

Production de pièces en acier inoxydable au moyen d'une technique de prototypage rapide

Ing. Q. SOYEUR
Ing. J. BENOIT
Ir A-M. CLARINVAL
GRAMME – Liège

L'amélioration d'un procédé de prototypage rapide a permis de produire des pièces en acier inoxydable ayant des caractéristiques à la fois géométriques, mécaniques et métallurgiques proches d'une pièce obtenue par un procédé classique d'usinage. La machine et le procédé ont été adaptés, les cycles thermiques optimisés afin d'obtenir des petites séries de pièces métalliques de haute qualité.

Mots-clefs : prototypage rapide, Optoform, acier inoxydable 316L, déliantage, frittage.

The improvement of a rapid prototyping process has enabled to obtain stainless steel parts with mechanical, geometrical and metallurgic properties really close to a part produced by a traditional machining process. The rapid prototyping machine and process have been adapted and the thermal cycles have been optimized to obtain small series of high-quality metallic parts.

Keywords : rapid prototyping, Optoform, 316L stainless steel, debinding, sintering.

1. Introduction

Le prototypage rapide (RP) connaît actuellement un essor important comme technique de production. Au départ d'un fichier 3D, une pièce est tranchée virtuellement en couche 2D successives, les informations concernant la section de la pièce sont communiquées à une machine de prototypage et la couche est durcie. La pièce 3D est construite ainsi par un empilement successif de couches 2D. Grâce à cette technique, il est possible de fabriquer des pièces complexes présentant des géométries qui ne sont pas usinables ou qui sont impossibles à démouler.

Une des technologies de prototypage rapide qui connaît un développement important est l'Optoform. A l'origine, c'est une technique française puis elle a été achetée en 2001 par 3D Systems. Il existe une dizaine de machines en Europe et aux Etats-Unis. Elle est très flexible et permet un choix de matériaux très variés. Des matériaux métalliques comme l'acier 316L ou le 17-4PH, des céramiques (alumine, carbure de silicium, hydroxyapatite), des matériaux rigides ou souples.

Après fabrication des pièces sur la machine, deux traitements thermiques, le déliantage et le frittage, sont nécessaires afin de conférer à la pièce ses propriétés finales (densité, résistance mécanique, dimensions). Cet article présentera uniquement les développements réalisés sur l'acier inoxydable 316L.

2. Machine Optoform

2.1 Principe de fonctionnement

Le schéma de principe ci-dessous expose le principe de fonctionnement de la machine. Elle se compose d'un plan de travail (9) recouvert d'une pâte (7). La position X et Y du laser (1) est contrôlée par un jeu de miroirs (5-6), le laser durcit la section 2D de la pièce. Après avoir tracé la première couche, le plan de travail descend en Z (10) d'une épaisseur de couche, une dose de pâte est ajoutée (2) devant la racle qui l'étale (3). La seconde section de la pièce est ensuite durcie par le laser. La machine continue son travail couche par couche jusqu'à obtenir un prototype (8) qui correspond au fichier 3D initial.

Etant donné les efforts causés par le passage de la racle, des supports doivent être fabriqués afin de maintenir la pièce sur le plan de travail. L'épaisseur de couche est fonction de la réactivité du matériau par rapport aux UV. Elle dépend également de l'application et de la précision désirée mais elle est toujours comprise entre 35 et 120 μm . Actuellement, la taille maximale pour un prototype en acier est de 140 * 140 * 50 mm, et le temps de travail est d'environ 20 cm^3 par heure.

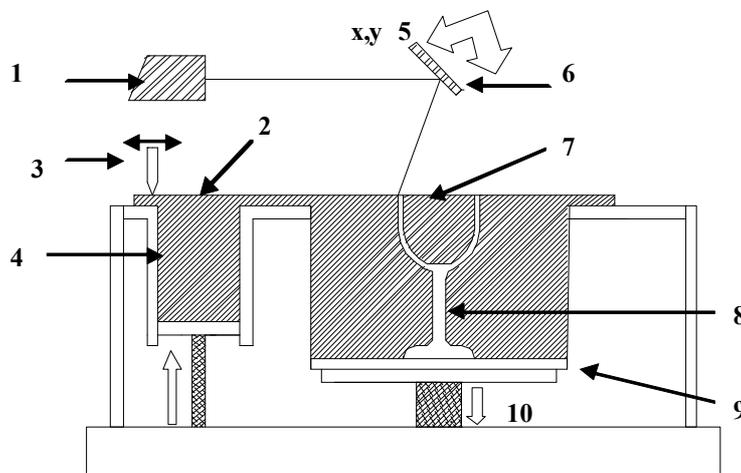


Figure 1: Schéma de principe.

1: Laser UV, 2: Appoint de pâte, 3: Racleur, 4: Réservoir de pâte, 5: Rotation XY, 6: Miroirs galvanométriques, 7: Pâte photosensible, 8: Pièce polymérisée, 9: Plan de travail, 10: Axe Z

2.2 Matériau utilisé

Le matériau développé pour cette recherche est un mélange de plusieurs composants. Une résine photosensible, de la poudre métallique (316L) qui représente environ 56 % en volume et un photo-initiateur. Des additifs sont également introduits, notamment des agents rhéologiques, des additifs thixotropes et un agent de mouillage.

La pâte doit présenter plusieurs caractéristiques rhéologiques et thixotropiques pour être exploitée sur la machine Optoform. Tout d'abord, sa consistance doit être équivalente à de la pâte dentifrice. Ainsi, elle ne s'écoulera pas sous l'effet de la gravité. De plus, sa viscosité et son écoulement ont été adaptés pour ne pas devoir utiliser une cuve lors de la

construction de la pièce. Le mélange réalisé est stable dans le temps et aucune sédimentation n'a été observée. Enfin, pour avoir une pâte facilement exploitable, la charge métallique ajoutée ne doit pas absorber la lumière UV pour ne pas former une barrière au rayon laser lors de la polymérisation de la couche.

2.3 Nettoyage



Figure 2 : Nettoyage d'une pièce complexe

Après la fabrication, une étape de nettoyage est indispensable afin d'ôter le surplus de pâte présent. Le temps de nettoyage est relativement long surtout si les pièces présentent une complexité géométrique importante et particulièrement des cavités (fig. 2). Plusieurs solutions ont été testées afin d'améliorer le nettoyage. Il est ressorti que la solution la plus adaptée et la plus rapide consistait à plonger les pièces dans un bain de solvant soumis à des ultra-sons. Actuellement, de l'isopropanol est utilisé. A l'avenir, il sera préférable d'en trouver un moins volatil et donc moins dangereux pour l'homme mais qui soit malgré tout efficace pour le nettoyage des pièces..

3. Traitements thermiques

Après fabrication et nettoyage, les pièces sont dites « vertes » car elles se composent de poudres métalliques (acier inox 316L) mais aussi de 44 % en volume de résine. Elles vont donc subir deux cycles thermiques afin d'obtenir des propriétés mécaniques proches de pièces en acier 316L réalisées par des procédés classiques d'usinage.

3.1 Déliantage

L'étape d'évacuation du liant est une étape critique du process. En effet, il s'agit d'éliminer la résine présente dans les pièces vertes sans créer de contraintes qui en modifieraient la géométrie. Il faut également éviter les dépôts de suies et de liants sur les pièces ainsi que la formation de carbure.

Un cycle spécifique pour les pièces Optoform a été élaboré. Afin d'optimiser ce cycle, une analyse thermogravimétrique (TGA) du liant a été réalisée pour connaître les températures de dégradation (fig.3). La TGA a été réalisée sous He. Le graphe de la TGA montre une perte de masse de résine de 86 % en poids de résine à 465 °C (voir ci-dessous).

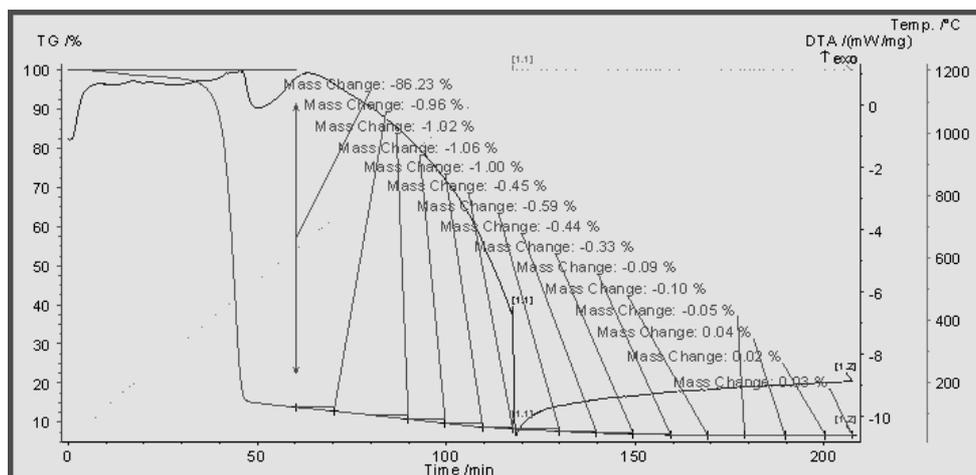


Figure 3 : Analyse TGA du liant.

Le carbone résiduel contenu dans la pièce (environ 2 %) est éliminé au début du cycle de frittage sous hydrogène. Les pièces finales présentent

alors une teneur résiduelle en carbone total de 0,03 % correspondant à la norme des alliages 316L.

Grâce à cette analyse TGA, différents essais à différentes températures (repris dans le tableau ci-dessous) ont été menés. Ils montrent que la perte de masse d'une pièce est de 12,75 % après un palier d'une heure à 465 °C. Si les échantillons sont ensuite portés à plus haute température, la perte de masse n'est pas plus importante (fig.4). Cette constatation montre qu'il est inutile de chauffer jusqu'à 1030 °C. Le reste de résine contenu dans les pièces est évacué lors du cycle de frittage.

	Perte de poids totale Déliantage	Perte de poids totale frittage
Cycle jusque 465°C	12,65%	1,88%
Cycle palier 465°C	12,75%	1,86%
Cycle à 1030°C	12,75%	1,87%

Figure 4 : Perte en masse lors du déliantage.

Toutefois, même si la perte de masse n'évolue plus entre 465 °C et 1030 °C, la température finale du déliantage est portée à 900 °C afin de consolider la pièce et de la transporter jusqu'au four de frittage. Cette consolidation s'appelle le « pré-frittage ».

Pour les aciers inoxydables et avec les résines utilisées, la littérature préconise une atmosphère d'hydrogène lors du déliantage. Dans le cadre de ce projet, des essais ont été réalisés sous argon et sous hydrogène afin de voir l'influence de l'atmosphère du four. Les résultats sont similaires lors du déliantage mais après l'étape de frittage, les pièces déliantées sous argon présentent une densité moins importante et des déformations plus marquées. Il est donc indispensable d'utiliser de l'hydrogène pendant le déliantage.

En réalité, un phénomène assez particulier intervient lors du déliantage sous argon. Celui-ci est resté emprisonné dans les pores de la pièce et provoque des zones où la pression est plus élevée. Dans ces zones naissent des contraintes internes lors du frittage ce qui empêche une densification complète et provoque des déformations. Le phénomène n'apparaît pas avec

l'hydrogène puisqu'il peut diffuser aux travers des pores et ne reste pas emprisonné.

3.2 Frittage

Le frittage est une étape de densification qui permet d'éliminer les porosités après le déliantage pour améliorer les propriétés mécaniques des pièces.

Une série de tests a eu lieu afin d'optimiser le cycle de frittage. L'influence de plusieurs paramètres a été mise en évidence. La pente de montée et de descente en température, la durée et la température du palier, ainsi que le positionnement des pièces dans le four ont été optimisés afin d'obtenir des propriétés intéressantes. Par ailleurs, lors du frittage, les pièces subissent un retrait considérable de l'ordre de 20 %. Ce retrait entraîne des déformations que l'optimisation du cycle de frittage permet de minimiser.

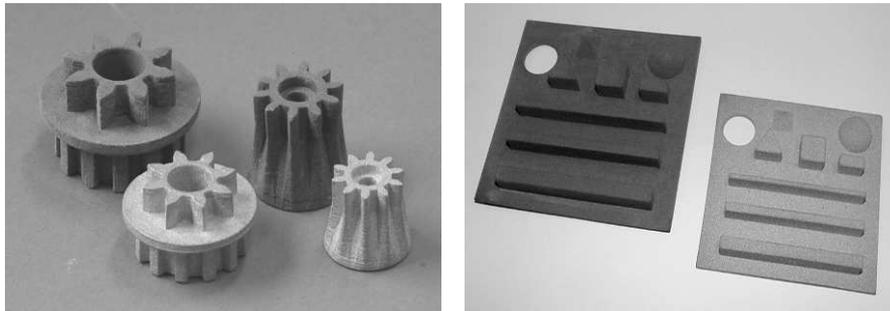


Figure 5 : Vues des pièces avant et après frittage.

A côté des paramètres influençant la densification, d'autres expériences ont été menées pour étudier la possibilité de densifier des pièces ayant une surface inférieure de forme quelconque tout en minimisant les déformations. Pour y parvenir, des essais sur un lit de billes en céramique ont été menés. Malheureusement, cette céramique contenait de la silice qui pollue les pièces. La pollution par la silice abaisse la température de phase liquide et entraîne une fusion partielle de la pièce (la partie en contact avec l'alumine).

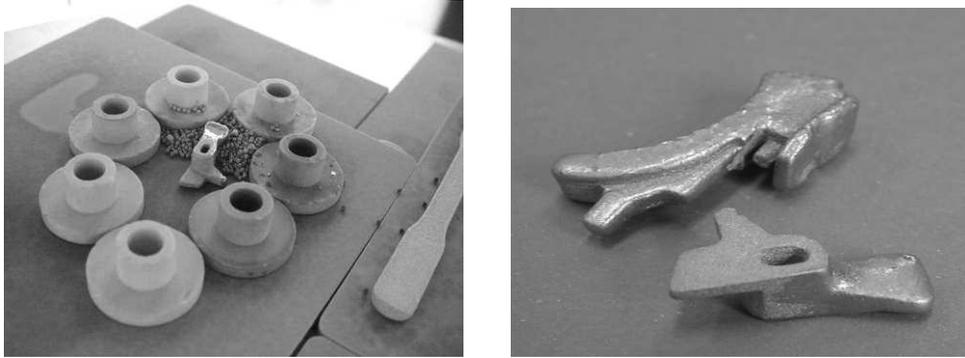


Figure 6 : pièces frittées sur un lit d'alumine contaminées par la silice.

D'autres essais ont été réalisés avec des billes d'alumine pure afin d'éviter toute pollution due à la présence de silice. Malheureusement les essais n'ont pas été concluants. Les pièces frittées ne présentent plus de zones de fusion partielle mais elles sont déformées. Etant donné qu'elles sont soumises à des températures extrêmes, elles subissent les effets de la gravitation ce qui déforme les parties non supportées de la pièce.



Figure 7 : pièces frittées sur un lit d'alumine déformées après frittage.

4. Propriétés mécaniques

Au fur et à mesure de la réalisation des cycles thermiques, les propriétés mécaniques de chacun des batchs produits ont été étudiées. Ainsi, il a été possible de caractériser les pièces finales.

4.1 Essais de traction

Les essais de traction ont montré que la température de frittage influençait fortement la résistance mécanique. En effet pour des échantillons ayant subi le même cycle de déliantage mais frittés à des températures différentes, une augmentation significative des propriétés en fonction de la température de frittage est observée.

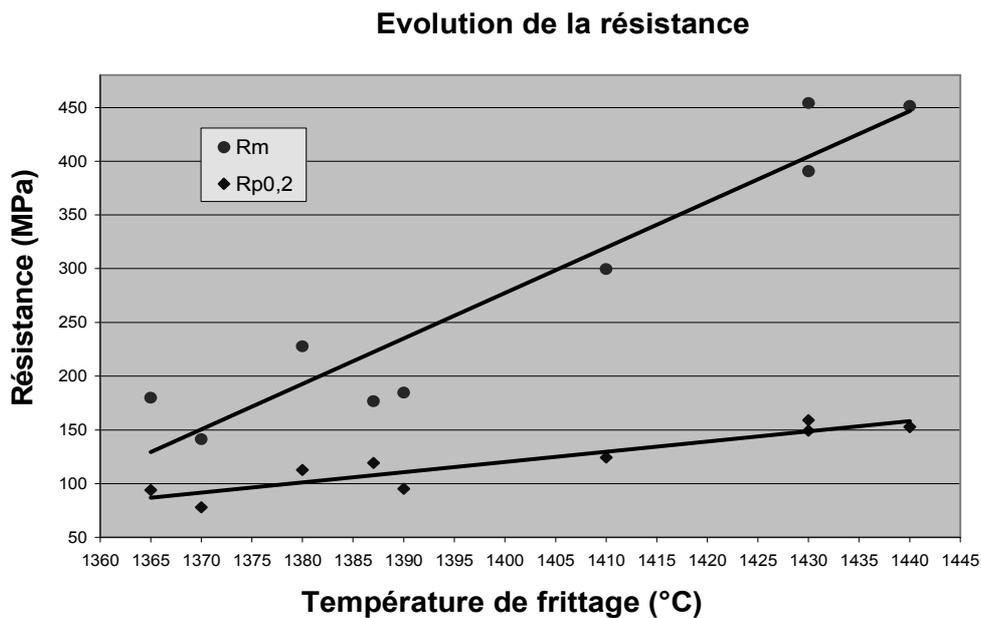


Figure 8 : Influence de la température de frittage sur la résistance.

Afin de parfaire les connaissances du process, des tests de résistance à la traction ont été réalisés sur des éprouvettes construites selon l'axe X de la machine Optoform. Les résultats sont très satisfaisants puisqu'il apparaît, en comparant les valeurs pour chaque lot de la figure 9, que les valeurs de résistance et d'allongement à la rupture sont quasi identiques quelque soit le sens de fabrication.

	E MPa	$R_{p0,2}$ MPa	R_m MPa	A %
LOT 1 en Y	137056	155	406	38,20
LOT 1 en X	141739	157	401	35,60
LOT 2 en Y	108688	138	332	27,00
LOT 2 en X	118238	139	307	25,80
LOT 3 en Y	135528	152	397	34,00
LOT 3 en X	142428	159	394	32,5

Figure 9 : Comparaison des propriétés de traction en X et en Y

Ces résultats impliquent donc que le sens de fabrication dans le plan XY n'influence pas les propriétés mécaniques des pièces. Suivant l'axe Z qui est celui des épaisseurs de couches les propriétés mécaniques sont moins élevées puisque la cohésion des grains est moins importante dans cet axe. Typiquement en prototypage rapide elles sont réduites de 20 %. Aucun essai n'a été fait pour les échantillons en 316L mais les ordres de grandeur devraient rester identiques.

Au fur et à mesure de l'avancement du projet, les caractéristiques mécaniques ont fortement évolué. En réalité, le process est à présent beaucoup mieux maîtrisé. Les paramètres influençant les propriétés mécaniques sont mieux connus. A l'heure actuelle, elles sont presque identiques aux valeurs fournies par la norme pour un acier inox 316L. Le tableau ci-dessous montre cette évolution.

	Norme	Objectifs	1	2	3	4	5
E (MPa)	190	152	84	173	137	135	180
$R_{p0,2}$ (MPa)	170	136	102	290	155	152	174
R_m (Mpa)	480	384	220	408	406	398	487
A (%)	40	32	20	6	38	34	37
Densité (%)	Max.	96	80	96	88	93	96

Figure 10 : Evolution des propriétés mécaniques.

Il est important de constater dans le tableau de la figure 10 que les essais 2 donnent de bonnes valeurs de résistances mais l'allongement est trop faible. Cela s'explique par un taux de carbone trop élevé du à la formation de carbure. Avec un allongement réduit à 6 %, les pièces produites ne présentent pas la caractéristique principale du 316L c'est-à-dire une grande ductilité. Par la suite, d'autres essais ont donc été menés (essais 3 4 et 5) afin d'obtenir des propriétés plus proches de celles du 316L usiné.

4.2 Densité

Lors du lancement du projet, les premières pièces présentaient un taux de porosité très important. La densité apparente des pièces était très faible, de l'ordre de 6,3 g/cm³ soit 79 %. En adaptant les cycles thermiques, la qualité des pièces s'est améliorée et le taux de porosité ouverte s'est nettement réduit. Il est passé de 21 % à 1 %, augmentant ainsi de manière significative la densité apparente puisqu'elle est passée de 6,3 à 7,85 g/cm³. Le taux de porosité fermée était également très faible (fig.11).

	oct-06	oct-07	nov-07	sep-08
Densité apparente (g/cm ³)	6,3	6,63	7,05	7,85
Porosité ouverte (%)	20,9	1,77	2,05	0,71
Porosité fermée (%)	0,1	14,87	8,95	0,47
Densité (%)	78,75	84,35	90,31	98,5

Figure 11 : Evolution de la densité finale

4.3 Rugosité

La rugosité Ra des pièces issues du process a été mesurée. Un rugosimètre Perthen et une pièce test sont utilisés pour la mesure. Dans le plan de référence XY, la rugosité a été mesurée à des hauteurs différentes et à des endroits différents. La rugosité y est inférieure à 8 µm. Sur la surface inférieure où les supports sont fabriqués, le Ra est de 10 µm. Cependant étant donné la présence ponctuelle de supports, l'état de surface est légèrement détérioré.

Sur les surfaces verticales (suivant l'axe Z de la machine Optoform) le Ra est de $12\ \mu\text{m}$. Il faut également souligner que les surfaces usinées présentent un Ra nettement amélioré puisqu'il est de $1,5\ \mu\text{m}$.

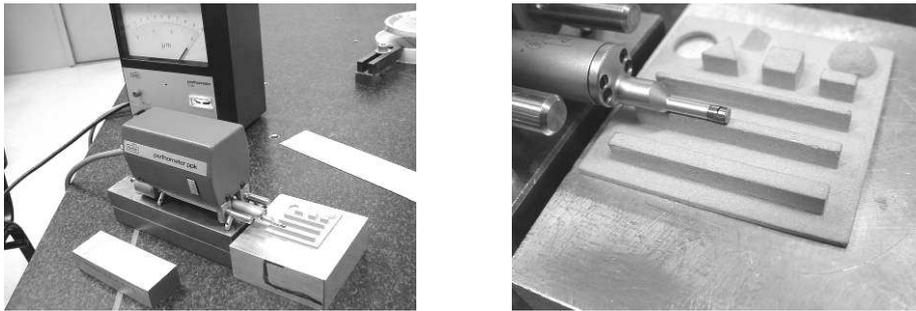


Figure 12 : Mesure de rugosité

5. Conclusion

Grâce aux différents essais réalisés pour fabriquer des pièces en acier inoxydable 316L, le procédé Optoform est maintenant bien maîtrisé. Celui-ci offre la possibilité de produire des pièces vertes, c'est-à-dire mélangeant résine et poudre, ayant une géométrie complexe et des applications variées.

L'ensemble des expériences menées dans les traitements thermiques (déliantage et frittage) a permis d'acquérir un know-how très important dans ces domaines très particuliers où les informations théoriques sont rares et difficiles à trouver. Cette expérience permet maintenant d'obtenir grâce à un procédé de prototypage rapide des pièces en acier inoxydable présentant des propriétés mécaniques très proches de celles des pièces usinées.

Grâce à cette recherche, les phénomènes de déliantage sont maîtrisés et optimisés. Le cycle de frittage dont la température finale est proche de la phase liquide a été optimisé.

Actuellement, le frittage de pièces complexes présentant une surface plane est bien maîtrisé, mais il subsiste encore une difficulté majeure. La possibilité de fritter des pièces présentant des porte-à-faux. Les pièces sont encore trop déformées par rapport aux fichiers 3D initiaux. Des mesures ont été faites pour comparer une pièce frittée au fichier 3D initial et elles

révèlent que la précision de la pièce finale est de 0,5 mm par rapport à la cote nominale. La précision est donc le point critique du procédé. Pour parvenir à l'industrialiser, il faut à tout prix parvenir à des précisions de l'ordre de 0,1 mm.

Un autre point fort qui a pu être tiré de la recherche est l'expérience acquise sur un nouveau procédé de prototypage rapide. D'autant plus que le procédé Optoform présente le grand avantage d'être flexible. En effet, même si l'objet de ce travail portait sur l'acier inoxydable 316L, il est possible grâce à la même machine de produire des pièces dans d'autres nuances d'aciers ou même en céramique (carbure de silicium, alumine, etc.). L'expérience acquise est d'ailleurs appliquée pour d'autres projets de recherches régionaux et européens.

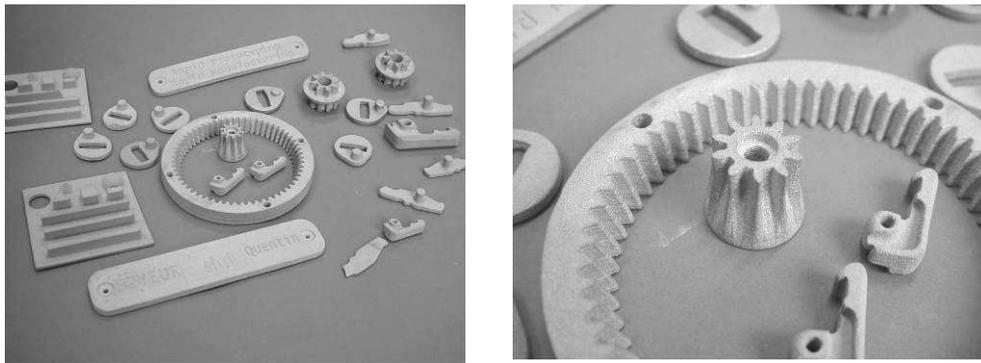


Figure 13 : Pièces frittées en 316L produites par Optoform.

6. Références bibliographiques

ALLANIC, A.L., SCHAEFFER, P., Patent : FR2790418-A1, “*Procédé de Prototypage permettant l’utilisation de matériau pâteux*”.

CLARINVAL, A.M., CARRUS, R., SOYEUR, Q., *Development of Stainless steel Material for Optoform process*, Powder Metal Conference, 2007.

CLARINVAL, A.M., CARRUS, R., DORMAL, T., Patent : EP1434089, “*Photo-polymerisable paste composition*”.

GERMAN, RANDALL, *Sintering and practice*, USA, Wiley-Interscience, 1996

VANEETVELD, G., CLARINVAL, A.M., DORMAL, T., NOBEN, J.C., LECOMTE-BECKERS, J., *Optimization of the formulation and post-treatment of stainless steel for rapid manufacturing*, Journal of Materials Processing Technology, Volume 196, Issues 1-3, 21 January 2008, Pages 160-164.

Industries et Technologies, juin 2004, n°859 – 64-66.

7. Remerciements

Les auteurs tiennent à remercier la région wallonne et la DG06, pour leur soutien matériel et financier, permettant la réalisation de ce projet d'une durée de 3 ans.

L’interface Adisif-Entreprises a apporté ses conseils administratifs et a servi d’interface avec la DG06 afin de faciliter les démarches administratives.

Enfin, la société Metal Inject, partenaire industriel du projet, a également apporté son expérience du tissu industriel et de la problématique du déliantage et du frittage.