la qualification des poudres en fabrication additive métallique afin de :
- Garantir une production optimale (granulométrie, étalabilité, coulabilité…)
- Eviter de réaliser de multiples caractérisations ?
- Mieux appréhender l'impact de la qualité de la poudre sur les pièces ainsi que la variabilité des machines

Normalisation Appui au groupe de travail de normalisation (ISO/TC261/JG71)

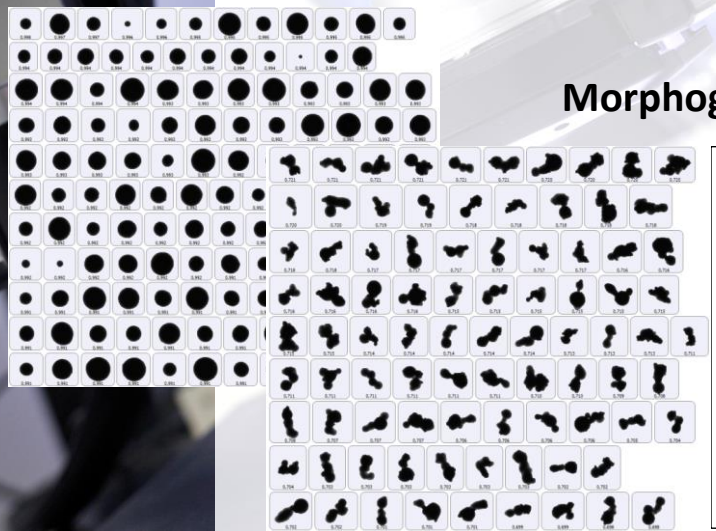
GROUPE **6NAPSE**

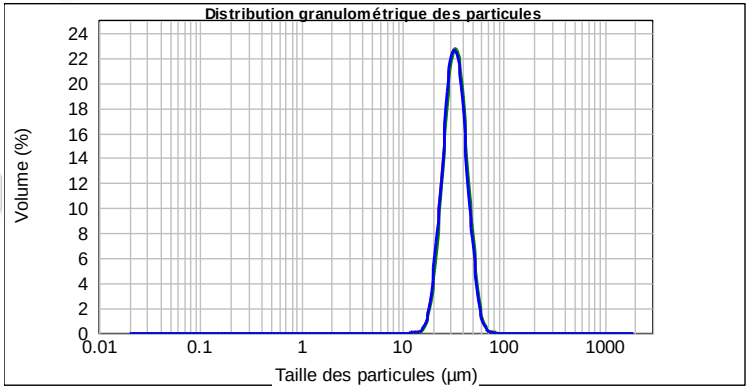
Entonnoir et MEB-EDX





Morphogranulométrie



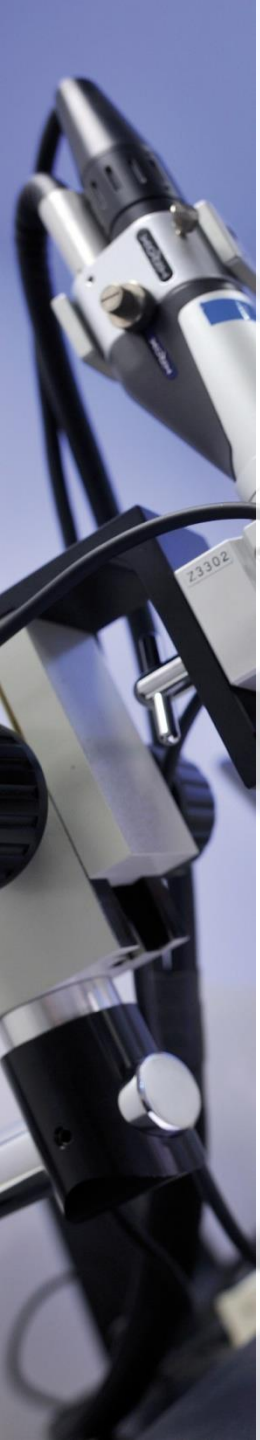


Description du projet et Objectifs recherchés

- ✓ Développer une méthode de caractérisation de « l'étalabilité » des poudres métallique pour la fabrication additive (banc d'essai)
- ✓ Renforcer la modélisation de l'étalabilité afin d'anticiper une production optimale
- ✓ Evaluer l'impact d'une poudre avec une bonne/mauvaise étalabilité sur la pièce produite
- ✓ Appuyer l'émergence d'une norme spécifique sur la poudre (volet étalabilité)

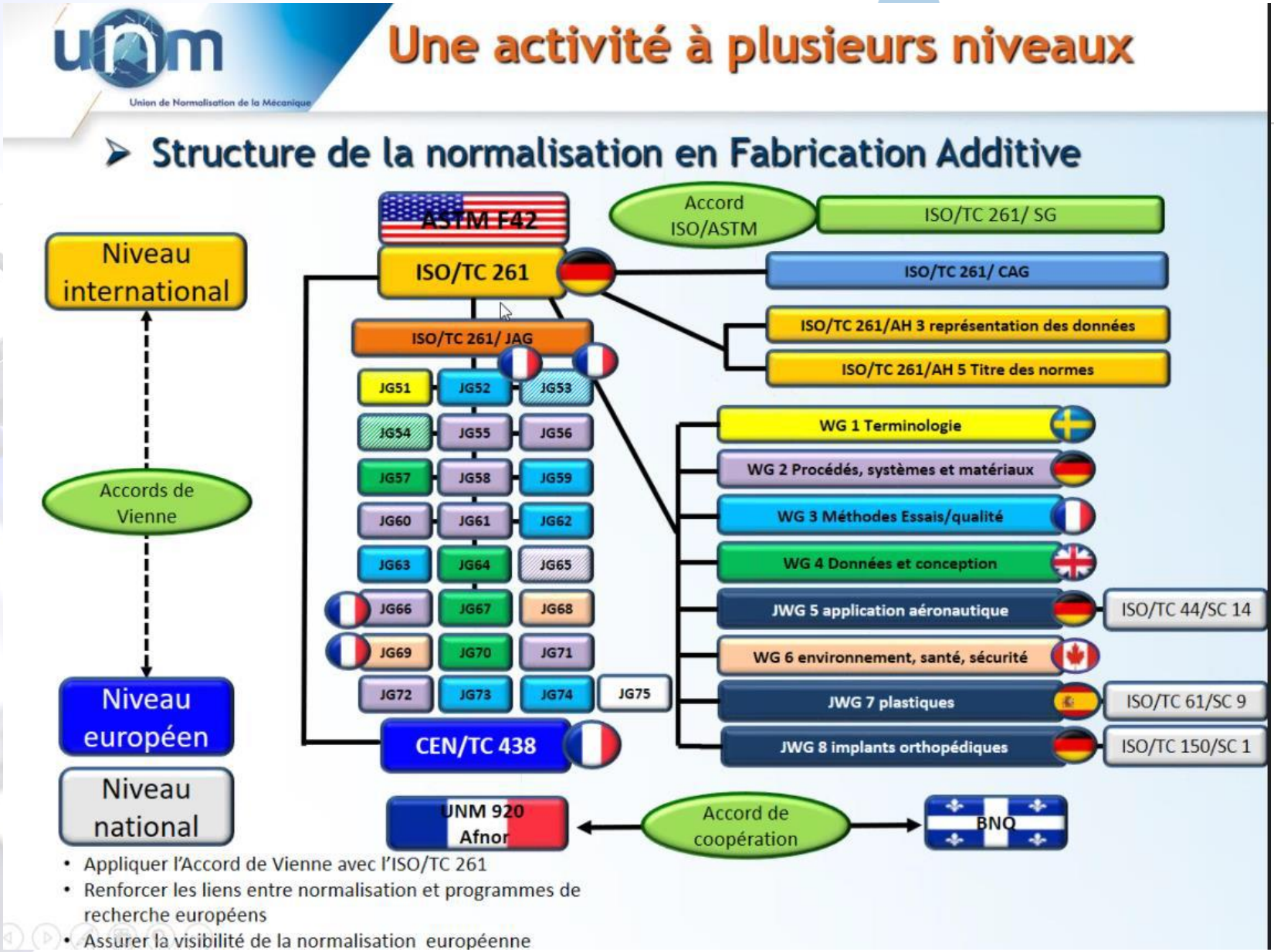
La normalisation en Fabrication additive

GROUPE **6NAPSE**



Normalisation : fondamentaux

ISO TC 261 / ASTM F42 : Dual Standard !



Structure Française : UNM 920

GROUPE **6NAPSE**

Groupes Ad-hoc de réflexion

- Poudre Métalliques
- Définition de pièces Types
- Exigences médicales
- Sécurité
- Appareil sous pression
- Sécurité des données
- Métaux (Aluminium; Titane; Nickel; Inox)

Mode de fonctionnement

- Pour participer votre organisation doit être membre
- Une fois membre vous nommez un ou plusieurs experts
- Les experts peuvent participer à tous les travaux français de leur choix
- Chaque experts peut participer au travaux internationaux: ISO et CEN

NAE Normandie AeroEspace

Analyses & Surface
LABORATOIRE ERIC BEUCHER

GROUPE **6NAPSE**

ISO/TC 261/WG 3 Test method and Quality specification (France)

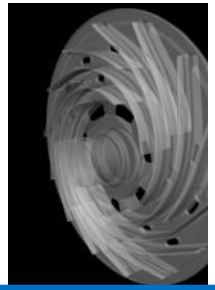
Standardization in the field of tests methods related to AM; including but not limited to:
Characterization of samples *representing AM technologies; Characterization of* ***mechanic properties*** *of samples build with AM (plastic, metallic and ceramic);* ***Round robin tests, Quality requirements*** *for parts made by AM; Characterization and description of geometries for parts build with AM;* ***Test codes for machines*** *in AM.*

ISO/TC 261/JG 52
Standard test artifacts

ISO/TC 261/JG 53
Purchased AM parts

ISO/TC 261/JG 59
NDT for AM parts

ISO/TC 261/JG 62
Round Robin Studies
(ASTM Lead)



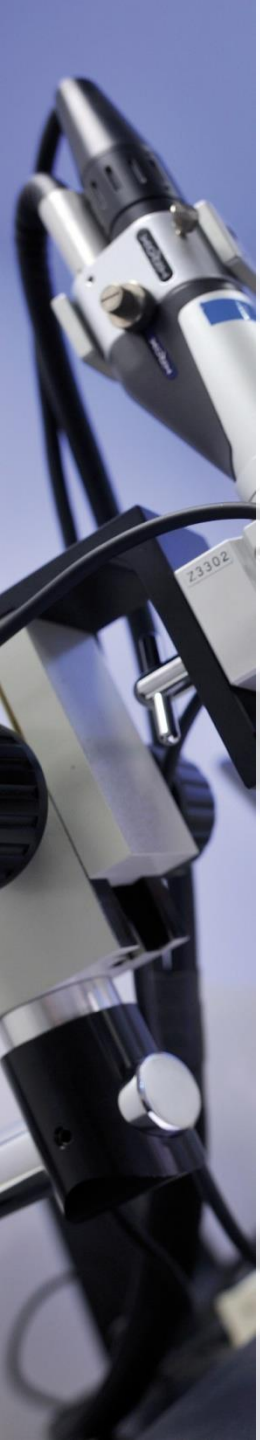
ISO/TC 261/JG63
Powder flow Properties

ISO/TC 261/JG75
Conformity Assesment

ISO/TC 261/JG76 Process Characteristics and performance

DGE DIRECTION GÉNÉRALE DES ENTREPRISES

unm



Caractérisez-vous ou faites-vous caractériser vos poudres ?

- ◯ Oui
- ◯ Non

Si oui, sur/avec quelles techniques analytiques ?

- ☐ Granulométrie laser
- ☐ Morphogranulométrie
- ☐ Tamisage
- ☐ Mesure de coulabilité (cône de Hall/Carney)
- ☐ Mesure de densité (apparente)
- ☐ Densité tapée
- ☐ Mesure de porosité
- ☐ Cisaillement (FT4/Jenike...)
- ☐ Mesure de l'agle de talus/repos
- ☐ Appareil à tambour rotatif
- ☐ Charge électrostatique
- ☐ Autre : _____

QUESTIONNAIRE – Groupe poudre

GROUPE **6NAPSE**

Analyses & Surface
LABORATOIRE ERIC BEUCHER

GROUPE **6NAPSE**

DES QUESTIONS ?

groupe 6NAPSE