



HAL
open science

Procédés d'insertion de dopants dans poudre industrielle INCO718 = ODS (Oxide Dispersion Strengthened,) pour fabrication LPBF (SLM) pour des applications nucléaires

Cécile Blanc, Pascal Aubry, Jerome Varlet, Fernando Lomello, Hicham Maskrot

► To cite this version:

Cécile Blanc, Pascal Aubry, Jerome Varlet, Fernando Lomello, Hicham Maskrot. Procédés d'insertion de dopants dans poudre industrielle INCO718 = ODS (Oxide Dispersion Strengthened,) pour fabrication LPBF (SLM) pour des applications nucléaires. *Materiaux 2022 - Conférence internationale matériaux*, Oct 2022, Lille, France. cea-03968524

HAL Id: cea-03968524

<https://cea.hal.science/cea-03968524>

Submitted on 1 Feb 2023

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Procédés d'insertion de dopants dans poudre industrielle INCO718 =ODS (Oxide Dispersion Strengthened,)

pour fabrication LPBF (SLM) pour des applications nucléaires

DE LA RECHERCHE À L'INDUSTRIE

C. Blanc, P. Aubry, J. Varlet, F. Lomello, H. Maskrot,

25 oct 2022

¹Des – Service d'Etudes Analytiques et de Réactivité des Surfaces (SEARS), CEA, Université Paris-Saclay, F-91191, Gif-sur-Yvette, France

Cécile BLANC

2010

2030

2050

2070

Generation III
(EPR, APWR...)

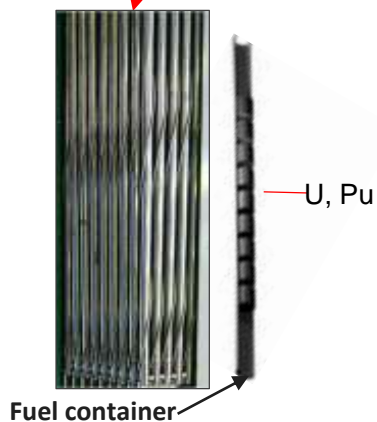
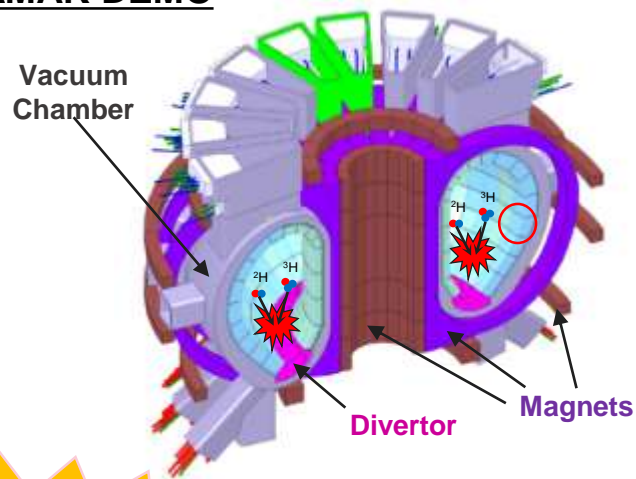
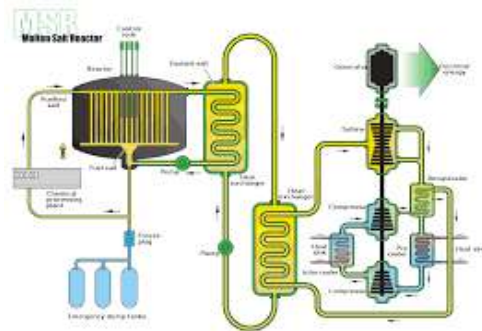
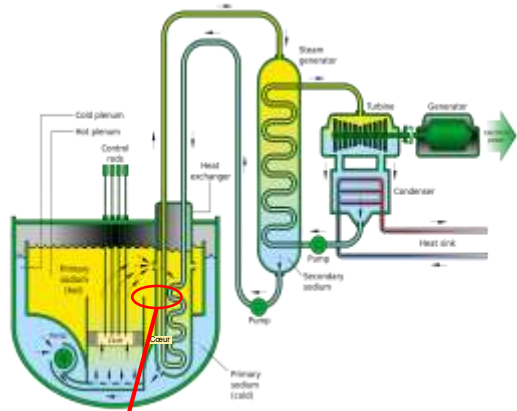
Generation IV
(SFR, MSR, VHTR...)

Thermonuclear Fusion

Sodium Fast Reactor

Molten Salt Reactor

TOKAMAK DEMO



GEN IV constraints :

- ▶ **Radiations** : 120 - 200 DPA*
 - Swelling
- ▶ **Thermal** : 400 - 650 °C
- ▶ **Mechanical** : up to 100 Mpa
- ▶ **Corrosion (MSR)**

GEN II & III materials:

- **Radiation** : ~ tens of DPA
- **Thermal** : ~ 400 °C

Fe ODS

- Experienced alloys

Ni ODS

Pour des performances accrues

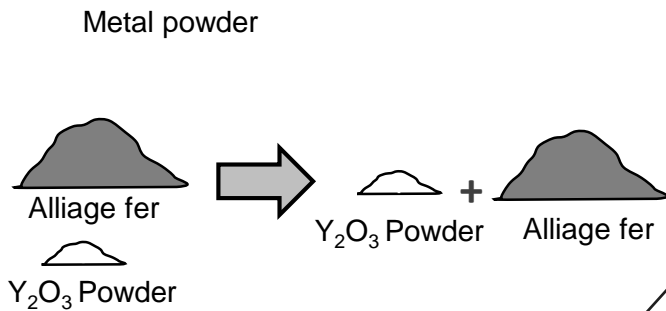
- en température
- en corrosion conditions (Chlorides MSR)

First Wall constraints:

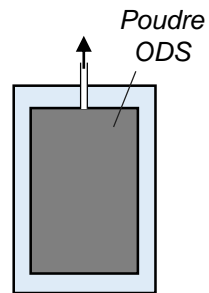
- ▶ **Radiation** : 150 - 200 DPA*
 - Swelling
 - He embrittlement from (Fe, Ni...) transmutation
- ▶ **Thermal** : 400 - 700 °C
- ▶ **Mechanical** : < 100 MPa

* DPA : Displacement Per Atom

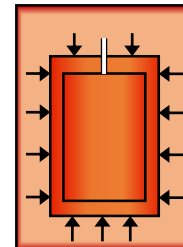
Atomisation de la poudre

Mecanosynthèse
Procédé haute énergie

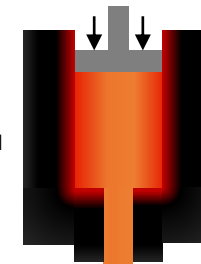
Encapsulation

Pressage isostatique à chaud
(~ 1150°C)

Ebauche

HIP
(Compaction Isostatique à Chaud)

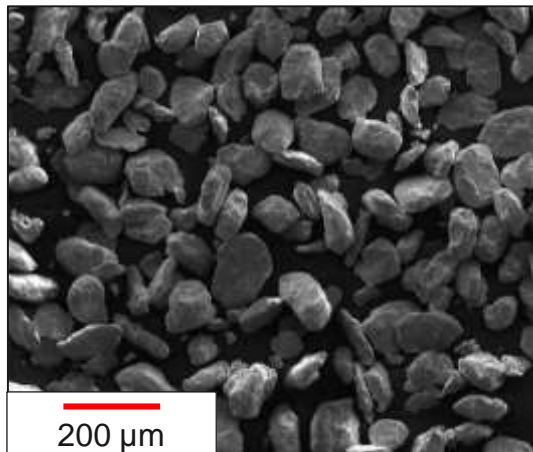
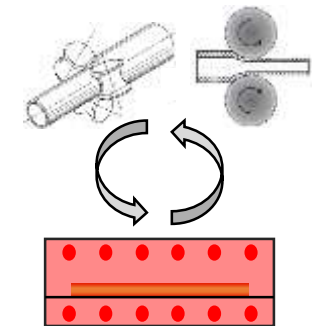
Hot spinning



Usinage

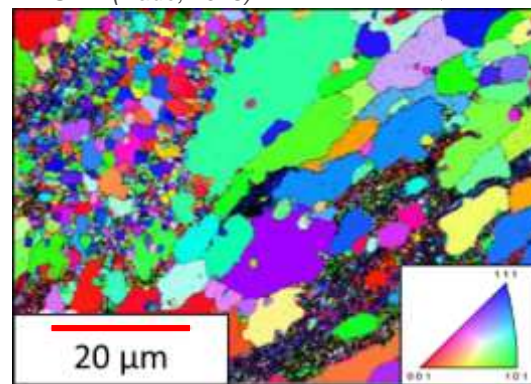
Traitements thermiques

Forming



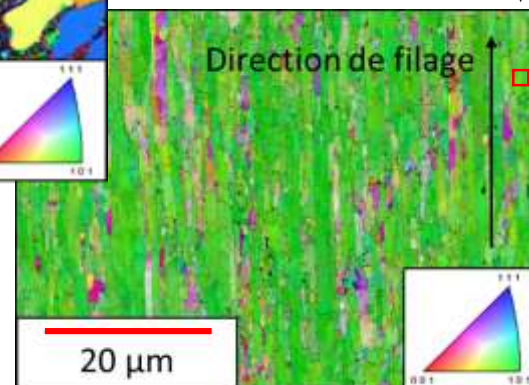
- ▶ Particle size : D50 ~ 90 µm
- ▶ Y, Ti, O in solid solution

EBSD – (Dade, 2015)



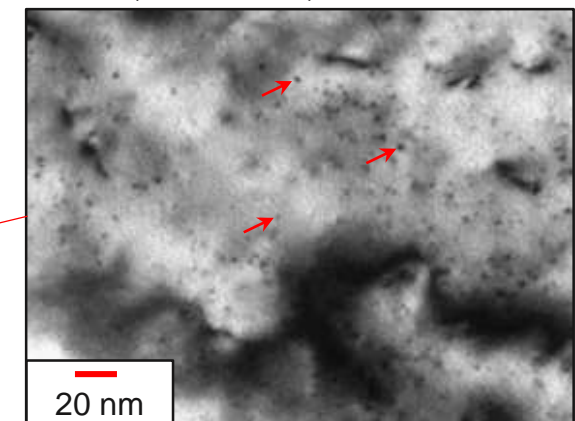
- ▶ Bimodale distribution
 - Ultra small grains < 1 µm
 - Coarser grains ~ 10 µm

- ▶ Colmular grains
 - Length : 2 - 10 µm
 - Width : ~ 1 µm



EBSD – (Harry, 2017)

TEM – (Ribis & al, 2013)



- ▶ Nano-precipitation
 - Pyrochlore Y₂Ti₂O₇ or Y_xTi_yO_z
 - Diameter : 2 - 5 nm
 - Density : 10²³ - 10²⁴ m⁻³
 - Stable up to 1300 °C

Limites du processus de fabrication conventionnel :

- Processus complexe avec de multiples étapes
- Limites/difficultés de formage (ex. : tubes hexagonaux en ODS ferritique)
- Limites de la géométrie

la fabrication additive par laser pour les ODS à base fer ou base nickel ? →

LPBF
Fusion laser par lit de poudre

Considérations industrielles

- ▶ Géométrie complexe en ~ 1 étape
- ▶ Réparer / remplacer des pièces
- ▶ Coût, délais, poids
- ▶ Nouvelles conceptions (intégration fonctionnelle)

For Nuclear Industry

Grille de support de combustible du tube hexagonal dans SFR
(CEA-LISL)



Grille pour réacteur à eau bouillante BWR
(Oak Ridge National Laboratory)

Autres domainesSport

Absorbeur de chocs

Automotive

Moule à pneus

Aeronautics

Injecteur de carburant

Par l'ajout de nano-précipités

- retardement de la recristallisation
- structure de grain équiaxes ultrafins uniformément répartis

- ❑ Amélioration des propriétés mécaniques : traction, fluage, rupture sous contrainte
- ❑ Augmenter la tenue en corrosion en température

un matériau sélectionné dans la bibliographie

- ❑ INCO718 (poudre) + ajout de nano précipités de Y_2O_3 0,6%w(oxyde de Y_2O_3 très stable)
- ❑ 3 procédés d'insertion de Y_2O_3 dans poudre INCO 718
- ❑ Un procédé de fabrication : fusion laser sur lit de poudre (LPBF/SLM) : large fenêtre de paramètres procédé , vitesse de refroidissement très élevée,...
- ❑ Fabrication d'échantillons : INCO718+ Y_2O_3 0,6% par fabrication lit de poudre

- Fabrication + traitement de remise en solution(entre 1050°-1150°C)+ **traitements de revenu à 720°C+ 620°C** → formation de précipités nanométriques durcissants

Tableau 14 – Composition chimique de l'Inconel 718, données constructeurs [9]

Inconel 718	Pourcentage massique (%)	
	min	max
Fe	Le reste	
Ni	50	55
Cr	17	21
Nb	4,75	5,5
Mo	2,8	3,3
Ti	0,65	1,15
Al	0,6	0,8
Co		1
Cu		0,3
C		0,08
Si		0,35
Mn		0,35
P		0,015
S		0,015
B		0,006

Type de phases	Formule chimique	Structure cristallographique	Localisation
γ	Ni(Fe, Cr,)	Cubique face centrée	Matrice
γ'	Ni ₃ (Al, Ti)	Cubique Simple	Aléatoire dans la matrice
γ''	Ni ₃ Nb	Quadratique centrée	Joints de grains
Laves	(Cr, Fe, Ni) ₂ (Si, Ti, Nb, Mo)	Hexagonale	Espaces interdendritiques
Carbures	(Ti, Nb, Cr) C	Cubique simple	Matrice et espaces interdendritiques
δ	Ni ₃ Nb	Orthorhombique	Joints de grains

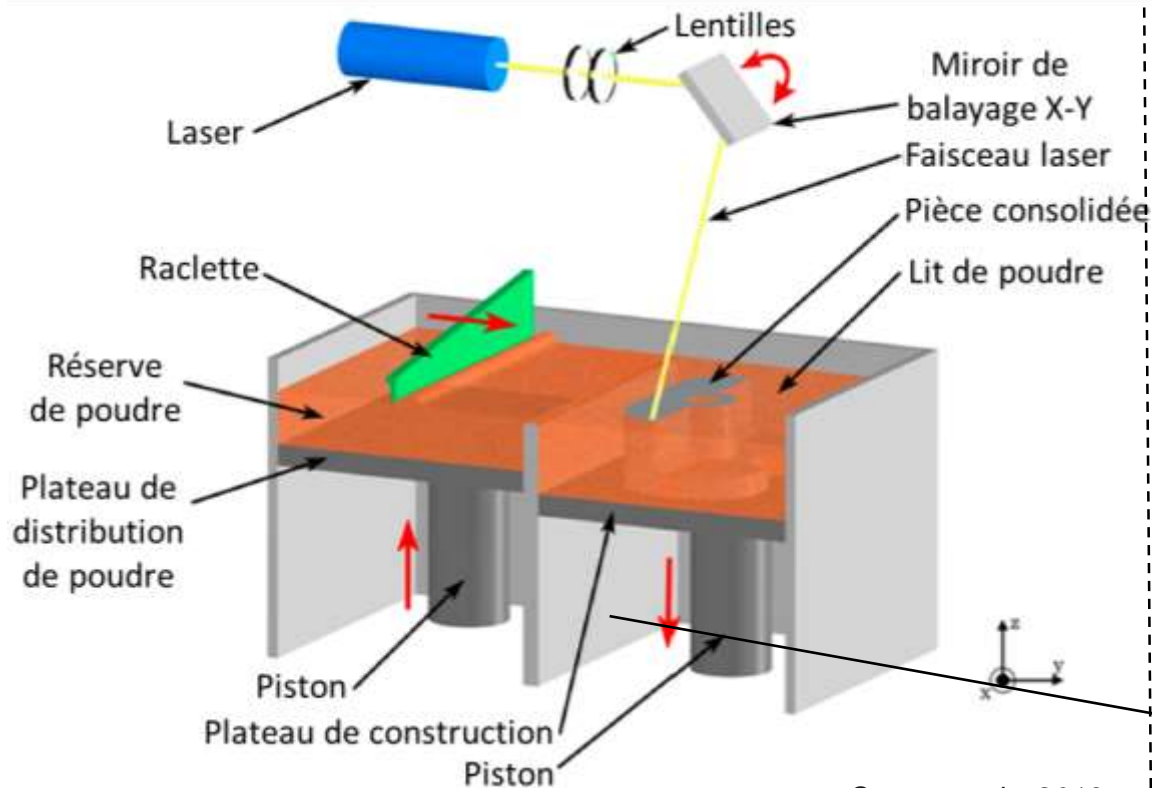
Les teneurs importantes en niobium, molybdène, aluminium et titane donnent à l'alliage INCONEL718 une robustesse extrêmement élevée, une excellente résistance à la rupture par fluage et une bonne résistance à la corrosion

Utilisation : aéronautique, nucléaire (réacteur 3^e et 4^e générations), aérospatial

Procédé LPBF (Fusion laser par lit de poudre) : grande fenêtre de paramètres de procédé, taux de refroidissement élevés,

SELECTIVE LASER MELTING (SLM/LPBF)

CEA – LISL
Machine TRUMPF
TruPrint 1000



Sames et al – 2016

AVANTAGES

- ▶ Meilleure précision (FA)
- ▶ Géométries complexes

CONTRAINTES

- ▶ Taille de la chambre
- ▶ Vitesse de construction faible

PARAMETRES PROCEDE

Paramètres de la poudre

- Forme
- Taille : **15 – 50 μm**
- ...

Paramètres laser

- Puissance P_{laser} (W)
- Vitesse de balayage V_{laser} (mm/s)
- Diamètre faisceau : 55 μm

Paramètres de la chambre

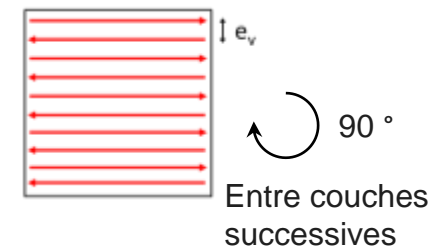
- Atm. neutre (gaz, % O_2) : Ar
- Substrat

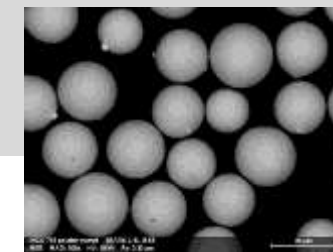
Paramètres CAO

- Ecart vecteur e_v (μm)(hatching)
- Epaisseur de couche ΔZ (μm)
- Stratégie de « lasage »



- Laser Power : 600 to 2000W;
- Deposition speed : 400-1000mm/mn;
- Powder flow : 5-40g/mn





Plateau 1 SLM 46<Energie vol< 194

PARAMETRES LASER

ENERGIE LINEIQUE

MICRO-DURETE

AVANT TTH

APRES TTHs

6.

PARAMETRES LASER (Energie volumiques plus faibles)
ENERGIE LINEIQUE

0,13

7.

P : 100 W, V= 1200 mm/s, H.D. : 60 microns,

0,08

8.

P : 90 W, V= 500 mm/s, H.D. : 60 microns

0,18

9.

P : 70 W, V= 500 mm/s, H.D. : 60 microns

0,14

10

P : 60 W, V= 700 mm/s, H.D. : 60!microns

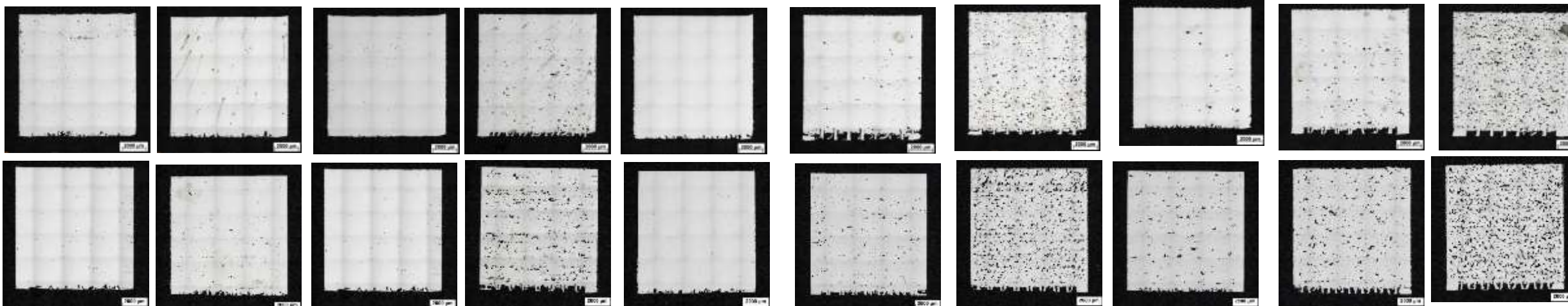
0,09

1. P : 140 W, V= 500 mm/s, H.D. : 60 microns,
2. P : 140 W, V= 900 mm/s, H.D. : 60microns,
3. P : 175 W, V= 500 mm/s, H.D. : 60 microns ,
4. P : 140 W, V= 500 mm/s, H.D. : 60 microns,
5. P : 175 W, V= 600 mm/s, H.D. : 60 microns,

3,5J:mm
1,75
3
1,5
1,66

316HV
305HV
315HV
320HV
322HV

507HV
514HV
514HV
516HV
514HV

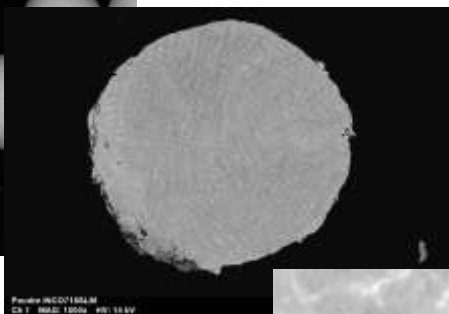
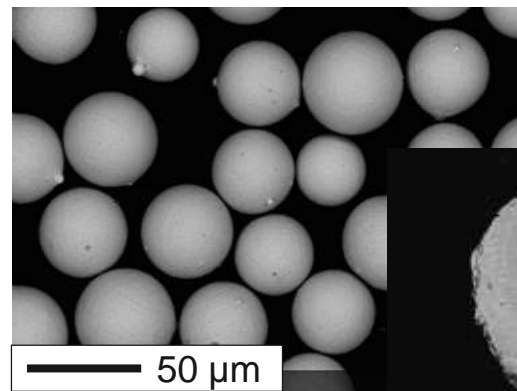
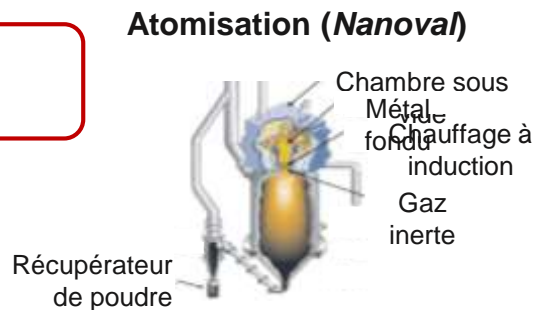


épaisseur de couche : 30µm
temporisation entre 2 couches : 40sec
support sous échantillons

Densité volumique J/mm-3	Densité relative % Pdr SLM
156	98,88
86	99,27
194	99,26
56	97,15
162	99,16
69	97,47
46	95,30
100	98,58
78	96,97
48	92,36

Poudre INCO 718

Sphéricité : 1
homogène $40\mu m$
Coulabilité : $31,8^\circ$
Peu de porosité

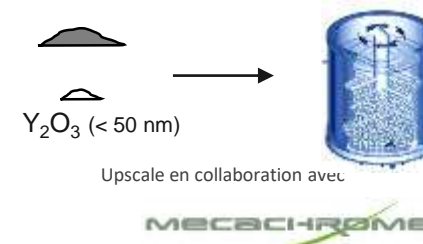
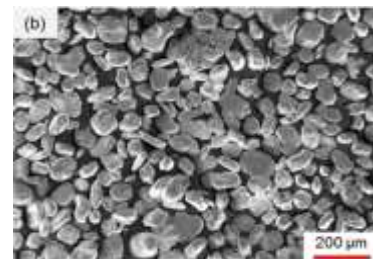


D50
 $\sim 35 \mu m$

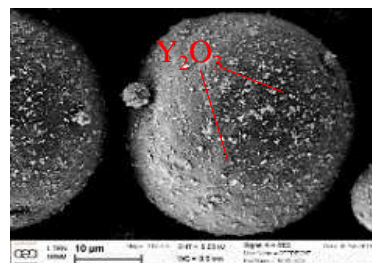
Phase de Laves
Riche en Nb et Mo

Poudre ODS
nano-composite

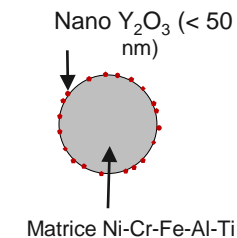
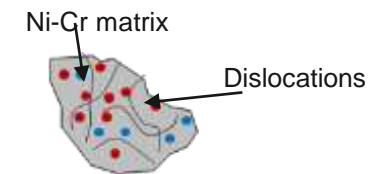
Mechano-synthèse (voie ODS)



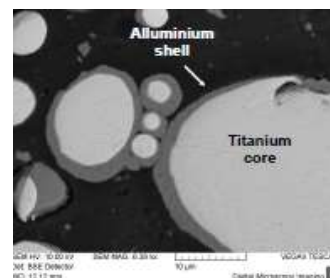
Turbula , Greffage statique



Mélange turbula (CEA)



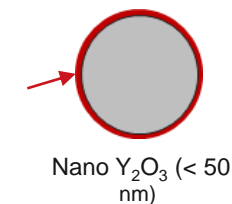
Dépôt PVD



Cible : Y_2O_3



DEPHIS
LES REVÊTEMENTS DU FUTUR



Le procédé d'insertion

obtenir une taille de grain de poudre après insertion compatible avec le procédé LPBF $< 60\mu m$ car épaisseur de la couche de poudre déposée $< 50-60\mu m$

Mécanosynthèse

augmentation importante de la taille des grains

Poudre de morphologie non sphérique, taille $140\mu m$, forte hétérogénéité
Yttrium réparti dans le volume du grain / $0,3\%Y_2O_3$

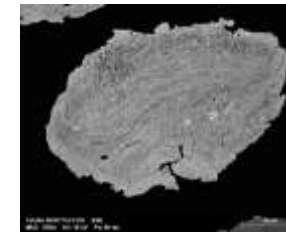
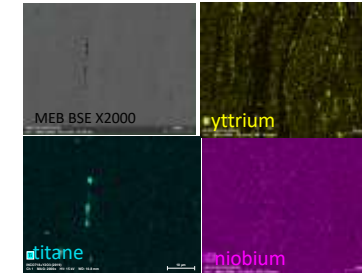


Image MEB un grain de poudre
IN718 1 X1300



Image MEB coupe de grain de poudre
IN718 2 +Y2O3 X1000



Carto X coupe de grain de poudre
INZ18 SLM.+Y2O3 X2000

Turbula

conservation de la dimension des grains de poudre
perte de la quantité de Y_2O_3 inséré
répartition de l' Y_2O_3 hétérogène, en périphérie des grains

Poudre de morphologie sphérique, la taille des grains de poudre est conservée
Yttrium réparti en surface des grains / $0,3\%Y_2O_3$

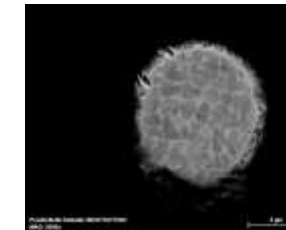


Image MEB coupe de grain de poudre
INCO718 1 +Y2O3 par turbulat X5000

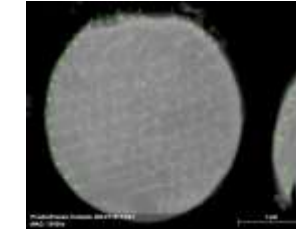


Image MEB coupe de grain de poudre
IN718 2 +Y2O3 X5000

PVD

conservation de la dimension des grains de poudre de la taille
perte importante de la quantité de Y_2O_3 inséré, sauf pour dépôt de durée 30 mn
répartition de l' Y_2O_3 hétérogène, en périphérie des grains

Poudre de morphologie sphérique, la taille des grains de poudre est conservée
Yttrium réparti en surface des grains, teneur en yttrium faible $< 0,4\%$ masse
(fonction des temps PVD)

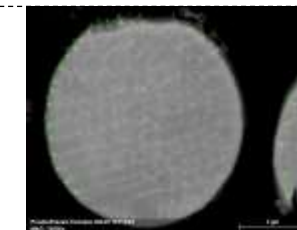


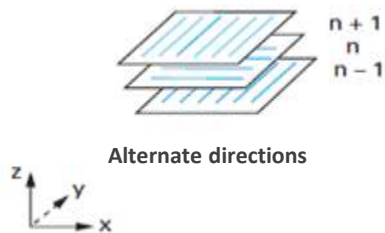
Image MEB coupe de grain de poudre
INCO718 1+Y2O3 X5000

Recherche paramétrique LPBF (trumpf Truprint1000)

Laser spot size : 55µm
 Laser Power P_{laser} : 200W max
 Travel speed V_{laser}
 Powder granulometry : ~20-40µm
 Argon gas protection
 Layer thickness : 30µm

Fabrication de petits échantillons

Hatching distance: e_v
 Scanning direction



E_v : Densité d'énergie volumique ($J.m^{-3}$)

$$E_v = \frac{P}{V \cdot H \cdot e_c}$$

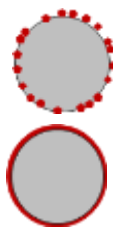
P : Puissance (W)

V : Vitesse de déplacement ($m.s^{-1}$)

H : Hatching distance (m)

e_c : Epaisseur de couche

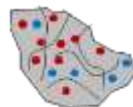
1- Paramètres procédé pour **une poudre sphérique**



1. Première fenêtre de paramètres procédé à partir des résultats INCO718 (seul) ~ **paramètres connus pour ODS base fer**

n°	P (W)	V (mm/s)	HD (mm)	Ec (mm)	Volumic Energy E_v ($J.mm^{-3}$)	Lineic Energy E_l ($J.mm^{-1}$)
1	140	500	0,06	0,03	156	0,28
2	140	900	0,06	0,03	86	0,16
3	175	500	0,06	0,03	194	0,35
4	140	500	0,1	0,03	93	0,28
5	175	600	0,06	0,03	162	0,29

2- Paramètres procédé pour **poudre non sphérique (mécanosynthèse)**



1. Première fenêtre de paramètres procédé à partir **de paramètres connus pour ODS base fer, poudre mécanosynthèse** Il faut plus d'énergie volumique pour faire fondre les grains plus grossiers

n°	P (W)	V (mm/s)	HD (mm)	Ec (mm)	Volumic Energy E_v ($J.mm^{-3}$)	Lineic Energy E_l ($J.mm^{-1}$)
1	175	50	0,195	0,05	598	3,5
2	175	100	0,195	0,05	299	1,75
3	150	50	0,195	0,05	513	3
4	150	100	0,195	0,05	256	1,5
5	175	100	0,1	0,05	583	1,75

P : Power (W)

V : Travel speed ($m.s^{-1}$)

H : Hatching distance (m)

e_c : Layer thickness

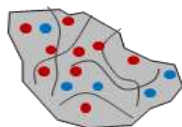
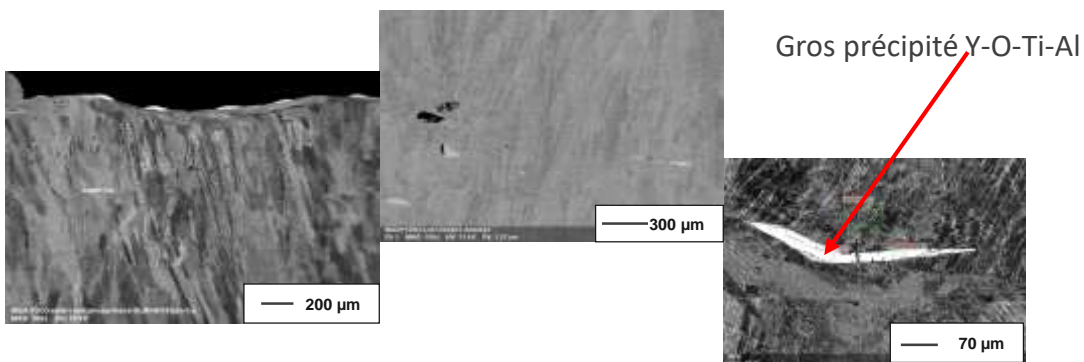
Poudre mécanosynthèse

- Bonne densité du matériau obtenue
- Fusion complète de la poudre
- Présence de précipités nanométriques d'Yttrium
- Teneur $\ll 0,6\%$ masse
- Distribution hétérogène

EDX : %Y < 0,3%w (Y₂O₃ incorporé : 0,6%w)

Images SEM : précipités nanométriques

Et quelques défauts : grands précipités Y₂O₃ /lentilles en surface



1. P : 175 W, V= 100 mm/s, H.D. : 195 µm, **303-495 HV**



2. P : 150 W, V= 50 mm/s, H.D. : 195 µm, **309-492 HV**



3. P : 150 W, V= 100 mm/s, H.D. : 195 µm, **307-498 HV**



4. P : 175 W, V= 150 mm/s, H.D. : 100 µm, **307-499 HV**



5. P : 175 W, V= 150 mm/s, H.D. : 100 µm, **295-495 HV**



Platform with
10mmX10mm
samples



Bains de fusion INCO718
Paramétrie 1



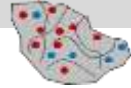
Bains de fusion INCO718+Y₂O₃



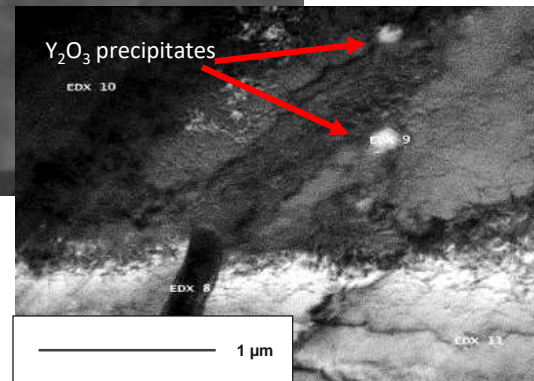
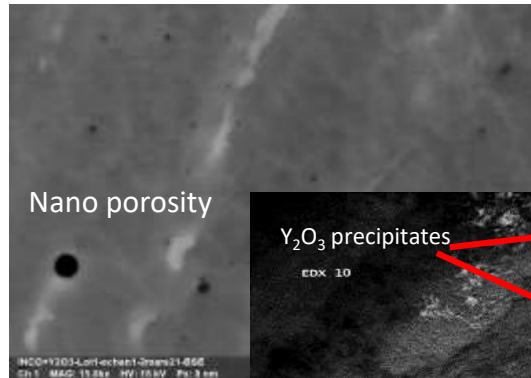
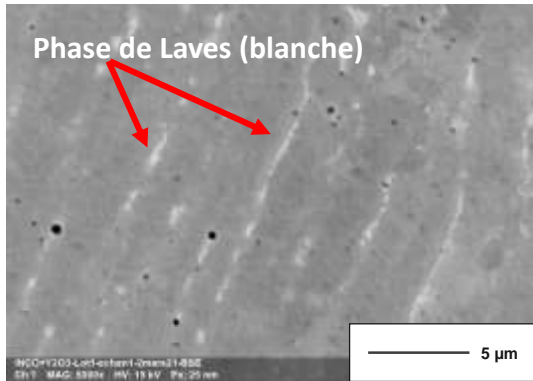
Bains de fusion INCO718
Paramétrie 4



Bains de fusion INCO718+Y₂O₃

Mechanosynthesis powder

Avant traitements thermiques

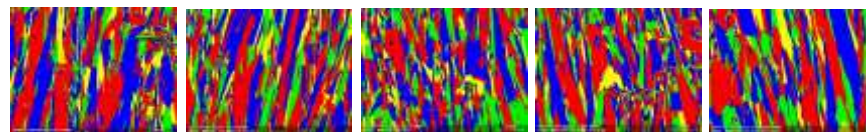


Dureté avant HT : 295 à 309 HV
Dureté après HT : 492 à 499HV

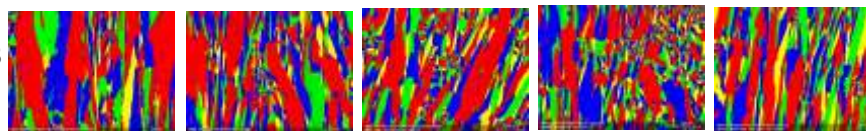
Images MEB EBSD



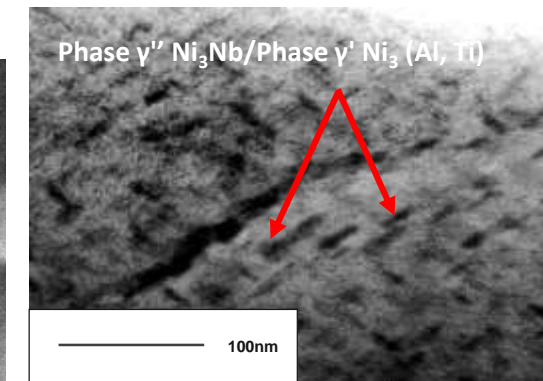
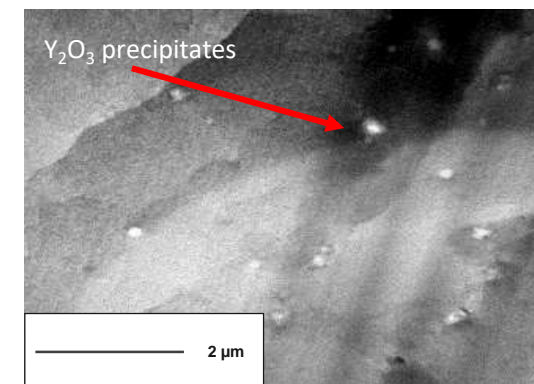
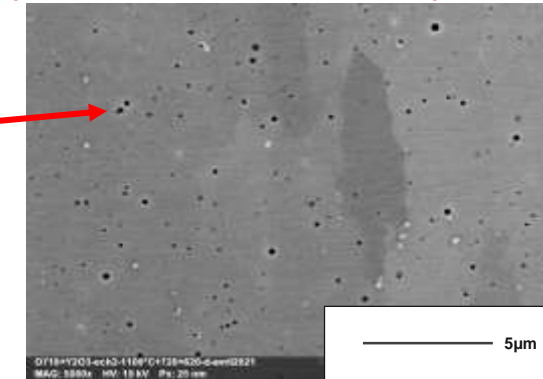
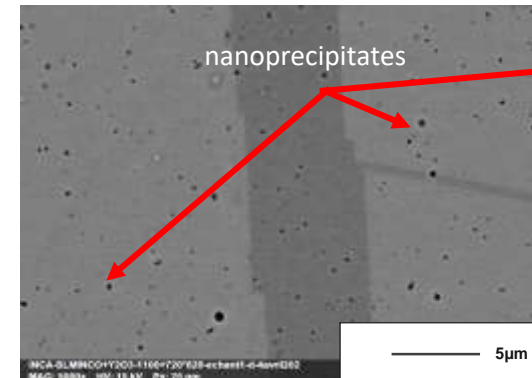
Avant traitements thermiques



Après traitements thermiques



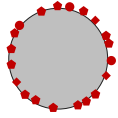
Après traitements thermiques (1100°C + 720°C + 620°C)



SEM : Y,O,Ti précipités nano Y-O et Y, O, Ti

EBSD : grains colonnaires

pas d'évolution très importante de la microstructure après traitements thermiques

poudre TurbulaHD : 195 μ m0,30% wt. Y_2O_3

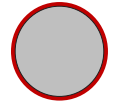
316-495 HV

305-514 HV

315-514 HV

321-516 HV

322-514 HV

2000 μ mHD : 60 μ m0,30% wt. Y_2O_3 Image optique bains de fusion
INCO718Image optique bains de fusion
INCO718 + Y2O3HD : 60 μ mPoudre PVDPVD 30mn: 0,48% wt. Y_2O_3

324HV

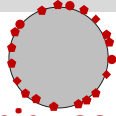
320HV

327HV

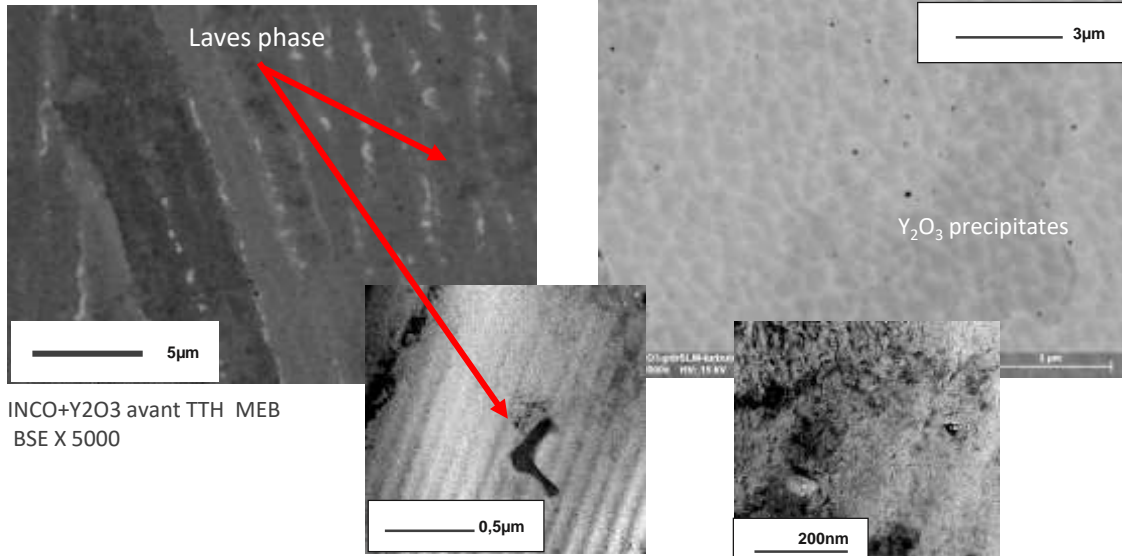
323HV

320HV

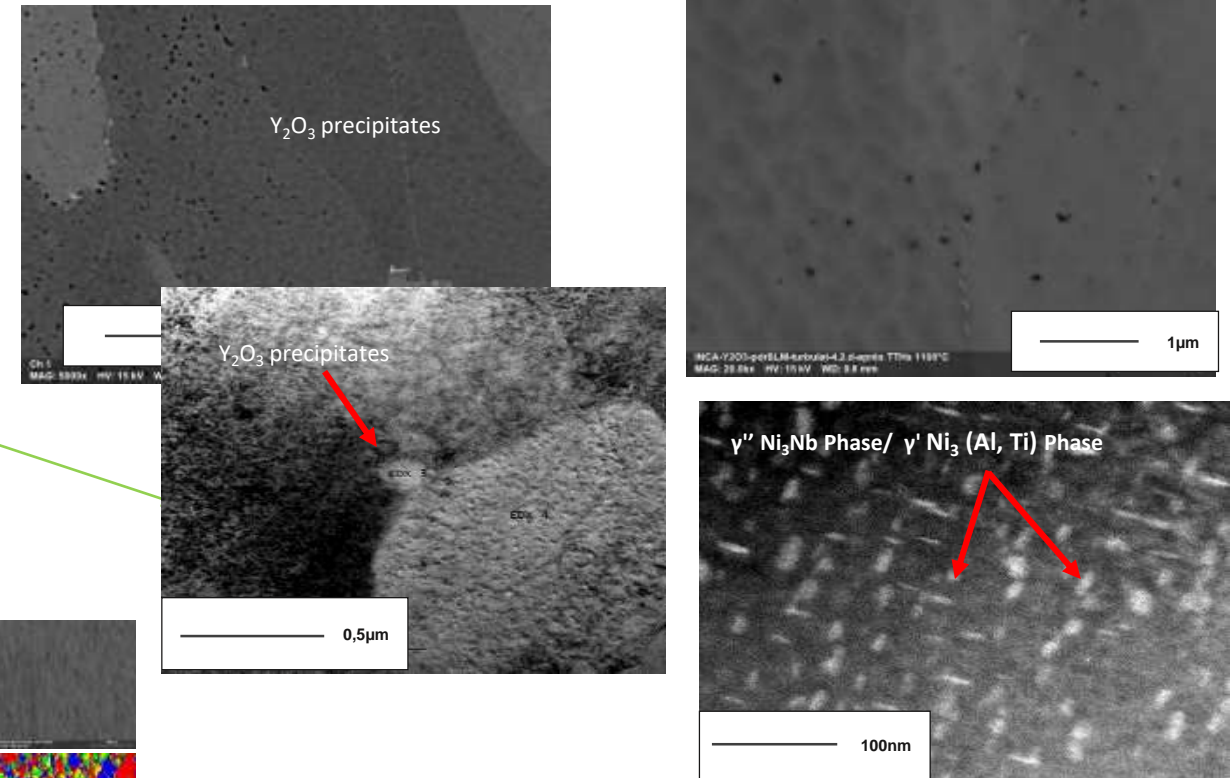
2000 μ mPVD 60mn: 0,11 %wt. Y_2O_3 PVD 5h: 0,005 %wt. Y_2O_3 2000 μ m2000 μ m

Poudre Ni ODS obtenue par turbula

Avant traitements thermiques

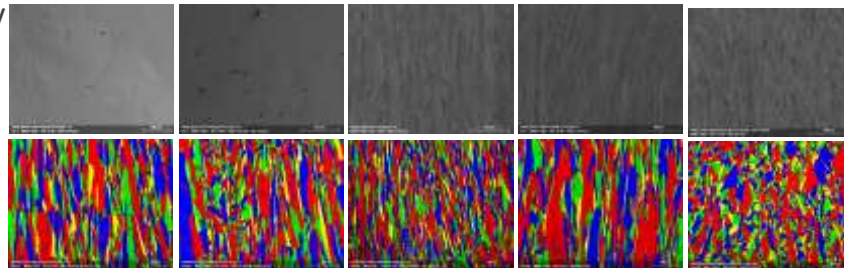


Après traitements thermiques (1100°C + 720°C + 620°C)

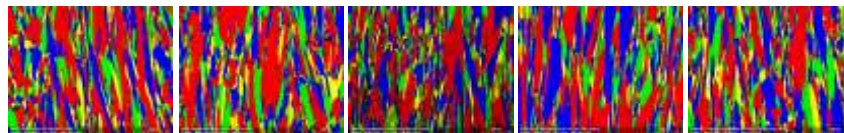


Microdureté avant HT : 316 - 322 HV
Microdureté après HT : 507 - 517 HV

Avant traitements thermiques



Après traitements thermiques



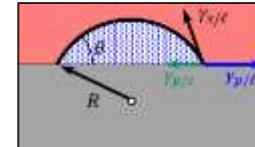
SEM : précipités Y,O,Ti
EBSD : grains colonnaires
pas d'évolution très importante de la microstructure après traitements thermiques

- **Les procédés d'insertion de particules nano d'Y₂O₃ dans poudre INCO718**
 - Présence nano précipités Y₂O₃ (Ti/Al) par mécanosynthèse et par turbula (mélangeur).
 - Le comportement du revêtement PVD n'est pas compris : des recherches sont en cours.
 - Mécanosynthèse : 0,4%Y₂O₃ en volume
 - Turbula : 0,3%Y₂O₃ en surface
 - PVD : 0,46 % 30mm et 0,15% 60 mn Y₂O₃ en surface
- **Procédé LPBF : Lit de poudre par fusion laser- INCO718+Y₂O₃**
 - Détermination des paramètres du procédé LPBF : matériau ODS base Ni+Y₂O₃ dense
- **Fabrication d'échantillons : caractérisation avant et après TTHs**
 - Présence de précipités Y₂O₃ dans les échantillons
 - Effet de Y₂O₃ sur la taille et profondeur des bains de fusion
 - Pas de changement « radicale » de la microstructure : microstructures colonnaires

- Amélioration insertion nano-précipités : teneur , homogénéité (Turbula +billes, par voie..)
- Meilleure compréhension : interaction entre le laser et le matériau dans le cas des nanopoudres/observation des bains de fusion,

➔ Influence des nano-poudres (éjection, évaporation, oxydes de surface,...)

- Bonne mouillabilité avec la matrice (minimise $\gamma_{p/s}$)
- Évaporation différentielle
- Mouvement/Stabilité dans le liquide
- Ne sédimente ou ne flotte pas



- Affiner étude paramétrique
 - incidence sur les bains de fusion
- Ni ODS : tests mécaniques en température (fluage)
- Insertion d'autres poudres nano : oxydes et métalliques (Y)



Merci de votre attention

Cécile BLANC