

Amélioration du fini de surface par électropolissage des
composants en alliage de titane (Ti64) et nickel (IN625)
fabriqués par FSL

par

Victor URLEA

MÉMOIRE PAR ARTICLES PRÉSENTÉ À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE
SUPÉRIEURE COMME EXIGENCE PARTIELLE À L'OBTENTION DE
LA MAÎTRISE AVEC MÉMOIRE EN GÉNIE MÉCANIQUE
M. Sc. A.

MONTRÉAL, LE 3 FÉVRIER 2017

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC



Victor Urlea, 2017



Cette licence [Creative Commons](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/) signifie qu'il est permis de diffuser, d'imprimer ou de sauvegarder sur un autre support une partie ou la totalité de cette œuvre à condition de mentionner l'auteur, que ces utilisations soient faites à des fins non commerciales et que le contenu de l'œuvre n'ait pas été modifié.

PRÉSENTATION DU JURY
CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ
PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Vladimir Brailovski, directeur de mémoire
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Souheil-Antoine Tahan, président du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Sylvain Turenne, membre du jury
Département de génie mécanique à l'École Polytechnique de Montréal

IL A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC

LE 16 JANVIER 2017

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier mon directeur de recherche, le professeur Vladimir Brailovski, d'avoir accepté d'encadrer ce projet au sein du LAMSI. Vos conseils, votre soutien technique ainsi que votre grande disponibilité m'ont permis de mener à bien cet ouvrage.

Je veux également remercier toute l'équipe de recherche du LAMSI, Alena, Anatolie, Bruno, Charles, Jean-René, Mathieu, Misha, Morgan, Neda, Yann, et Vadim. Votre présence au LAMSI rend le climat agréable et vos conseils ainsi que votre soutien sont toujours d'une grande valeur.

Je remercie également l'équipe de techniciens du département de génie mécanique, particulièrement Serge Plamondon, Radu Romanica, Charles Lachapelle, Éric Marcoux, Mario Corbin et Michel Drouin pour leur aide et leur grande disponibilité.

Je tiens également à remercier mes parents, ma sœur Maria et mon frère George de m'avoir soutenu et d'avoir cru en moi. Sans vous, tout cela n'aurait sans doute pas été possible. En terminant, je désire remercier ma copine, Rachel, pour sa présence à mes côtés, ses encouragements ainsi que son support indéfectible.

AMÉLIORATION DU FINI DE SURFACE PAR ÉLECTROPOLISSAGE DES COMPOSANTS EN ALLIAGE DE TITANE (Ti64) ET INCONEL (IN625) FABRIQUÉS PAR FSL

Victor URLEA

RÉSUMÉ

Ce travail porte sur la finition de surface par électropolissage des composants fabriqués à base des poudres d'alliages de titane (Ti-6Al-4V) et de nickel (Inconel 625) par fusion sélective au laser. Le fini de surface est affecté par quatre phénomènes principaux : l'effet d'escalier, d'ondulation, d'agglomération et l'accumulation des particules partiellement frittées en périphérie. L'influence de ces phénomènes peut être minimisée en optimisant les paramètres de fabrication, mais jusqu'à une certaine limite, d'où la nécessité d'effectuer un traitement de finition de surface post-fabrication.

Les techniques mécaniques de finition se trouvent limitées quant à l'accès à l'intérieur des pièces complexes et le seul processus de finition par attaque chimique n'arrive pas à complètement nettoyer les surfaces. Le processus d'électropolissage, échappant à ces limites, a été choisi comme technique d'amélioration du fini de surface dans le cadre de ce projet.

Dans un premier temps, les courbes potentiel-densité de courant ont été tracées pour les deux alliages dans leurs électrolytes respectifs. Il a été vu que le Ti-6Al-4V ne présente pas de plateau stable de la densité de courant, contrairement à l'IN625. Par la suite, l'optimisation des conditions de polissage a démontré que la densité optimale de courant pour le polissage du Ti-6Al-4V était de 240 mA cm^{-2} et que l'IN625 se polissait mieux avec un potentiel stable de 9 V appliqué instantanément, aboutissant à une densité de courant comprise entre 26 et 31 mA cm^{-2} .

Les conditions optimales de polissage ont été utilisées pour simuler le polissage d'un tube (barillet), composé de 7 échantillons (douelles), chacun fabriqué à un angle de fabrication différent : 0, 22.5, 45, 67.5, 90, 112.5 et 135 °. Il a été montré que, malgré une grande dispersion du fini des surfaces ainsi construites, allant de $R_a = 4 \text{ } \mu\text{m}$ (0 °) à $R_a = 23 \text{ } \mu\text{m}$ (135 °) pour le Ti-6Al-4V et de $R_a = 1.8 \text{ } \mu\text{m}$ (0 °) à $R_a = 18.6 \text{ } \mu\text{m}$ (135 °) pour l'IN625, toutes les surfaces ont été polies jusqu'à une rugosité uniforme de $R_a = 1\text{-}3 \text{ } \mu\text{m}$ pour le titane et $R_a = 1.5\text{-}3.5 \text{ } \mu\text{m}$ pour l'inconel. Finalement, en surveillant l'épaisseur des douelles, il a été possible d'établir les tolérances d'électropolissage spécifiques à chaque orientation de fabrication, autant pour le Ti-6Al-4V que pour l'IN625.

Mots-clés : Fabrication additive; fusion sélective au laser; orientation de fabrication; fini de surface; tolérances; électropolissage; Ti-6Al-4V; IN625

SURFACE FINISH IMPROVEMENT BY ELECTROPOLISHING OF TITANIUM (Ti64) AND INCONEL (IN625) ALLOY COMPONENTS MANUFACTURED BY FSL

Victor URLEA

ABSTRACT

This study is about electropolishing of selectively laser melted (SLM) parts made of Ti-6Al-4V and IN625 alloys. Topographical differences between surfaces of different build orientations with respect to the building platform are caused by four major factors, namely: staircase effect, bailing, rippling and partially bonded particles. The influence of these factors can be minimised by tuning up the building parameters, but only to a certain limit, hence the need in post-build surface finishing operations.

The mechanical and chemical finishing techniques have severe limitations. On one hand, internal cavities are impossible to finish using conventional mechanical polishing techniques. On the other hand, chemical polishing often requires the use of strong acids in addition to not completely eliminating the SLM-related surface features. Given the preceding, electropolishing (EP) is considered to be one of the best-suited candidates for the surface treatment of SLM parts, and it will be used in the framework of this study.

First off all, the applied potential - surface current density relationship was established for both alloys within their respective electrolytes. It was found that Ti-6Al-4V does not present a stable current density plateau, while IN625 does. Afterwards, the electropolishing parameters optimisation has shown that the optimal current density for polishing Ti-6Al-4V is of 240 mA cm^{-2} and that IN625 polishes well when a constant potential of 9 V is applied instantly, resulting in a current density raging between 26 and 31 mA cm^{-2} .

The optimal conditions of electropolishing were then used to simulate the electropolishing of a tube (barrel), composed of 7 staves, each one built at a different orientation: 0, 22.5, 45, 67.5, 90, 112.5 and 135 °. It was shown that, despite a large scatter in the as-built surface finish, ranging from $R_a = 4 \text{ }\mu\text{m}$ (0 °) to $R_a = 23\text{ }\mu\text{m}$ (135 °) for Ti-6Al-4V and from $R_a = 1.8 \text{ }\mu\text{m}$ (0 °) to $R_a = 18.6 \text{ }\mu\text{m}$ (135 °) for IN625, all the differently-oriented surfaces were polished down to a uniform roughness of $R_a=1\text{-}3 \text{ }\mu\text{m}$ (Ti-6Al-4V) et $R_a = 1.5\text{-}3.5 \text{ }\mu\text{m}$ (IN625). Finally, thickness evolution measurements during finishing of the differently oriented test coupons allowed us to establish the build orientation-dependent allowances for the electropolishing of selectively laser-melted Ti-6Al-4V and IN625 parts.

Keywords: Additive manufacturing; selective laser melting; build orientation; surface finish; electropolishing ; allowances; Ti-6Al-4V; IN625

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	25
CHAPITRE 1 REVUE DE LA DOCUMENTATION ET OBJECTIFS DE LA RECHERCHE	27
1.1 Processus de fabrication par FSL	27
1.1.1 Principe de fonctionnement	27
1.1.2 Avantages de la FA	28
1.1.3 Limitations	30
1.1.3.1 Limitations avant la fabrication	30
1.1.3.2 Limitations pendant la fabrication	30
1.1.3.3 Limitations post-fabrication	32
1.2 Techniques de caractérisation du fini de surface	33
1.2.1 Définition des paramètres : profilage linéaire	34
1.2.1.1 Paramètres de hauteur	34
1.2.1.2 Paramètres de forme	35
1.2.2 Définition des paramètres : profilage de surface	36
1.2.2.1 Paramètres de hauteur	37
1.2.2.2 Paramètres de forme	37
1.3 Origine de la rugosité du procédé FSL	38
1.3.1 Orientation des surfaces de fabrication	38
1.3.2 Effet d'escalier	39
1.3.3 Accumulation des particules solides en périphérie	41
1.3.4 Phénomène d'agglomération	42
1.3.5 Phénomène d'ondulation	43
1.4 Techniques de polissage	44
1.4.1 Usinage par écoulement abrasif	46
1.4.2 Électropolissage	47
1.4.3 Comparaison des méthodes d'amélioration du fini de surface : AFM et EP	48
1.4.3.1 Polissage intérieur	48
1.4.3.2 Tolérancement et aspect visuel	50
1.5 Électropolissage	51
1.5.1 Processus d'électropolissage	51
1.5.2 Relation entre la densité de courant et le potentiel appliqué	52
1.5.3 Paramètres influençant le processus d'électropolissage	54
1.5.4 Électrolytes	57
1.5.5 Applications secondaires	58
1.5.6 Exemples des résultats	59
1.6 Sommaire	60
1.6.1 Problématique de recherche	60
1.6.2 Objectifs du projet	61

CHAPITRE 2	ELECTROPOLISHING AND ELECTROPOLISHING-RELATED ALLOWANCES FOR POWDER BED SELECTIVELY LASER-MELTED Ti-6Al-4V ALLOY COMPONENTS	63
2.1	Avant-propos.....	63
2.2	Résumé (français)	63
2.3	Abstract.....	64
2.4	Introduction.....	64
2.5	Experimental setup.....	68
2.5.1	Arrangements and design of electrodes and their intended use	68
2.5.2	EP cell setups, electrolyte, temperature, agitation and power supply	71
2.6	Procedure	72
2.6.1	J versus V_{applied} measurements and current density range definition	72
2.6.2	EP optimization and tube EP simulation experiments.....	73
2.6.3	Roughness, mass loss and thickness reduction measurements	73
2.7	Results.....	74
2.7.1	J versus V_{applied} measurements	74
2.7.2	Influence of J and exposure time – process optimization	75
2.7.3	Tube simulation experiments (barrel polishing)	77
2.8	Discussion	83
2.9	Conclusion	87
2.10	Acknowledgements.....	87
2.11	References.....	88
CHAPITRE 3	ELECTROPOLISHING AND ELECTROPOLISHING-RELATED ALLOWANCES FOR IN625 ALLOY COMPONENTS FABRICATED BY LASER POWDER-BED FUSION.....	91
3.1	Avant-propos.....	91
3.2	Résumé (français)	91
3.3	Abstract.....	92
3.4	Introduction.....	92
3.5	Experimental setup.....	95
3.5.1	Arrangements and design of electrodes and their intended use	95
3.5.2	EP cell setups, electrolyte, temperature, agitation and power supply	98
3.6	Procedure	99
3.6.1	J- V_a measurements and applied potential definition.....	99
3.6.2	EP optimization and tube EP simulation experiments.....	100
3.6.3	Roughness, mass loss and thickness reduction measurements	102
3.7	Results.....	103
3.7.1	Influence of the potential/current density control strategy and exposure time on the EP process efficiency	103
3.7.2	Tube simulation experiments (barrel polishing)	106
3.8	Discussion	111
3.9	Conclusion	115
3.10	Acknowledgements.....	115
3.11	References.....	116

CONCLUSION.....	119
RECOMMANDATIONS	121
ANNEXE I COUTS ASSOCIÉS AU POLISSAGE DE L'IN625	123
LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	125

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 1.1: Fini de surface (Ra et Rz) de l'EOS Co-CR MP1 en fonction de l'épaisseur des couches de fabrication.....	44
Tableau 1.2: Électrolytes pour l'électropolissage du nickel et des alliages nickel-chrome, ainsi que ceux du titane. Tiré et adapté d'ASTM-E1558 (2009b).....	58
Tableau 2.1: Initial and final Sa values of stave-shaped specimens	79
Tableau 2.2: Initial and final Ra, Rq and Rz distribution of stave shaped specimens....	80
Tableau 2.3: Initial and final Rsk and Rku distributions of stave-shaped specimens.....	82
Tableau 3.1: Initial and final Sa values of stave-shaped specimens	108
Tableau 3.2: Initial and final Ra, Rq and Rz distribution of stave shaped specimens..	108
Tableau 3.3: Initial and final Rsk and Rku distributions of stave-shaped specimens...	110

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 1.1: Principe de fonctionnement FSL	27
Figure 1.2: Coût d'une pièce en fonction de sa complexité. Tirée et adaptée de Levy (2013).....	29
Figure 1.3: Effet des contraintes thermiques a) distorsion et b) délaminage (Thomas, 2009).....	31
Figure 1.4: Différents types de supports de construction FSL (Thomas, 2009).....	31
Figure 1.5: Fini de surface en regard des tolérances de fabrication de différentes techniques de fabrication. Tirée et adaptée de Schey (1987).....	33
Figure 1.6: Illustration des paramètres Rp, Rv et Rt. Tirée et adaptée d'ASME-B46 (2010)	35
Figure 1.7: Trois profils de surface avec différents étalements Skewness. Tirée d'ASME-B46 (2010).....	35
Figure 1.8: Trois profils de surface avec des différents étalements Kurtosis. Tiré et adapté d'ASME-B46 (2010).....	36
Figure 1.9: Représentation schématique de l'angle de fabrication (θ) des surfaces	38
Figure 1.10: Illustration de l'effet d'escalier	39
Figure 1.11: Effet d'escalier dans la FA: (a) modèle CAO; (b) découpage en tranches de la pièce; (c) schématisation du profil de surface (Ahn, Kim et Lee, 2009).....	39
Figure 1.12: Représentation schématique du profil tranché. La ligne pointillée représente la ligne médiane du profil (Strano et al., 2013).....	40
Figure 1.13: Comparaison de la rugosité expérimentale et simulée en accord avec l'équation (1.15) (Strano et al., 2013)	41
Figure 1.14: Illustration des particules partiellement frittées sur une surface à 90°	42
Figure 1.15: Illustration du phénomène d'agglomération (Strano et al., 2013)	43
Figure 1.16: Illustration du phénomène d'ondulation sur une surface horizontale	44

Figure 1.17:	Rugosité de surface et tolérances pour différents techniques d'enlèvement de matière. Tirée et adaptée de Knight et Boothroyd (2005)	45
Figure 1.18:	Principe d'enlèvement de matière de l'AFM (Sankar, Jain et Ramkumar, 2011)	46
Figure 1.19:	Montage d'électropolissage typique (Vander Voort, 1984)	47
Figure 1.20:	Passage du mastic dans l'AFM des sections a) non équivalentes ou b) équivalentes. Tirée et adaptée de Benedict (1987)	49
Figure 1.21:	Illustration de la couche visqueuse. Tirée et adaptée de Vander Voort (1984)	51
Figure 1.22:	Évolution de la densité de courant comparé au potentiel appliqué pour des électrolytes pouvant polir sur une large gamme de potentiels et courants (ASM-Vol.9, 2004)	52
Figure 1.23:	Courbe théorique montrant la densité de courant en fonction du voltage pendant le processus d'EP. Tirée et adaptée de Geels et al. (2007)	53
Figure 1.24:	Schématisation de la surface de l'échantillon au cours des différentes étapes du processus de gravure et polissage électrolytique. Tirée et adaptée de Geels et al. (2007)	54
Figure 2.1:	Schematic representation of the surface build orientation angle (θ)	66
Figure 2.2:	Cathodes and anodes arrangements (bottom view): a) C1-A1, b) C1-A2, c) C2-A3 (cathode-to-anode distance in mm)	69
Figure 2.3:	Cylindrical-shaped A1, V-shaped A2, and stave-shaped A3 anodes. V-type C1 and star-type C2 cathodes (dimensions in mm)	70
Figure 2.4:	a) J versus V_{applied} measurements and EP optimisation setup, b) EP tube simulation setup	71
Figure 2.5:	Illustration of a) stylus profilometer and b) thickness measurements of stave specimens	74
Figure 2.6:	Anodic current density versus applied potential plot; green band represents the current density range of this study	75
Figure 2.7:	Ra evolution after EP of the V-shaped specimens on a) 0°, b) 45°, c) 90°- and d) 135°-oriented surfaces, at 3 current densities: 160, 240 and 320 mA cm ⁻²	76

Figure 2.8:	Ra, Rq and Rz values a) before and b) after ($J=240 \text{ mA cm}^{-2}$; $t=1400 \text{ s}$) EP of V-shaped anode.....	76
Figure 2.9:	Initial and final ($Jt=5600 \text{ mA cm}^{-2} \text{ min}$) surface images of V-shaped specimens at 5X ($2560 \mu\text{m} \times 2560 \mu\text{m}$) for $J=160, 240$ and 320 mA cm^{-2} ...	77
Figure 2.10:	Ra evolution of barrel staves ($J=240 \text{ mA cm}^{-2}$).....	78
Figure 2.11:	Ra, Rq and Rz values a) initial and b) final ($t=1600 \text{ s}$ at $J=240 \text{ mA cm}^{-2}$) for barrel staves	78
Figure 2.12:	Sa surface topography characterization ($5000\mu\text{m} \times 5000 \mu\text{m}$ at 10X) along with stylus profilometry Ra values of the initial and final surfaces of stave shaped specimens oriented at a) 0° , b) 90° and c) 135°	79
Figure 2.13:	Initial (0 s) and final (1600 s) roughness trace for a) 0° and b) 135° staves accompanied by their respective BAC.....	81
Figure 2.14:	Thickness reduction a) and mass loss b) of barrel staves as a function of time	83
Figure 2.15:	Ra evolution and thickness reduction versus EP time ($J=240 \text{ mA cm}^{-2}$)...	85
Figure 2.16:	V-shaped specimen before and after EP: a) SLM-built specimen (nominal dimensions + EP allowances + process tolerances), b) EP-specimen (nominal dimensions and roughness); Dimensions are in mm and EP allowances are shown in a 5:1 scale, for better visibility	86
Figure 3.1:	Schematic representation of the surface build orientation angle (θ).....	94
Figure 3.2:	Cathodes and anodes arrangements (bottom view): a) C1-A1, b) C1-A2, c) C2-A3 (cathode-to-anode distance in mm)	96
Figure 3.3:	Cylindrical-shaped A1, V-shaped A2, and stave-shaped A3 anodes. V-type C1 and star-type C2 cathodes (dimensions in mm)	97
Figure 3.4:	J-Va measurements and EP optimisation setup, b) Tube EP simulation setup	98
Figure 3.5:	Anodic current density as a function of applied potential for the as-built and the stress-relieved specimens	100
Figure 3.6:	Schematic of pre-tests necessary for determining optimal EP conditions	101
Figure 3.7:	J evolution for Va applied instantaneously or progressively	102

Figure 3.8:	Illustration of a) stylus profilometer and b) thickness measurements of stave specimens	103
Figure 3.9:	Ra evolution during EP of the a) 0-, b) 45-, c) 90-, and d) 135°-oriented surfaces (V-shaped specimens)	104
Figure 3.10:	Ra, Rq and Rz values: a) before and b) after EP of V-shaped specimens	104
Figure 3.11:	Initial and final ($J_t=10000 \text{ mA cm}^{-2} \text{ min}$) surface images of V-shaped specimens at 5X ($2560 \mu\text{m} \times 2560 \mu\text{m}$)	105
Figure 3.12:	V-shaped sample: a) heterogeneous dissolution ($V_{inst}5000$); b) as-built state, and c) homogeneous dissolution ($V_{inst}1000$); $J_t=10000 \text{ mA cm}^{-2} \text{ min}$	105
Figure 3.13:	Ra evolution of barrel staves during electropolishing ($V_{inst}1000$)	106
Figure 3.14:	The Ra, Rq and Rz values for barrel staves: a) initial and b) final ($V_{inst}1000$ at $J_t = 12000 \text{ mA cm}^{-2} \text{ min}$)	107
Figure 3.15:	Sa surface topography characterization ($5000\mu\text{m} \times 5000 \mu\text{m}$ at 10X) along with stylus profilometry Ra values of the initial and final surfaces of stave shaped specimens oriented at a) 0, b) 22.5 and c) 135°.107	
Figure 3.16:	Initial and final ($J_t = 12000 \text{ mA cm}^{-2} \text{ min}$) roughness trace for a) 0° and b) 135° staves accompanied by their respective BAC	109
Figure 3.17:	Thickness reduction and b) mass loss of barrel staves as functions of time	111
Figure 3.18:	Ra evolution and TR as a function of build orientation and EP time	113
Figure 3.19:	V-shaped specimen before and after EP: a) L-PBF-built specimen (nominal dimensions + EP allowances + process tolerances), b) EP-specimen (nominal dimensions and roughness); Dimensions are in mm and EP allowances are shown in a 5:1 scale, for better visibility	114

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

AFM	Usinage par écoulement abrasif (<i>Abrasive Flow Machining</i>)
AM	Fabrication additive (<i>Additive manufacturing</i>)
BAC	Courbe de portance (<i>Bearing area curve</i>)
CAD	Distance cathode anode (<i>Cathode to anode distance</i>)
CAO	Conception assistée par ordinateur
CASR	Ratio de surface cathode anode (<i>Cathode do anode surface ratio</i>)
EP	Électropolissage (<i>Electropolishing</i>)
FA	Fabrication additive
FSL	Fusion sélective au laser
L-PBF	Fusion sélective au laser des lits de poudre (<i>Laser powder bed fusion</i>)
SLM	Fusion sélective au laser (<i>Selective laser melting</i>)

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

I , A	Courant anodique (<i>Anodic current</i>)
J , mA cm ⁻²	Densité de courant (<i>Current density</i>)
J_t , mA cm ⁻²	Quantité totale de charges passées à travers une surface unitaire
R_a , μm	Rugosité arithmétique d'un profil linéaire
R_{ku}	Kurtosis d'un profil linéaire
R_q , μm	Rugosité quadratique d'un profile linéaire
R_{sk}	Skewness d'un profil linéaire
R_z , μm	Hauteur maximale d'un profil linéaire
S_a , μm	Rugosité arithmétique d'un profil de surface
t , s ou min	Temps
TR , μm ou mm	Réduction en épaisseur (<i>Thickness reduction</i>)
$TRTR$, μm min ⁻¹	Taux temporel de réduction en épaisseur (<i>Thickness reduction time rate</i>)
V_{applied} ou V_a , V	Potentiel appliqué (<i>Applied potential</i>)
θ , °	Angle de fabrication (<i>Build angle</i>)

INTRODUCTION

La fabrication additive (FA), plus spécifiquement la fusion sélective au laser (FSL) sur lit de poudre, est une technologie de fabrication émergente capable de fabriquer des composants métalliques avec des formes géométriques très complexes. Elle offre de multiples avantages par rapport aux techniques de fabrication conventionnelles, tels que la possibilité de produire des canaux de refroidissement conformes directement dans des moules d'injection. De plus, étant donné que les pièces sont fabriquées par ajout de matière, la quantité de matière première nécessaire pour la fabrication d'une pièce en est minimisée.

Toutefois, la FSL n'est pas absente de limitations. On recense notamment un faible taux d'ajout de matière et la nécessité d'effectuer des opérations de post-traitement. Parmi les opérations de post-traitement on peut nommer le traitement de relaxation de contraintes, l'enlèvement des supports de fabrication et la finition, qui sont nécessaires pour conférer les caractéristiques mécaniques, géométriques et de surface requises à la pièce.

Le fini de surface est une caractéristique importante à contrôler, car il influence de multiples caractéristiques fonctionnelles, telles que les propriétés mécaniques, la dynamique des fluides et le transfert de chaleur. Les défauts de surface peuvent être associés à quatre phénomènes qui surviennent lors de la fusion, soit : l'effet d'escalier, l'accumulation des particules solides en périphérie, le phénomène d'agglomération et le phénomène d'ondulation. Étant donné que ces phénomènes se manifestent différemment en fonction de l'orientation de fabrication de la surface, le fini de surface varie en conséquence.

Il existe des techniques d'amélioration du fini de surface, telles que l'optimisation des paramètres de fabrication, comme le temps d'exposition, la vitesse du laser ou encore la distance entre les parcours. Cependant, les résultats finaux ne sont pas toujours satisfaisants, d'où la nécessité d'une finition de surface post-fabrication. Les techniques de finition mécaniques ou chimiques présentent chacune des limitations. D'un côté, le polissage chimique nécessite l'utilisation d'acides forts, en plus de ne pas éliminer complètement les

défauts de surface propres au procédé de FSL. De l'autre côté, les techniques conventionnelles de polissage mécanique n'arrivent pas à accéder aux cavités internes. En raison de ces lacunes, une méthode de remplacement sera étudiée : l'électropolissage (EP). L'EP est un processus qui peut être considéré comme l'inverse de l'électroplaquage.

Il existe une multitude d'alliages disponibles actuellement pour la FSL. Le Ti-6Al-4V a été un des premiers alliages adaptés pour la production par FSL et est connu autant pour ses applications aérospatiales que médicales. Il offre un ratio résistance-poids élevé, d'excellentes propriétés mécaniques et une résistance exceptionnelle à la corrosion. Un second alliage utilisé dans la FSL est l'inconel 625 (IN625). Cet alliage à base de nickel-chrome est utilisé à des températures de fonctionnement allant de cryogénique à 1000 °C en raison de sa haute résistance, autant mécanique qu'à la corrosion. En vertu de ces caractéristiques exceptionnelles, les ces deux alliages seront utilisés dans le cadre de ce projet de recherche.

Notre étude porte sur la détermination des conditions optimales d'EP qui permettront d'homogénéiser, dans la mesure du possible, le fini de surface pour l'ensemble des orientations ne nécessitant pas l'utilisation de supports de fabrication. De plus, les surépaisseurs spécifiques au processus d'EP pour chaque alliage seront déterminées.

CHAPITRE 1

REVUE DE LA DOCUMENTATION ET OBJECTIFS DE LA RECHERCHE

1.1 Processus de fabrication par FSL

1.1.1 Principe de fonctionnement

Le principe de fonctionnement de la FA par FSL est le même que dans tous les procédés de fabrication par couches additives. En d'autres mots, il s'agit d'imprimer, couche par couche, une géométrie obtenue avec un logiciel de conception assistée par ordinateur (CAO) sur un lit de poudre métallique. Le principe de fonctionnement peut être observé dans la Figure 1.1, allant de gauche à droite et de haut en bas, ou en vidéo accessible par le code QR :

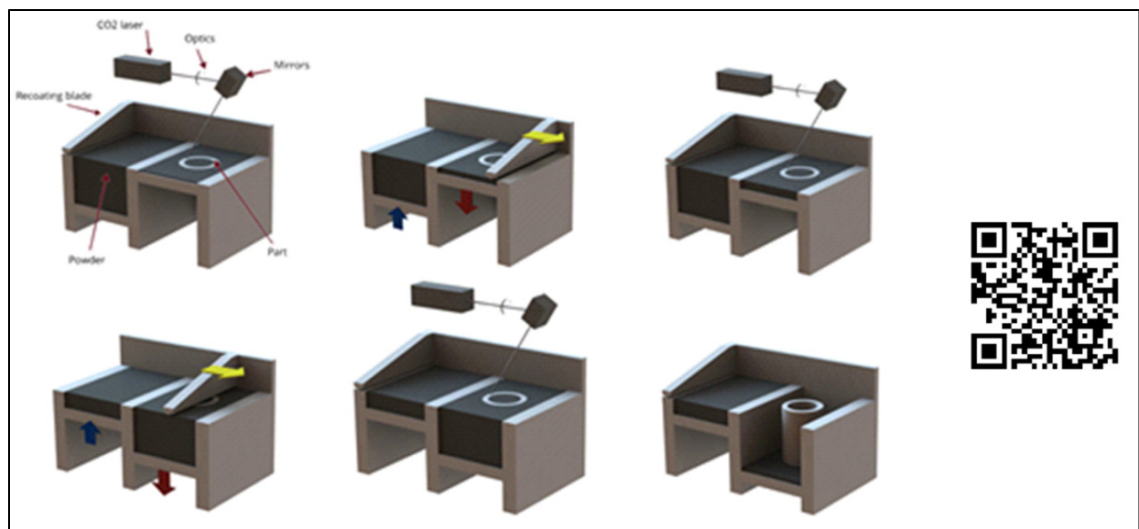


Figure 1.1: Principe de fonctionnement FSL¹

La mise en forme des couches se fait selon un processus répétitif. Dans un premier temps, une fine couche de poudre de métal est ajoutée sur une plateforme de construction. Cette

¹ Tirée et adaptée de www.prezi.com. [En ligne] [Citation : 30 05 2013]

couche peut avoir des épaisseurs différentes, variant généralement entre 20 et 80 μm (Hopkinson, Hague et Dickens, 2006). Par la suite, un faisceau laser de haute puissance vient fondre la poudre métallique de façon à créer une couche 2D de la pièce à construire. Ensuite, une autre couche de poudre est ajoutée par-dessus la strate à l'aide d'un système d'étalement, tel qu'un bras robotisé. Une nouvelle strate 2D de la pièce est par la suite fondue, formant un lien d'attache entre celle-ci et la strate précédente. Sur la plateforme de fabrication, la poudre qui n'est pas fondue sert partiellement de support pour la pièce. Le procédé continue ainsi jusqu'à la dernière couche. À la fin, la poudre métallique non fondue est enlevée, révélant ainsi la pièce finale, solidaire de la plateforme de construction par des supports de fabrication. La pièce peut par la suite subir les traitements de post-fabrication lui permettant d'obtenir les spécifications souhaitées (par exemple, un traitement thermique ou une finition de surface).

1.1.2 Avantages de la FA

Les principaux avantages de cette technologie de fabrication comparativement aux autres processus de fabrication sont les suivants (Huang et al., 2015) :

- pièces personnalisées pouvant être fabriquées rapidement,
- absence de besoin d'outillage spécifique lors de la fabrication,
- génération minimale de rebuts,
- production rapide et à faible coût des pièces personnalisées en petite quantité,
- possibilité de fabriquer des composantes et des structures de géométries complexes,
- réduction de la chaîne d'approvisionnement.

Dans la fabrication traditionnelle, le coût d'une pièce croît selon sa complexité. De plus, le concepteur doit prendre en considération les règles de conception pour fabrication (*Design for Manufacture* en anglais) et se trouve ainsi souvent limité par le processus de fabrication adopté (Hopkinson, Hague et Dickens, 2006). La FA a l'avantage de garder un coût presque fixe pour une pièce, indépendamment de la complexité de celle-ci.

En raison de la liberté de conception en termes de complexité, une nouvelle philosophie de conception s'est développée, intitulée « *Conception pour Complexité/Optimisation* » (*Design for Complexity/Optimisation* en anglais). La fabrication des pièces issues de logiciels d'optimisation topologique est un exemple d'application de conception pour optimisation. Cette technique permet de réduire le poids d'une pièce tout en gardant sa pleine fonctionnalité (Tomlin et Meyer, 2011).

Du point de vue économique, Conner et al. (2014) parlent de l'existence d'un seuil de rentabilité, lorsqu'on établit un rapport entre la complexité d'une pièce et son coût de revient (voir Figure 1.2). Pour une complexité au-delà du seuil de rentabilité, il devient plus profitable de fabriquer avec la FA alors que toute complexité qui s'ajoute est considérée « gratuite ». Le même raisonnement peut être fait pour la personnalisation.

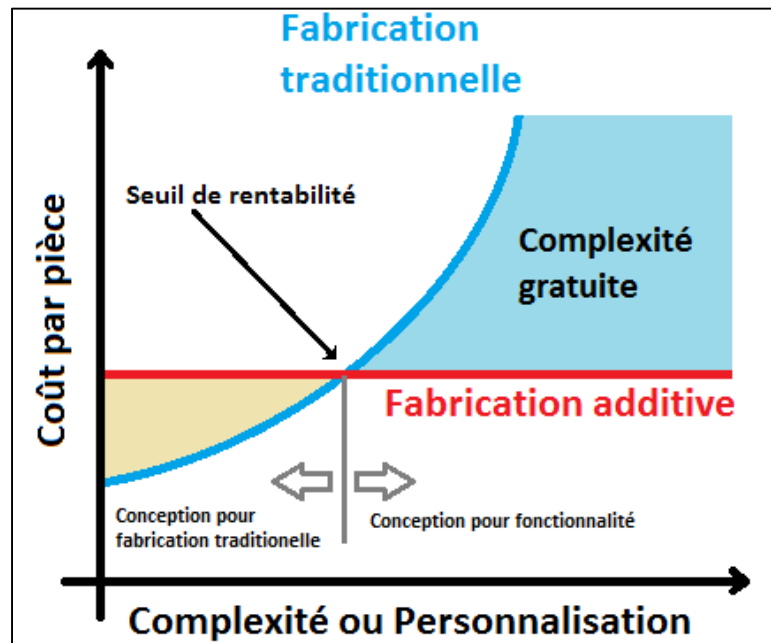


Figure 1.2: Coût d'une pièce en fonction de sa complexité.
Tirée et adaptée de Levy (2013)

1.1.3 Limitations

Comme tout processus de fabrication, la FA n'est pas exempte de limitations. Celles-ci peuvent être classées dans trois catégories : préparatoire, opératoire et post-fabrication.

1.1.3.1 Limitations avant la fabrication

La plupart des recherches effectuées sur le processus de FSL sont axées sur les phénomènes physiques, la métallurgie et les applications avancées de cette technologie plutôt que sur la conception. Il existe donc un manque de connaissances de la part des concepteurs en ce qui concerne les capacités et limites de cette technologie (Thomas, 2009).

De plus, la disponibilité actuelle des matériaux métalliques sous forme de poudre est limitée. À titre d'exemple, la compagnie EOS, qui est un des plus gros fournisseurs de systèmes de fabrication et de poudres métalliques, dispose uniquement de quinze alliages à ce jour².

1.1.3.2 Limitations pendant la fabrication

La qualité du fini de surface se trouve entre autres limitée par l'orientation de la pièce face à la plateforme de construction, mais aussi par l'épaisseur des couches de construction. L'origine de ce phénomène sera davantage discutée dans la section 1.3.

Un autre inconvénient est la présence de contraintes résiduelles dans la pièce causées par le réchauffement et le refroidissement rapide de la poudre de métal. Ces contraintes peuvent causer soit un délaminage de la pièce, soit une distorsion non souhaitée. On peut remarquer cet effet dans la Figure 1.3.

² <http://www.eos.info/material-m>. [En ligne] [Citation : 15 09 2016]

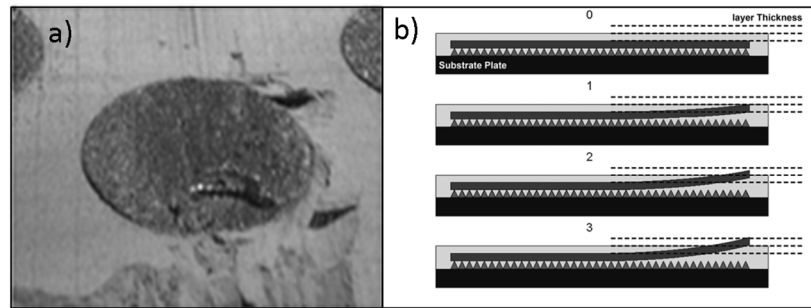


Figure 1.3: Effet des contraintes thermiques
a) distorsion et b) délaminage (Thomas, 2009)

Dans certains cas, l'utilisation de supports est nécessaire pour la construction de la pièce (Figure 1.4). Ces supports permettent de fixer la pièce sur le plateau de construction durant la fabrication mais aussi d'empêcher les déplacements de la pièce au fur et à mesure qu'elle est construite. Une des limitations les plus importantes est l'orientation d'une surface qui peut être construite sans l'utilisation de supports de construction. Étant donné la présence de contraintes résiduelles dans la pièce, plus l'angle entre la surface et le plateau de construction est petit, plus il y a possibilité de distorsion dans la pièce.

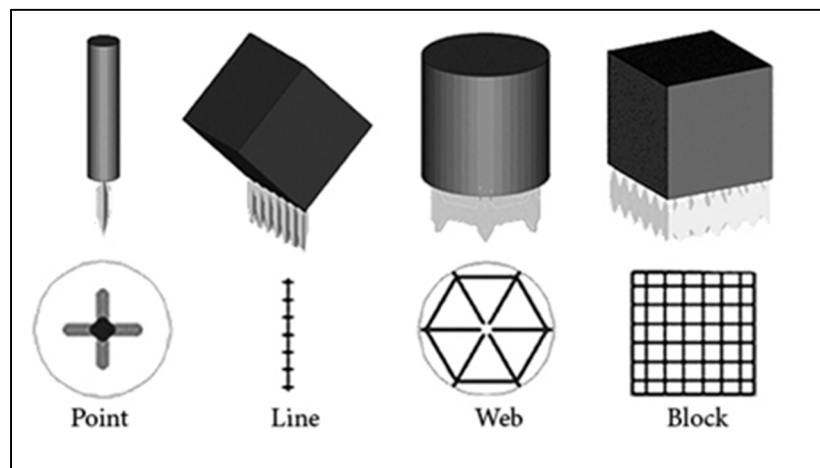


Figure 1.4: Différents types de supports
de construction FSL (Thomas, 2009)

1.1.3.3 Limitations post-fabrication

Finalement, il faut prendre en considération toutes les étapes de post-traitement qui permettent d'obtenir les caractéristiques souhaitées de la pièce, telles qu'enlever les supports de fabrication ou améliorer le fini de surface.

D'abord, les contraintes thermiques accumulées dans les pièces lors de la fabrication peuvent causer des distorsions ou faire apparaître des microfissures (Mercelis et Kruth, 2006). Les fabricants de poudre recommandent d'effectuer un traitement thermique de relaxation de contraintes avant d'enlever les supports de fabrication, afin d'empêcher toute distorsion supplémentaire pouvant se produire lors du détachement de la pièce du plateau de fabrication.

Après le traitement de relaxation de contraintes, il faut retirer la pièce du plateau de fabrication en enlevant les supports. La difficulté de cette étape relève de l'emplacement des supports (intérieur ou extérieur), de leur accessibilité, ainsi que de leur point de repos (sur le plateau de fabrication ou sur la pièce même).

En raison de différents facteurs qui seront discutés prochainement, le fini de surface des pièces fabriquées par SLM est plutôt rugueux. Par exemple, la rugosité arithmétique moyenne (R_a) après grenaillage des surfaces verticales fabriquées avec la poudre *EOS NickelAlloy IN625* selon les paramètres de fabrication *IN625_Surface 1.0 (40 μm)* et sur une machine EOS M270, est comprise entre 4 et 6.5 μm (EOSINT-IN625, 2011). Également, la précision de fabrication attendue est de $\pm 40-60 \mu m$. La Figure 1.5 compare ces caractéristiques (fini de surface et tolérances de fabrication) avec celles obtenues par des techniques de fabrication classiques.

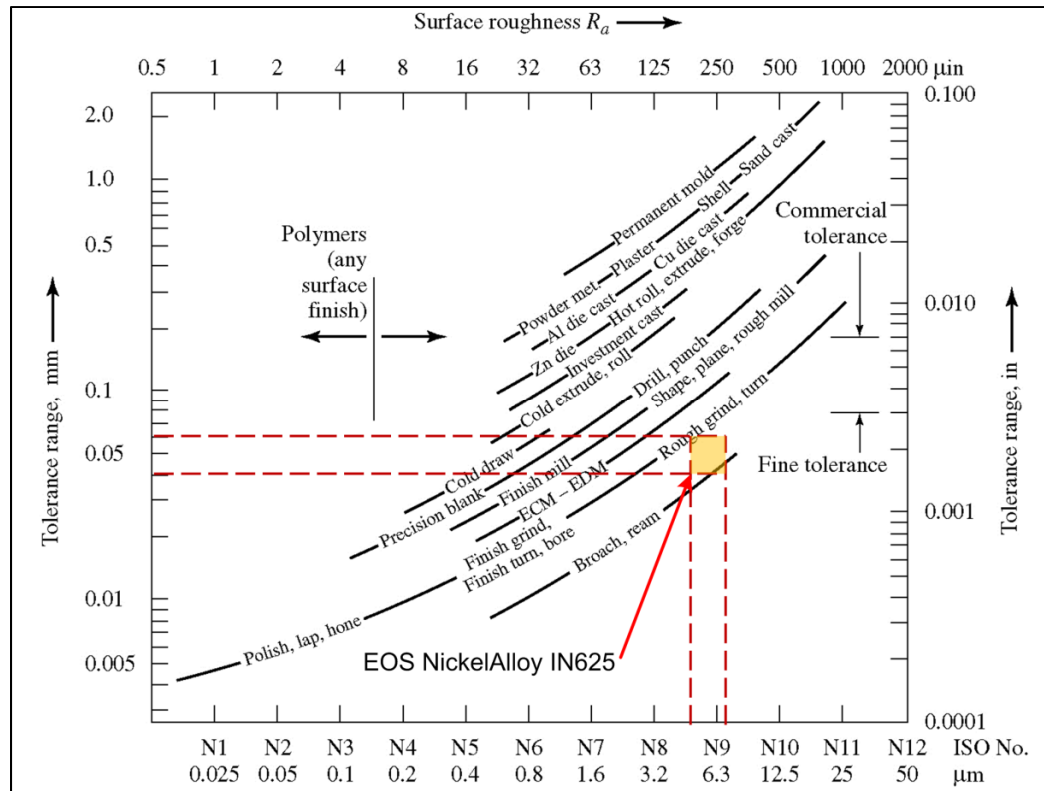


Figure 1.5: Fini de surface en regard des tolérances de fabrication de différentes techniques de fabrication. Tirée et adaptée de Schey (1987)

1.2 Techniques de caractérisation du fini de surface

La norme ASME-B46 (2010) définit la rugosité comme suit : « les fines irrégularités espacées de la texture de surface qui résultent généralement de l'action inhérente du processus de production ou d'une condition du matériau ». La caractérisation de la rugosité d'une surface peut se faire soit par profilage linéaire ou par profilage de surface. Une mesure linéaire peut être effectuée avec un profilomètre à contact, tandis qu'une mesure de surface peut être prise avec un microscope, tel qu'un microscope confocal ou AFM (*atomic force microscope* en anglais)

1.2.1 Définition des paramètres : profilage linéaire

Les paramètres les plus souvent employés pour caractériser la rugosité de surface par profilage linéaire sont décrits dans la section qui suit. La Figure 1.6 illustre les paramètres R_p , R_v et R_t sur un profil de mesure.

1.2.1.1 Paramètres de hauteur

- Fonction de hauteur du profil, $Z(x)$ initial : la fonction employée pour décrire la déviation point par point entre le profil mesuré et la ligne de référence moyenne.
- Rugosité arithmétique, R_a : la moyenne arithmétique des écarts de hauteur de profil par rapport à la ligne moyenne du profil en valeur absolue.

$$- R_a = \frac{1}{L} \int_0^L |Z(x)| dx \quad (1.1)$$

- Rugosité quadratique, R_q : la moyenne quadratique des écarts de hauteur de profil par rapport à la ligne moyenne du profil.

$$R_q = \left[\frac{1}{L} \int_0^L Z(x)^2 dx \right]^{\frac{1}{2}} \quad (1.2)$$

- Hauteur maximale des sommets, R_p : la distance entre le plus haut point du profil et la ligne moyenne du profil.

$$R_p = \max(Z(x)) \quad (1.3)$$

- Hauteur minimale des creux, R_v : la distance entre le plus bas point du profil et la ligne moyenne du profil.

$$R_v = \min(Z(x)) \quad (1.4)$$

- Hauteur maximale du profil, R_z : la distance verticale entre le plus haut et le plus bas point du profil.

$$R_z = R_p + R_v \quad (1.5)$$

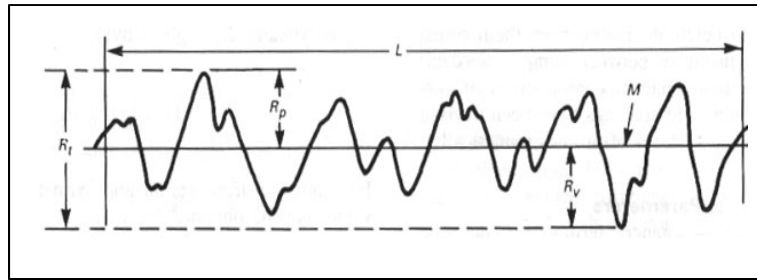


Figure 1.6: Illustration des paramètres R_p , R_v et R_t .
Tirée et adaptée d'ASME-B46 (2010)

1.2.1.2 Paramètres de forme

- Skewness, R_{sk} : mesure statistique de l'asymétrie du profil par rapport à la ligne moyenne.

$$R_{sk} = \frac{1}{R_q^3} \frac{1}{L} \int_0^L Z^3(x) dx \quad (1.6)$$

Trois cas peuvent surgir, tels qu'illustrés à la Figure 1.7. Les fonctions de densité d'amplitude (histogrammes) des hauteurs de surface sont également affichées.

1. Cas d'un profil plein (les saillies les plus hautes sont écrêtées) qui résistera bien à l'usure. D'où $R_{sk} < 0$ ⁽³⁾.
2. Cas d'un profil normal (le nombre de points du profil est maximal autour de la ligne moyenne ; la courbe de distribution d'amplitude suit une loi normale), $R_{sk} = 0$ ⁽³⁾.
3. Cas d'un profil creux qui résistera très peu à l'usure d'où $R_{sk} > 0$ ⁽³⁾.

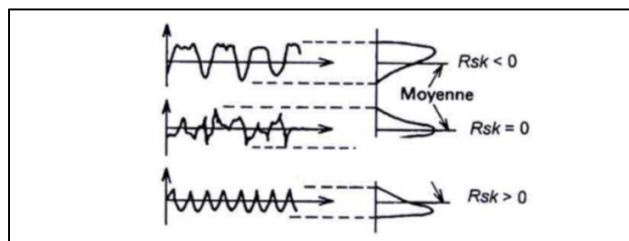


Figure 1.7: Trois profils de surface avec différents étalements Skewness. Tirée d'ASME-B46 (2010)

³ Tiré et adapté de <http://jm.karrer.free.fr/documents/ES1.pdf>. [En ligne] [Citation : 10 11 2016]

- Kurtosis, Rku : mesure statistique de l'aplatissement du profil par rapport à la ligne moyenne.

$$Rku = \frac{1}{R_q^4} \frac{1}{L} \int_0^L Z^4(x) dx \quad (1.7)$$

Trois cas peuvent surgir, tels qu'illustré à la Figure 1.8. Les fonctions de densité d'amplitude (histogrammes) des hauteurs de surface sont également affichées.

1. Cas d'un profil large d'où $Rku < 3$ ⁽³⁾.
2. Cas d'un profil normal (le nombre de points du profil est maximum autour de la ligne moyenne ; la courbe de distribution d'amplitude suit une loi normale), $Rku = 3$ ⁽³⁾.
3. Cas d'un profil serré d'où $Rku > 3$ ⁽³⁾.

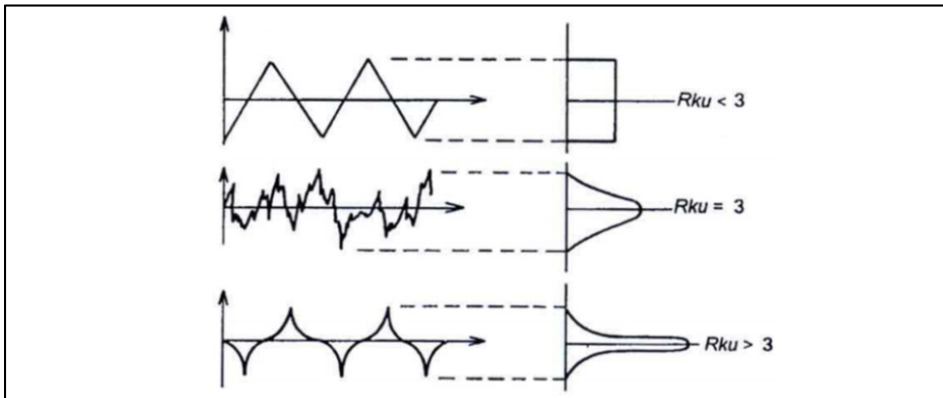


Figure 1.8: Trois profils de surface avec des différents étalements Kurtosis. Tiré et adapté d'ASME-B46 (2010)

1.2.2 Définition des paramètres : profilage de surface

Les paramètres les plus souvent employés pour caractériser la rugosité de surface par profilage de surface sont classés dans deux catégories : paramètres de hauteur et paramètres de forme.

1.2.2.1 Paramètres de hauteur

- Fonction de hauteur du profil ($Z(x,y)$) : la fonction employée pour décrire la déviation point par point entre la topographie mesurée et le profil de la surface moyenne.
- Rugosité arithmétique, S_a : la moyenne arithmétique des écarts de hauteur de profil par rapport à la surface moyenne du profil en valeur absolue.

$$S_a = \left(\frac{1}{A_e} \right) \int_0^{L_y} \int_0^{L_x} |Z(x,y)| dx dy \quad (1.8)$$

Où A_e représente la surface de la section où les paramètres sont évalués ($A_e = L_x L_y$ pour une surface rectangulaire).

- Rugosité quadratique, S_q : la moyenne quadratique des écarts de hauteur de profil par rapport à la surface moyenne du profil.

$$S_q = \left[\left(\frac{1}{A_e} \right) \int_0^{L_y} \int_0^{L_x} Z^2(x,y) dx dy \right]^{1/2} \quad (1.9)$$

- Hauteur maximale des sommets de surface, S_p : le plus haut point dans la surface d'évaluation par rapport à la surface moyenne du profil.

$$S_p = \max(Z(x,y)) \quad (1.10)$$

- Hauteur minimale des creux de surface, S_v : le plus bas point dans la surface d'évaluation par rapport à la surface moyenne du profil.

$$S_v = \min(Z(x,y)) \quad (1.11)$$

- Hauteur maximale du profil de surface, S_t : la distance verticale entre le plus haut et le plus bas point de la surface d'évaluation.

$$S_z = S_p + S_v \quad (1.12)$$

1.2.2.2 Paramètres de forme

- Skewness, S_{sk} : mesure l'asymétrie des hauteurs de surface par rapport à la surface moyenne.

$$S_{sk} = \frac{1}{(S_q)^3 A_e} \int_0^{L_y} \int_0^{L_x} Z^3(x,y) dx dy \quad (1.13)$$

- Kurtosis, S_{ku} : mesure l'aplatissement des sommets de surface, par rapport à la surface moyenne.

$$S_{ku} = \frac{1}{(S_q)^4 A_e} \int_0^{L_y} \int_0^{L_x} Z^4(x,y) dx dy \quad (1.14)$$

1.3 Origine de la rugosité du procédé FSL

1.3.1 Orientation des surfaces de fabrication

Telles qu'illustrées dans la Figure 1.9, les surfaces obtenues par le processus de FSL peuvent être catégorisées selon leur angle de fabrication (θ) comme étant des surfaces supérieures ($0^\circ \leq \theta < 90^\circ$) et inférieures, ces dernières pouvant être supportées ($90^\circ < \theta \leq 135^\circ$) ou non supportées ($135^\circ < \theta \leq 180^\circ$). Il faut noter que l'angle maximal de fabrication des surfaces inférieures non supportées dépend fortement des propriétés de la poudre employée ainsi que de la stratégie de fusion de celle-ci (Atzeni et Salmi, 2015; Calignano, 2014), et que dans certains cas, il peut être de 150° (Wang et al., 2013).

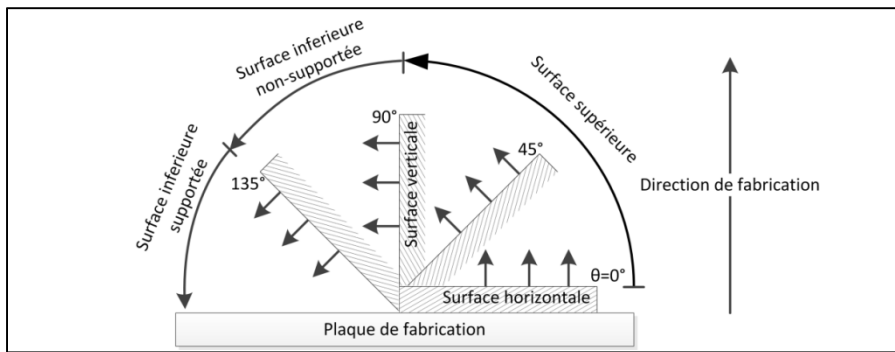


Figure 1.9: Représentation schématique de l'angle de fabrication (θ) des surfaces

1.3.2 Effet d'escalier

L'effet d'escalier est inhérent à toutes les technologies de FA qui utilisent le principe de fabrication par superposition de couches. Il est causé par l'approximation étagée des profils et surfaces inclinées, et il est influencé par l'épaisseur des couches (w) mais aussi par l'angle de fabrication des surfaces (θ) (Figure 1.10).

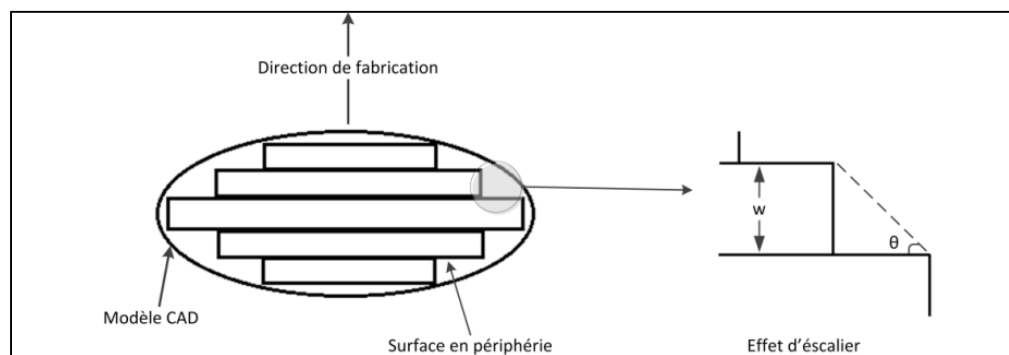


Figure 1.10: Illustration de l'effet d'escalier

La représentation de l'effet d'escalier de la Figure 1.10 se limite à la technologie de FSL, d'autres technologies de la FA, telles que la stéréolithographie, nécessitent une orientation supplémentaire (ϕ , voir Figure 1.11) pour décrire l'angle du profil de surface, celle-ci étant dépendante des propriétés du matériau (Ahn, Kim et Lee, 2009).

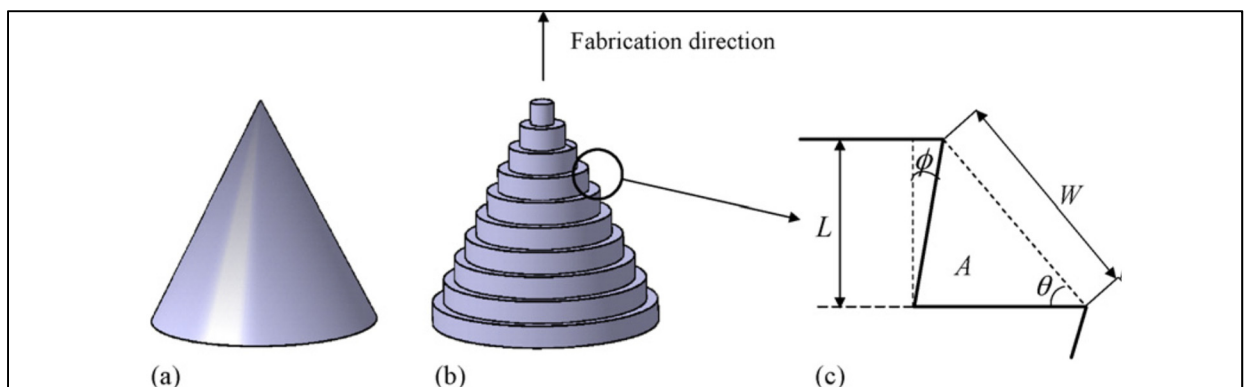


Figure 1.11: Effet d'escalier dans la FA: (a) modèle CAO; (b) découpage en tranches de la pièce; (c) schématisation du profil de surface (Ahn, Kim et Lee, 2009)

Strano et al. (2013) ont développé un modèle simplifié (1.15) mettant en évidence la rugosité arithmétique (R_a) des surfaces inclinées en fonction de l'épaisseur des couches (L_t) et de l'inclinaison des surfaces (α), telle que vue dans la Figure 1.12.

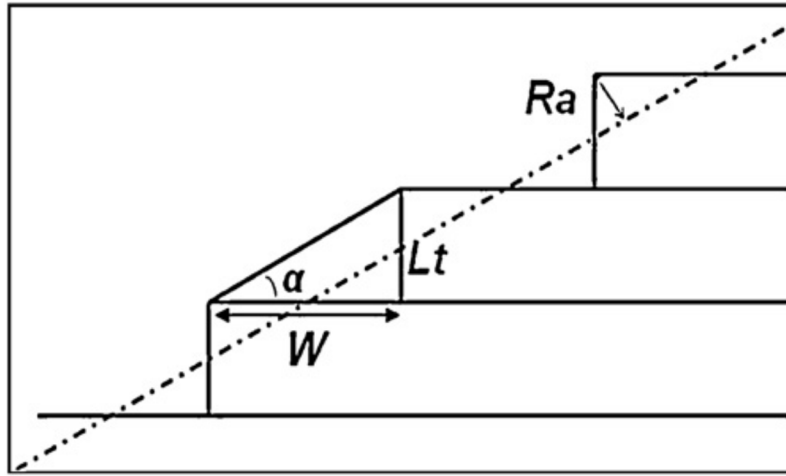


Figure 1.12: Représentation schématique du profil tranché.
La ligne pointillée représente la ligne médiane du profil
(Strano et al., 2013)

$$R_a^{Strano} = \frac{1}{L} \int_0^L |y(x)| dx = \frac{1}{4} L_t \cos(\alpha) \quad (1.15)$$

L'équation (1.15) permet de constater que, pour diminuer la rugosité causée par l'effet d'escalier, il faut soit diminuer l'épaisseur des couches, soit rapprocher l'angle de fabrication vers une orientation horizontale ($\alpha=0^\circ$) ou une orientation verticale ($\alpha=90^\circ$). Un compromis doit donc être fait entre le fini de surface et le temps de fabrication. En diminuant l'épaisseur des couches, l'effet d'escalier se voit diminué au prix de l'augmentation du temps de fabrication. Dans le cas où le fini de surface issu de l'utilisation de l'épaisseur de couches minimale (selon la machine de fabrication) n'est pas satisfaisant, il serait plus avantageux d'utiliser une épaisseur supérieure afin de diminuer le temps de fabrication et, par conséquent, le coût de fabrication. Un traitement de surface est nécessaire dans les deux cas malgré tout.

1.3.3 Accumulation des particules solides en périphérie

La Figure 1.13 compare l'évolution du fini de surface en fonction de l'angle de fabrication obtenu expérimentalement avec l'équation (1.15). Il est possible d'observer que l'effet d'escalier n'est pas suffisant pour expliquer l'évolution de la rugosité de surface en fonction de l'angle d'inclinaison, comme l'ont expliqué Strano et al. (2013).

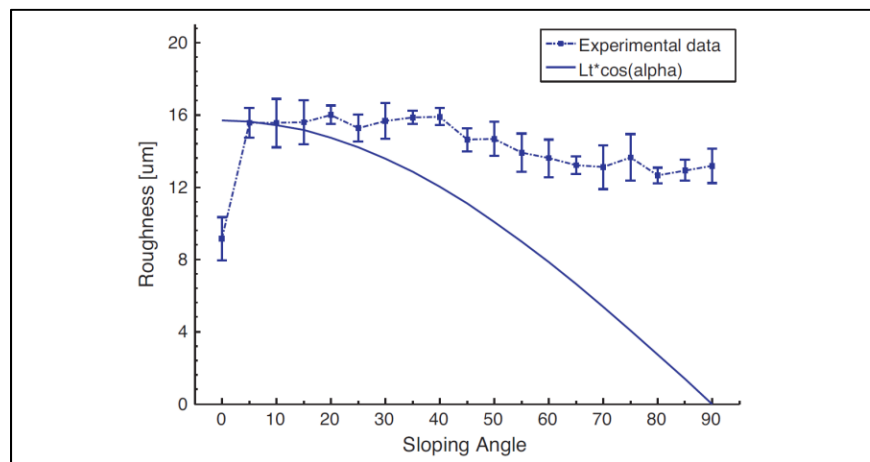


Figure 1.13: Comparaison de la rugosité expérimentale et simulée en accord avec l'équation (1.15) (Strano et al., 2013)

Un autre phénomène qui participe à l'augmentation de la rugosité est l'accumulation des particules partiellement frittées en périphérie de la pièce (Figure 1.14). Les particules solides adjacentes à la section fondue qui n'ont pas reçu assez d'énergie pour fondre se frittent en surface (Yan et al., 2012). Ce phénomène est aggravé pour des surfaces inférieures non supportées, car elles sont en contact direct avec la poudre non fondue à la place d'un matériau densément fusionné. Pendant que le bain de fusion (*melt pool* en anglais) s'enfonce dans le lit de poudre le supportant, en raison de la gravité et des forces capillaires, une quantité plus importante de particules colle à la surface en porte-à-faux (Kruth et al., 2007).

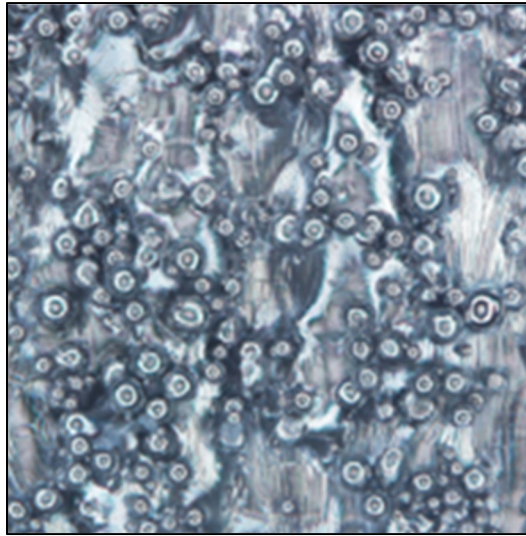


Figure 1.14: Illustration des particules partiellement frittées sur une surface à 90°

1.3.4 Phénomène d'agglomération

Le phénomène d'agglomération (*balling effect* en anglais) est la séparation du cordon fondu en gouttelettes. Lorsque le laser fait fondre la poudre, une large variation de propriétés thermiques apparaît à travers la ligne fondue. Cela crée une grande variation de tensions de surface, ce qui provoque la division de la ligne fondue en plusieurs entités sphériques, celles-ci tentant de minimiser leur énergie de surface (Mumtaz et Hopkinson, 2009). Ces entités s'accumulent au bord de la ligne fondue sous forme de gouttelettes, participant ainsi de façon minime à la rugosité (Figure 1.15).

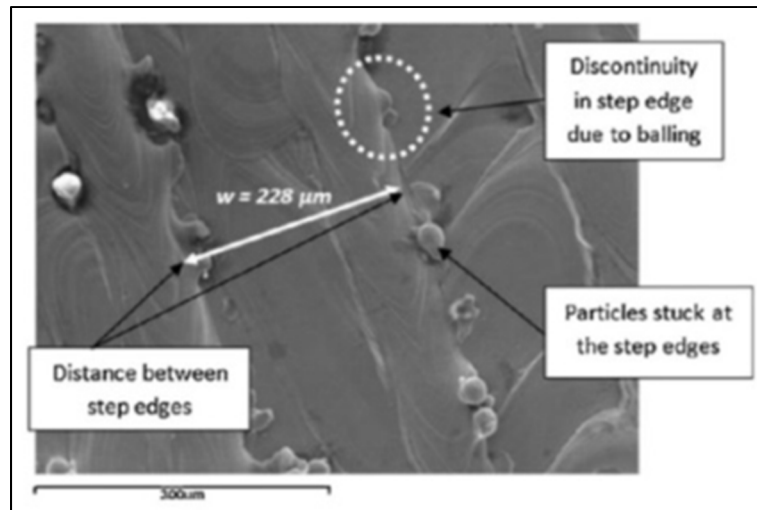


Figure 1.15: Illustration du phénomène d'agglomération (Strano et al., 2013)

Le phénomène d'agglomération peut être réduit en diminuant la quantité d'oxygène présente dans l'atmosphère de la chambre de fabrication, en optimisant la puissance du laser par rapport à la vitesse de balayage et, finalement, en effectuant une refusion de la surface (Li et al., 2012). Souvent, des paramètres de fabrication déjà optimisés sont fournis par les fabricants de machines ou de poudres.

1.3.5 Phénomène d'ondulation

Le phénomène d'ondulation (*rippling effect* ou *waviness* en anglais) est principalement présent sur les surfaces horizontales, tel qu'illustré à la Figure 1.16. Pendant que le laser se déplace et fait fondre la poudre, un gradient de température se crée entre le bain de fusion et la zone solidifiée (préalablement fondue). Un gradient de surface de tension est ainsi créé, qui, au retour, génère des forces de cisaillement sur la surface du liquide. Ces forces sont orientées vers le front de solidification. Pendant le refroidissement, le gradient de température étant moins intense, la gravité et l'effet de courbure des surfaces agissent contre les forces de cisaillement, nivelant ainsi la surface. Le processus de relaxation, ralenti par des forces visqueuses, ne peut pas être complètement accompli, ce qui entraîne l'apparition d'ondulations (Ramos, Bourell et Beaman, 2003).

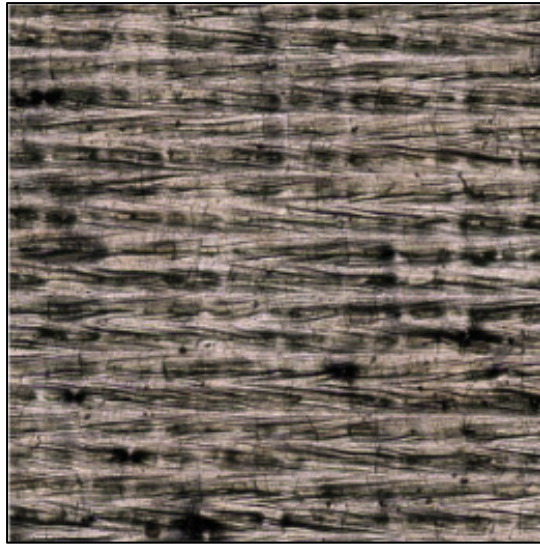


Figure 1.16: Illustration du phénomène d'ondulation sur une surface horizontale

1.4 Techniques de polissage

Le fournisseur de la poudre EOS Co-Cr MP1, offre les valeurs de la rugosité obtenue (pour les systèmes EOSINT M) selon une surface horizontale ($\theta=0^\circ$) et ce, d'après les paramètres de fabrication. Le Tableau 1.1 résume la rugosité arithmétique (R_a) ainsi que la hauteur maximale du profil (R_z) obtenues en fonction de l'épaisseur des couches de fabrication. Il est clair qu'en diminuant l'épaisseur des couches, on obtient un meilleur fini de surface, et ce, aux dépens du temps de fabrication.

Tableau 1.1: Fini de surface (R_a et R_z) de l'EOS Co-CR MP1 en fonction de l'épaisseur des couches de fabrication

	Épaisseurs des couches (μm)	R_a (μm)	R_z (μm)
MP1 Surface	20	4-10	20-40
MP1 Performance	40	7-10	35-50
MP1 Speed	50	8-12	38-50

La Figure 1.17 compare le fini de surface et les tolérances obtenues par différents processus d'enlèvement de matière et illustre les états de rugosité, de même que le tolérancement de la FA pour la poudre EOS Co-Cr MP1 (MP1 Performance). Presque toutes ces techniques offrent des résultats prometteurs dans l'amélioration du fini de surface des pièces.

Quelques-unes de ces techniques seront discutées dans les sections suivantes. Elles seront examinées en raison de leur capacité à traiter des surfaces de forme complexe, ainsi que des cavités et canalisations internes d'une pièce.

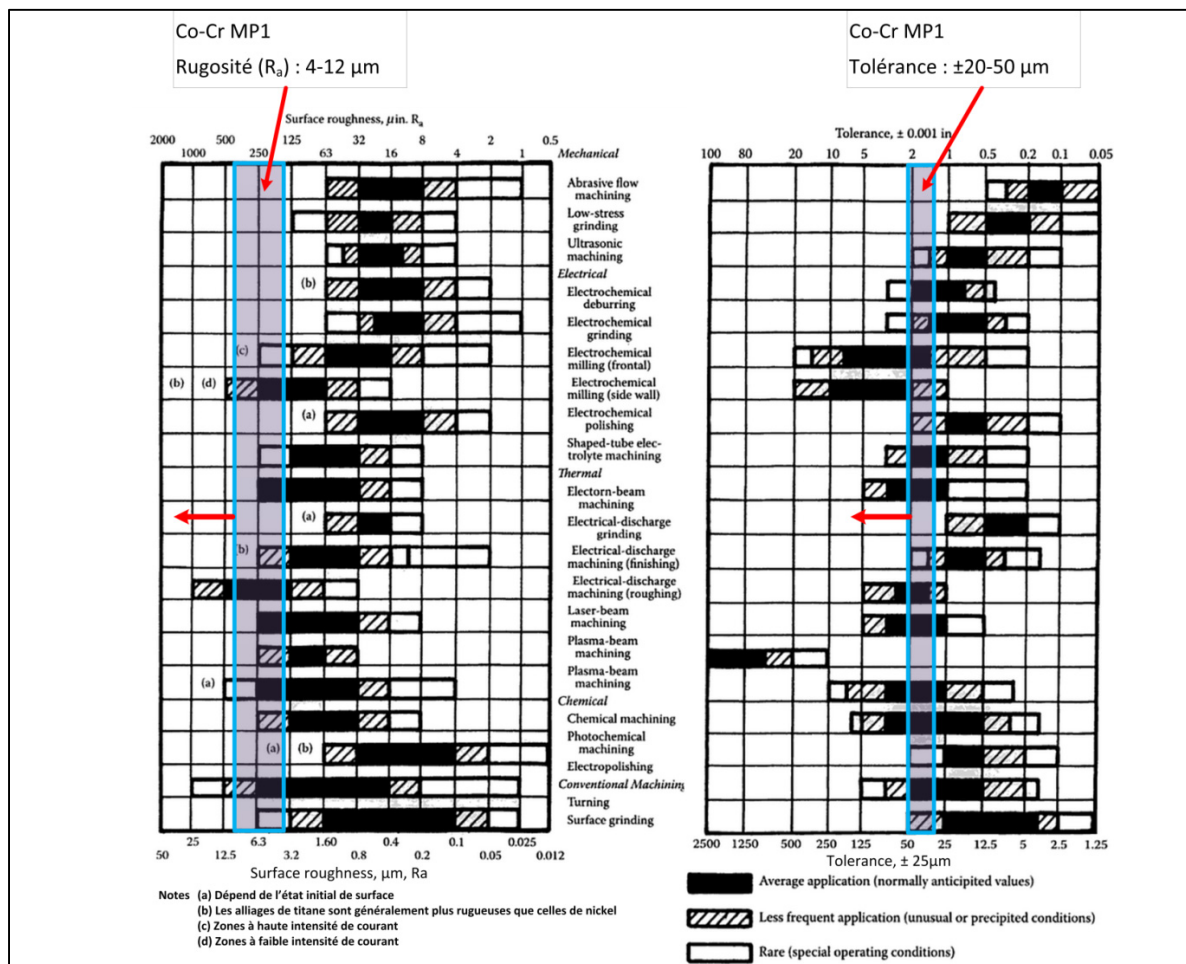


Figure 1.17: Rugosité de surface et tolérances pour différents techniques d'enlèvement de matière. Tirée et adaptée de Knight et Boothroyd (2005)

1.4.1 Usinage par écoulement abrasif

L'usinage par écoulement abrasif (en anglais : *Abrasive Flow Machining*, ou AFM) est un processus de finition qui enlève de petites quantités de matière en écoulant du mastic semi-solide chargé d'abrasif à travers la pièce, tel qu'illustré à la Figure 1.18. Le milieu abrasif peut être considéré comme une pierre de meulage déformable qui est extrudée à travers des bords ou des surfaces pour ébavurer, arrondir, polir avec un aspect miroir ou produire des contraintes résiduelles de compression (Benedict, 1987).

Avantages

- Ébavurer, polir et arrondir en une seule opération,
- Résultats plus répétitifs comparativement au polissage manuel,
- Capable de polir des zones inaccessibles par des méthodes conventionnelles,
- Production en lots,
- Plus rapide que la finition manuelle.

Limites

- Perte de mastic à la fin du nettoyage des pièces (piégé dans la pièce),
- Ne peut pas atteindre des trous borgnes,
- Montage coûteux,
- Plus de matière enlevée dans les zones offrant une plus grande restriction au passage du mastic (enlèvement de matière non uniforme).

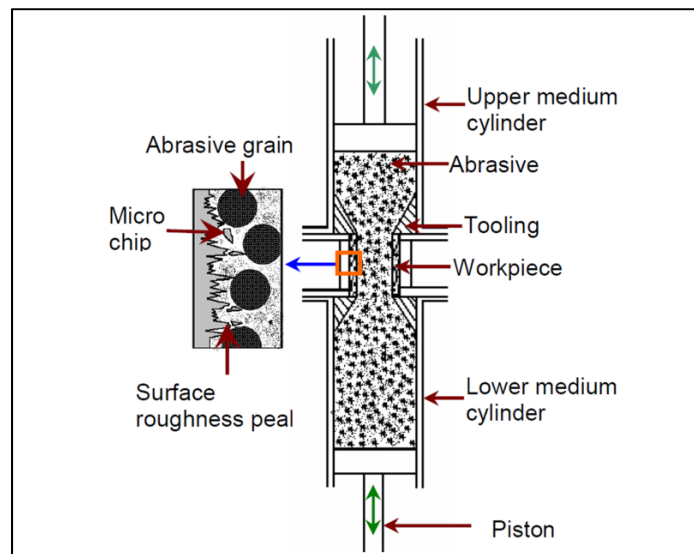


Figure 1.18: Principe d'enlèvement de matière de l'AFM (Sankar, Jain et Ramkumar, 2011)

1.4.2 Électropolissage

Le processus d'électropolissage est utilisé pour polir des pièces métalliques. Le principe de fonctionnement est l'inverse de l'électroplaqage, où il s'agit d'enlever de la matière de la pièce à polir, plutôt que d'en ajouter. La pièce à polir est placée en anode dans une cellule électrolytique, et le circuit est fermé par une électrode placée en cathode (voir Figure 1.19).

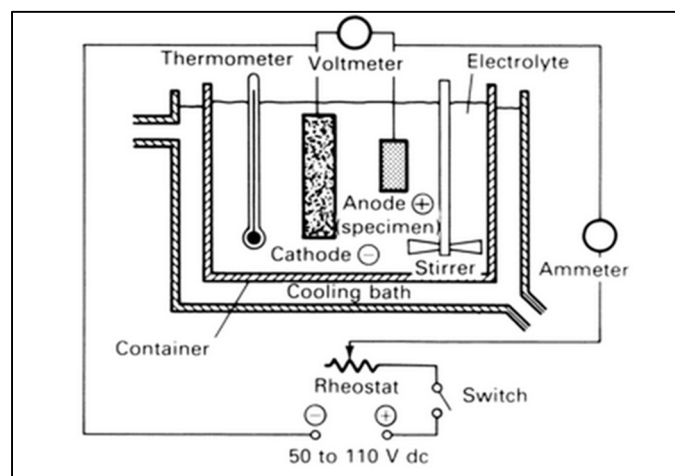


Figure 1.19: Montage d'électropolissage typique (Vander Voort, 1984)

Avantages

- Polissage uniforme sur l'intérieur et l'extérieur d'une pièce,
- Travail en lot,
- Surfaces absentes de contraintes résiduelles,
- Apparence brillante.

Limites

- Dissolution sélective de différentes phases des alliages multiphasiques,
- Élaboration des paramètres idéaux fastidieuse.

1.4.3 Comparaison des méthodes d'amélioration du fini de surface : AFM et EP

Un des principaux avantages de la FA est la possibilité de fabriquer des pièces à forme complexe avec des motifs internes, telles que des canaux de refroidissement conformes à des moules d'injection. Il est intéressant de comparer les techniques d'amélioration de fini de surface selon leur efficacité à polir des cavités et canalisations internes d'une pièce. De plus, le processus doit permettre d'atteindre les précisions géométriques et l'aspect visuel souhaités.

Pour des pièces pleines (absence de cavités et canalisations internes), les techniques de polissage conventionnelles (manuelle ou par usinage) restent idéales, à condition que la surface de la pièce soient accessibles aux outils de polissage.

1.4.3.1 Polissage intérieur

Chacune des techniques de polissage présentées comporte des avantages et des limitations propres à son mode de fonctionnement.

AFM : idéal pour des sections/passages en série présentant des restrictions similaires. Si des sections successives (en série) n'ont pas des sections équivalentes, comme illustré à la Figure 1.20-a, alors la section avec le passage le plus restreint sera polie davantage par rapport à une section où le passage du mastic est plus aisé (Benedict, 1987).

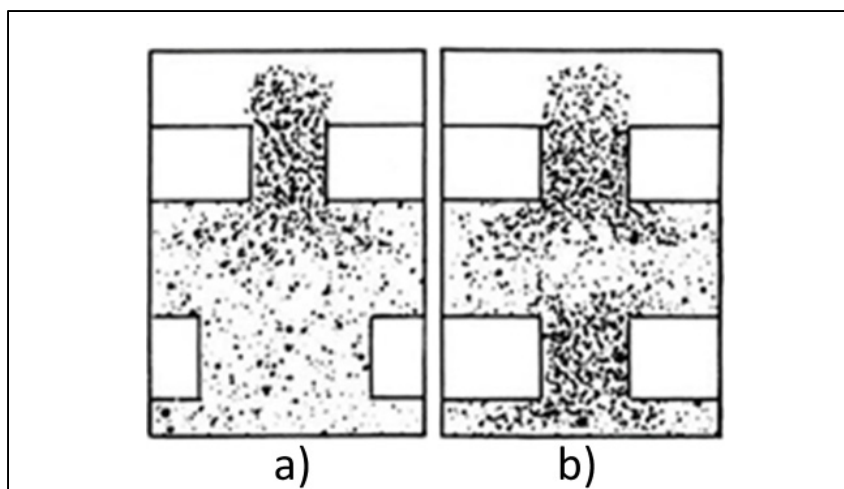


Figure 1.20: Passage du mastic dans l'AFM des sections
a) non équivalentes ou b) équivalentes.
Tirée et adaptée de Benedict (1987)

Si la pièce présente des motifs internes de type trou borgne, étant donné que le passage du mastic n'est pas possible, il est impossible de les polir. De plus, dans le cas de l'AFM à deux sens, l'écoulement du mastic se faisant dans la même direction, les rainures perpendiculaires à l'écoulement auront tendance à s'aplatir davantage par rapport à celles qui sont parallèles (Kenda et al., 2011).

EP : compte tenu de la nature fluide de l'électrolyte, celui-ci peut pénétrer à l'intérieur de tous les aspects internes d'une pièce, à condition que le gaz occupant ces sections puisse s'échapper. De plus, étant donné la nature conductrice des métaux, toute la pièce devient anodique lorsqu'elle est branchée à une source de potentiel (dans le milieu électrolytique). Cela permet d'obtenir un polissage sur toute la surface d'une pièce à condition qu'une cathode soit présentée devant la surface à traiter. Par contre, afin d'assurer un polissage uniforme, l'électrolyte devra être renouvelé continuellement sur toute la surface de la pièce, sans quoi il finira saturé par les ions métalliques, diminuant ainsi l'efficacité du polissage.

1.4.3.2 Tolérancement et aspect visuel

EP : attendu que le taux d'enlèvement de matière est relativement bas ($1 \mu\text{m}/\text{min}$) (ASTM-E1558, 2009a), il est relativement facile de contrôler l'enlèvement de matière et donc atteindre les précisions souhaitées. Par contre, des attaques préférentielles peuvent arriver à l'interface entre deux phases ou s'il y a présence d'une inclusion dans la pièce (Vander Voort, 1984). Cela occasionnerait un nivellement non uniforme de la surface. De plus, étant donné que la densité de courant est plus intense dans des arrêts vifs, tels que les arrêts et les sommets, ceux-ci sont attaqués davantage, ce qui entraîne leur arrondissement. Finalement, en diminuant les irrégularités aussi basses que $0.01 \mu\text{m}$, les surfaces obtiennent généralement une très bonne finition (miroir). Ce comportement est généralement attribué à la formation d'une mince couche partiellement passive, directement sur la surface du métal (Schigolev, 1970).

AFM : des diminutions aussi basses que 90% de la rugosité initiale ont été reportées, avec des variations dimensionnelles minimales (Sankar, Jain et Ramkumar, 2011). Le processus peut ébavurer des trous avec un diamètre aussi petit que 0.2 mm et rayonner les congés de 0.025 mm à 1.5 mm. Les tolérances peuvent être gardées à $\pm 5 \mu\text{m}$ et la reproductibilité du taux d'enlèvement de matière est au-delà de 90% (Benedict, 1987). Cependant, pour de longs alésages, le fini obtenu ne peut être constant en raison des pertes de pression dans le mastic (Gillespie, 1981).

Compte tenu de ce qui précède, l'EP est considéré plus adéquat pour le traitement des surfaces fabriquées par FSL et sera utilisé dans le cadre de cette étude.

1.5 Électropolissage

1.5.1 Processus d'électropolissage

Le processus d'EP est la combinaison d'une action de nivellement de la surface et de lustrage. Le processus de nivellement est accompli par dissolution préférentielle des collines ou des crêtes des surfaces rugueuses, qui peuvent provenir du processus de mise en forme du matériel. Lorsqu'une telle surface est placée de manière anodique dans un milieu (cellule) électrolytique, en raison de l'interaction entre le métal et l'électrolyte, une couche visqueuse adjacente à la surface se forme immédiatement. Cette couche visqueuse, connue sous le nom de « film de polissage », possède une plus grande résistance électrique que le reste de la solution (l'électrolyte) (Vander Voort, 1984).

La Figure 1.21 illustre la couche visqueuse en surface. La résistance de la couche visqueuse à la crête A étant plus petite qu'au creux C ($D_{AB} < D_{CD}$), elle laisse passer un courant plus intense, résultant dans une attaque préférentielle des crêtes par rapport au creux. D'autres phénomènes, tels que la diffusion ionique et moléculaire facilitée à travers une couche visqueuse plus mince, peuvent aussi contribuer au phénomène de lissage et de lustrage des surfaces. Généralement, il est admis que les espèces chimiques régissant le mécanisme de transfert de masse dépendent à la fois de la nature métallique de l'anode et de l'électrolyte (Landolt, Chauvy et Zinger, 2003).

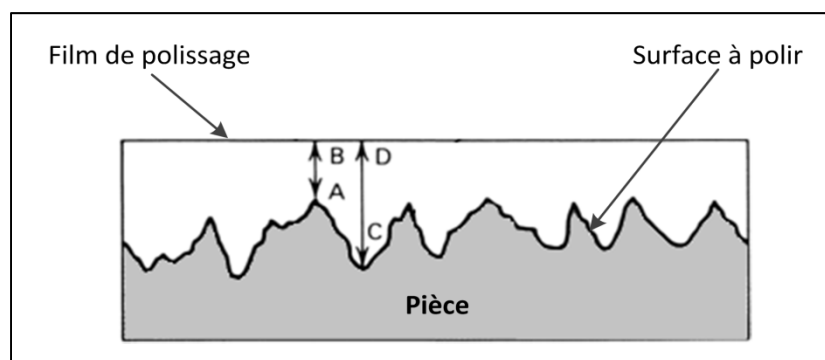


Figure 1.21: Illustration de la couche visqueuse.
Tirée et adaptée de Vander Voort (1984)

Matlosz (1995) propose deux mécanismes de transport de masse à travers la couche visqueuse : le modèle du film de sel duplex (en anglais *duplex salt film*) et le modèle accepteur d'adsorbant (en anglais *adsorbate acceptor*).

1.5.2 Relation entre la densité de courant et le potentiel appliqué

La courbe de polarisation d'un matériau métallique dans un électrolyte donné permet de tirer plusieurs informations en ce qui concerne l'activité en surface de la pièce lors du processus d'EP. Elle met en évidence l'évolution de la densité courant en surface (A/cm^2) en fonction du potentiel appliqué (V).

Selon ASM-Vol.9 (2004), la relation courant-potentiel peut varier selon l'électrolyte et le métal utilisé. Une première option est que le courant évolue selon une relation simple (linéaire) avec le potentiel appliqué (Figure 1.22). Aux bas potentiels, un film se crée sur la surface et peu ou pas de courant passe. Ainsi, la surface est gravée (en anglais *etched*). À des potentiels plus élevés, la surface est polie.

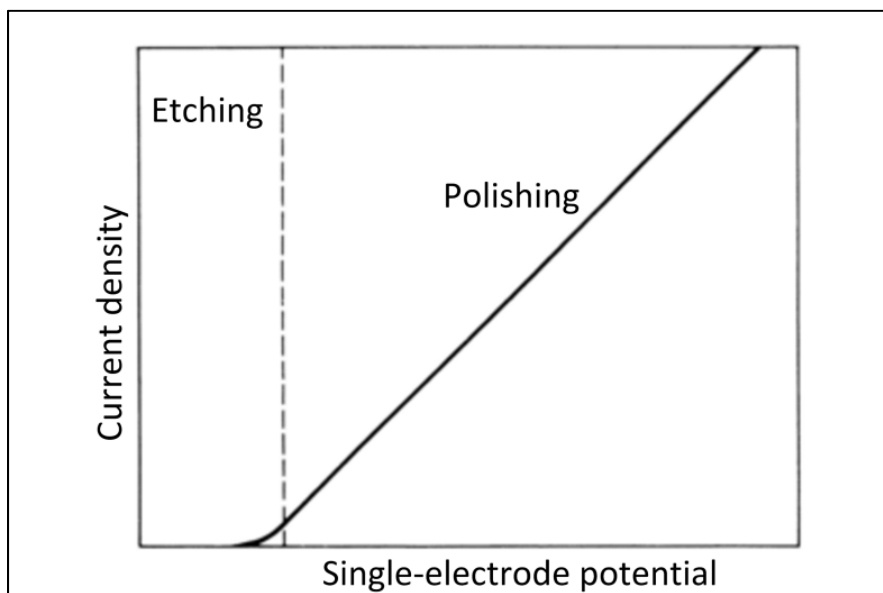


Figure 1.22: Évolution de la densité de courant comparé au potentiel appliqué pour des électrolytes pouvant polir sur une large gamme de potentiels et courants (ASM-Vol.9, 2004)

Une deuxième option est caractérisée par l'apparition d'un plateau stable de la densité de courant. Geels et al. (2007) ont identifié plusieurs régions d'intérêt sur cette forme de courbe de polarisation et elles sont illustrées dans la Figure 1.23. L'évolution de la surface de l'échantillon est illustrée dans la Figure 1.24.

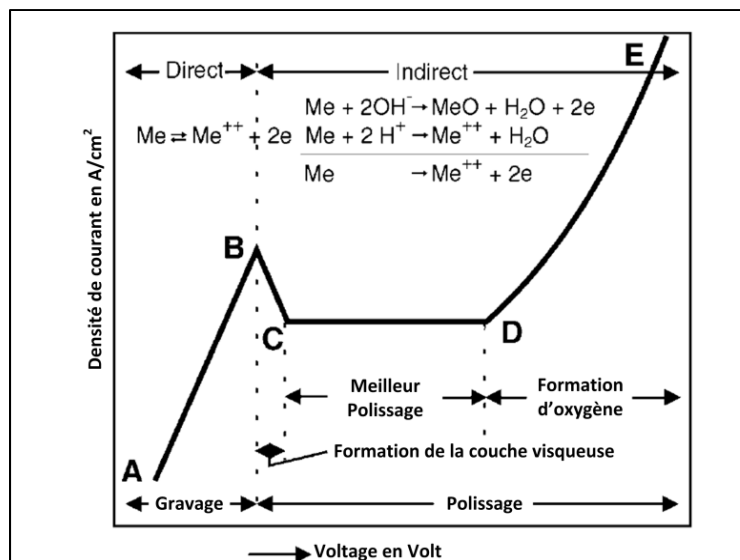


Figure 1.23: Courbe théorique montrant la densité de courant en fonction du voltage pendant le processus d'EP. Tirée et adaptée de Geels et al. (2007)

La section A-B représente une dissolution anodique directe et, au point B, une couche visqueuse se forme en surface de l'anode. À ce point, le taux de matière enlevée par l'attaque électrochimique est très faible. La section B-C présente quant à elle un état d'instabilité de l'intensité de courant (diminuant avec l'augmentation du potentiel). Finalement, la section C-D présente un plateau stable de l'intensité de courant avec l'augmentation du potentiel. Cette section est idéale pour effectuer le polissage, car la couche visqueuse préalablement formée au point B, qui a un effet de passivation, atteint l'équilibre. C'est à ce stade que la matière est enlevée par diffusion à travers la couche visqueuse de façon sélective, les crêtes de la surface étant attaquées préférentiellement par rapport aux creux (voir section 1.5.1) ce qui entraîne un nivellement de la surface. Dans cette plage de potentiel (C-D), le taux d'enlèvement de matière est indépendant du potentiel appliqué, la densité de courant étant constante. En

s'approchant du point D, des bulles (normalement de l'oxygène) commencent à se former à la surface de la pièce. À ce point, l'EP est encore faisable, mais en s'approchant du point E, la formation de bulles devient plus intense, brisant la couche visqueuse. Cela rend l'EP impossible et peut même détruire l'aspect poli de la surface (formation de piquûres).

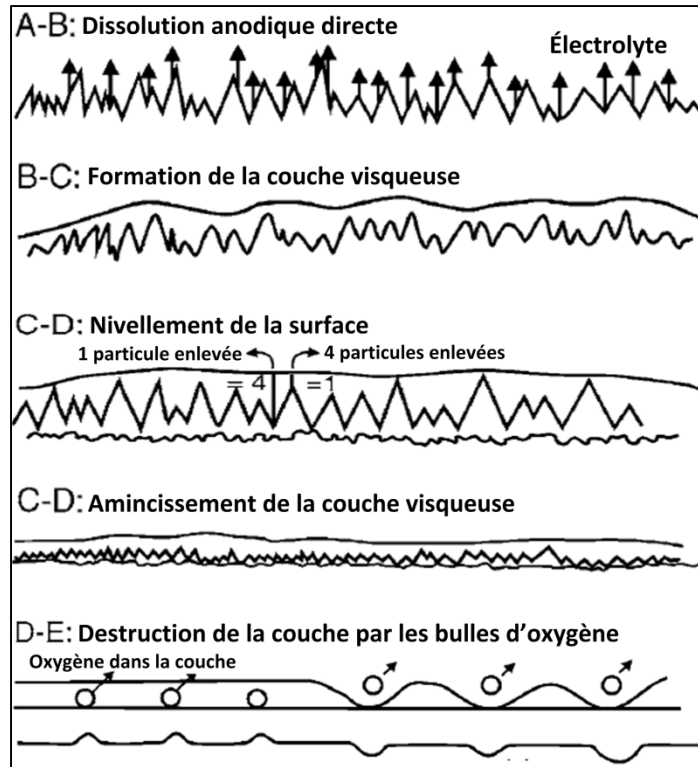


Figure 1.24: Schématisation de la surface de l'échantillon au cours des différentes étapes du processus de gravure et polissage électrolytique. Tirée et adaptée de Geels et al. (2007)

1.5.3 Paramètres influençant le processus d'électropolissage

Lors du processus d'EP, plusieurs paramètres peuvent influencer le processus et donc le résultat final. Le plus souvent, les paramètres de contrôle de l'EP d'un matériau donné sont : nature et température de l'électrolyte, densité de courant (voltage) appliqué et temps d'exposition; les autres paramètres restent constants ou sont contrôlés par le dispositif d'EP (Hahn et Marder, 1988). Outre celles-là, les variables qui influencent l'EP sont les suivantes (Vander Voort, 1984) :

- Aire de la surface à polir,
- Orientation de l'échantillon à polir (anode) et de la cathode dans le bain,
- Ratio de surface entre la cathode et l'anode,
- Distance entre la cathode et l'anode,
- Profondeur de l'échantillon sous la surface de la solution,
- Niveau d'agitation du bain d'électrolyte,
- Propreté de l'électrolyte et les changements de composition,
- Composition de l'échantillon, incluant les impuretés,
- Nature de la cathode,
- Structure de l'anode (monophasée/polyphasée),
- Rugosité de surface initiale,
- Procédure de nettoyage des surfaces post-traitement.

Lee et Lai (2003) ont étudié l'effet des paramètres d'EP (temps d'exposition et distance anode-cathode) de l'acier inoxydable 316L dans un électrolyte contenant de l'acide phosphorique, acide sulfurique, glycérine et eau déminéralisée (ratio molaire/massique non spécifié). Ils ont trouvé qu'un temps d'exposition optimal pour obtenir des surfaces lisses existe et qu'en dépassant ce temps, la rugosité change peu, mais que certains coins des échantillons commencent à présenter des arrondis, ce qui peut influencer la précision dimensionnelle de la pièce. De plus, il a été vu qu'une distance minimale entre l'anode et la cathode doit être respectée afin de favoriser l'évacuation des bulles d'hydrogène. Cela permet de garder la couche visqueuse uniforme sur l'anode et offre donc un meilleur fini de surface final.

Hahn et Marder (1988) ont étudié l'effet des paramètres d'EP (temps d'exposition, température du bain d'électrolyte et composition de l'électrolyte) de l'acier T11 (1Cr, $\frac{1}{2}$ Mo) dans différents mélanges électrolytiques (consulter la référence pour plus de détails) sur les courbes potentio-dynamiques de densité de courant-voltage correspondantes. Ils ont découvert qu'en changeant la température, la pente des plateaux de polissage, tels que ceux de la Figure 1.23, change, offrant des plages de densité de courant idéales différentes. Malgré tout, des régions distinctes des courbes de polarisation sont repérables, et de bons résultats ont pu être obtenus à des températures plus élevées (22-25°C vs 2-5°C). Les auteurs

concluent leur recherche en spécifiant que pour chaque combinaison d'électrolyte/métal/température, des paramètres spécifiques doivent être développés, mais que les étapes d'élaboration des courbes « densité de courant – voltage », qui permettent d'obtenir des conditions optimales pour un polissage électrolytique, sont universelles.

Tegart (1959) rapporte que pour le polissage électrolytique du cuivre dans de l'acide orthophosphorique contenant différentes quantités de glycérol, la densité de courant limite est inversement proportionnelle à la viscosité de l'électrolyte.

Agar et Hoar (1947) ont étudié l'effet de la taille du système d'électropolissage en comparant deux cellules, A et B, qui diffèrent uniquement en taille. Pour que B soit une représentation fidèle de A (pour que la densité de courant et le potentiel soient identiques dans tous les points correspondants des deux cellules), alors le ratio l/K (où l est la longueur de la ligne joignant deux points correspondants sur l'électrode dans les cellules et K est la conductivité spécifique) doit rester constant. Ainsi, pour tout changement de l , K doit être modifié en conséquence.

En général, le temps requis pour polir électrochimiquement une pièce augmente avec la rugosité initiale de la pièce. De plus, les courbes « densité de courant – voltage » peuvent varier entre un échantillon à la rugosité plus élevée et un échantillon poli, changeant ainsi la densité de courant à appliquer. Il apparaît donc qu'il existe une rugosité initiale optimale (Vander Voort, 1984).

1.5.4 Électrolytes

Comme nous remarquons dans la section précédente, des paramètres spécifiques doivent être développés pour chaque combinaison d'électrolyte/métal/température. Néanmoins, des recommandations existent déjà en ce qui concerne l'électrolyte à employer lorsque la nature du métal à polir est déjà connue. À cet effet, l'ASTM propose une multitude d'électrolytes à employer dans le cas du polissage électrolytique des spécimens métallographiques dans la norme ASTM-E1558 (2009b).

Lors du choix de l'électrolyte, certaines caractéristiques à considérer sont proposées :

- L'électrolyte devrait être un peu visqueux (valeurs non spécifiées).
- L'électrolyte devrait être un bon solvant de l'anode dans des conditions d'électrolyse. Les produits insolubles risquent de former un dépôt sur la surface de l'échantillon, empêchant ainsi le polissage.
- L'électrolyte ne devrait pas attaquer le métal lorsqu'il n'y a pas de courant qui circule.
- L'électrolyte devrait offrir de bons résultats à la température de la chambre. Si l'électrolyse est faite sur une base continue, il est recommandé de refroidir l'électrolyte.

Le Tableau 1.2 comprend quelques électrolytes recommandés pour l'EP du nickel et ses alliages nickel-chrome, ainsi que celui du titane.

Tableau 1.2: Électrolytes pour l'électropolissage du nickel et des alliages nickel-chrome, ainsi que ceux du titane. Tiré et adapté d'ASTM-E1558 (2009b).

Catégorie	Matériau	Électrolyte		Voltage (V)	Temps (s)
		Composante	Volume (ml)		
I-4	Ni, Ti	Acide perchlorique (30%) Éthanol (95%) 2-butoxy éthanol	200 700 100	30-64	15-60
I-9	Ti	Méthanol (absolu) 2-butoxy éthanol Acide perchlorique (65%)	590 350 60	58-65	45
I-13	Ni, Ti	Éthanol (95%) Butylcellosolve Eau Acide Perchlorique	700 100 137 62	20	20
II-1	Ti	Acide acétique (glacial) Acide perchlorique (60%)	940 60	20-60	60-300
II-2	Ti	Acide acétique (glacial) Acide perchlorique (60%)	900 100	12-70	30-120
II-3	Ti	Acide acétique (glacial) Acide perchlorique (60%)	800 200	40-100	60-300
II-4	Ni, Ni-Cr	Acide acétique (glacial) Acide perchlorique (60%)	700 300	40-100	60-300
VIII-1	Ni, Ni-Cr	Méthanol (absolu) Acide nitrique	660 330	40-70	10-60

1.5.5 Applications secondaires

Le processus électrochimique peut être employé pour des applications autres que le polissage. Zhao (2007) s'est servi du processus électrolytique pour modifier l'aspect visuel des fils orthodontiques fabriqués en alliage de titane-molybdène et titane-niobium. La couche passive obtenue en surface des fils révèle un large spectre de couleurs émanant du phénomène iridescent. De plus, l'épaisseur des couches passives des métaux passivables peut être augmentée, de façon à rendre le matériau davantage résistant au phénomène de corrosion.

1.5.6 Exemples des résultats

Huang, Chen et Chang (2008) ont étudié le comportement de l'Inconel 718 au polissage électrochimique dans un électrolyte contenant différents ratios volumiques d'acide acétique (99.7% massique) et perchlorique (70 % massique). Ils ont établi qu'il est possible d'obtenir une surface lisse avec un aspect miroir lorsque l'EP est réalisé dans un électrolyte comportant 20 % à 30 % volumique d'acide perchlorique, ce qui est conforme à la catégorie II-4 du Tableau 1.2. De plus, ils précisent que le mécanisme de polissage de l'Inconel 718 dans ce type d'électrolyte (20-30% vol. HClO_4) est le film de sel généré en surface des échantillons. Cela veut dire que le paramètre de contrôle attendu d'EP de l'IN625 dans ce même électrolyte sera le potentiel appliqué, vu la forte ressemblance entre la composition chimique de l'IN718 et celle de l'IN625.

Pyka et al. (2012) ont développé un protocole de modification de surface des structures 3D à porosité ouverte fabriquées en Ti-6Al-4V par la technologie de FSL. Des mélanges à base d'acide fluorhydrique ont été utilisés pour effectuer une attaque chimique suivie d'un polissage électrochimique, dans le but d'obtenir une distribution homogène de la rugosité de surface sur la pièce entière. D'abord, l'attaque chimique sert à enlever les particules frittées en surface, pour par la suite réduire plus efficacement la rugosité par le processus d'EP. En optimisant le processus, des réductions jusqu'à 50% de la rugosité initiale ($R_a = 12 \mu\text{m}$) ont été obtenues.

Löber et al. (2013) ont comparé (combiné) différentes techniques de post-traitement pour l'amélioration de fini de surface des pièces fabriquées en acier 316 L par FSL. Ils ont trouvé que le processus d'EP permet de réduire la rugosité des surfaces verticales jusqu'à 60 % de la valeur initiale ($R_a = 15.03 \mu\text{m}$). Par contre, en effectuant un sablage avant l'EP, la rugosité a été réduite jusqu'à 24 % de la valeur initiale.

Teixeira (2013) a été capable de réduire la rugosité des pièces fabriquées en Ti-6Al-4V par frittage sélectif au laser (en anglais *selective laser sintering*) jusqu'à 50-70% de l'état normalement prévu. Il a utilisé un électrolyte composé de 1 Mol de Na-Cl dans de l'éthylène-glycol avec des cathodes en graphite et appliqué un potentiel pulsé. La direction de fabrication des échantillons n'est pas spécifiée, mais les images des échantillons utilisés laissent croire que la surface étudiée était verticale ($\theta=90^\circ$).

D'un autre côté, Lassell (2016) a utilisé un électrolyte non-aqueux composé d'alcool éthylique (700 ml/L), d'alcool isopropylique (300 ml/L), de chlorure d'aluminium (60 g/L) et de chlorure de zinc (250 g/L) pour polir des pièces fabriquées en Ti-6Al-4V à l'aide de la fusion par faisceau d'électrons (en anglais *electron beam melting*). Il a trouvé que le processus d'EP est nuisible pour le fini de surface en termes Ra, mais en même temps efficace pour éliminer les imperfections de surface, telles que les ondulations présentes sur les surfaces horizontales ($\theta=0^\circ$).

1.6 Sommaire

En rassemblant les dernières assertions, il est maintenant possible de définir clairement la problématique de recherche, les objectifs du projet et la méthodologie employée.

1.6.1 Problématique de recherche

Au terme de cette revue de la documentation, il ressort que beaucoup de travaux de recherche sur l'électropolissage des composants métalliques fabriqués par la FA sont concentrés principalement sur l'optimisation des paramètres d'opération. Les coupons utilisés dans ces études sont fabriqués dans la direction horizontale ou verticale uniquement. Étant donné qu'une pièce fabriquée par FSL peut contenir des surfaces orientées différemment et que la rugosité d'une surface dépend fortement de son orientation, le processus d'EP doit être étudié et optimisé en utilisant des échantillons détenant des surfaces fabriquées sur tout le spectre d'orientations de fabrication ne nécessitant pas l'utilisation de supports de fabrication.

Le processus d'EP est accompagné inévitablement de pertes de masse et, par conséquent, par d'une réduction dimensionnelle de la pièce traitée. Afin d'obtenir les dimensions ainsi que le fini de surface exigé après le processus d'EP, la relation entre le fini de surface et la perte en épaisseur doit être établie. De plus, l'étude sera axée sur l'EP des surfaces internes, compte tenu de la difficulté d'y accéder par d'autres méthodes de finition.

1.6.2 Objectifs du projet

Deux alliages seront traités dans le cadre de ce projet : Ti-6Al-4V et IN625. Pour chacun de ces alliages, les objectifs suivants devront être atteints :

- Déterminer les conditions d'électropolissage qui permettent d'obtenir le meilleur fini de surface;
- Homogénéiser, dans la mesure du possible, le fini de surface pour l'ensemble des orientations de fabrication;
- Déterminer les surépaisseurs spécifiques au processus d'EP;
- Valider le processus d'EP sur des canalisations internes.

Les prochains chapitres préciseront comment ces objectifs ont été atteints.

CHAPITRE 2

ELECTROPOLISHING AND ELECTROPOLISHING-RELATED ALLOWANCES FOR POWDER BED SELECTIVELY LASER-MELTED Ti-6Al-4V ALLOY COMPONENTS

V. Urlea, V. Brailovski

Department of Mechanical Engineering, École de technologie supérieure, 1100, Notre-Dame
Street West, Montreal (Quebec), Canada H3C 1K3

Ce chapitre a été soumis, accepté et publié dans «Journal of materials processing technology»
à titre de «Research Paper» le 19 septembre 2016

2.1 Avant-propos

L'article présenté dans ce chapitre résume partiellement les travaux de recherche effectués dans le cadre de cette maîtrise. Par ailleurs, il est possible de remarquer une redondance entre certains points abordés au premier chapitre de ce mémoire et la section *Introduction* de cet article. Cela était inévitable étant donné la nécessité de présenter dans le mémoire une revue exhaustive de la documentation, indépendante de l'article.

2.2 Résumé (français)

Cette étude consiste dans l'optimisation de la densité de courant nécessaire pour l'électropolissage efficace des coupons fabriqués en Ti-6Al-4V contenant de multiples surfaces, lesquelles étaient orientées par rapport à la plaque de fabrication à des angles compris entre 0 et 135°. Il a été montré qu'en dépit d'une grande dispersion de la rugosité des surfaces ainsi-fabriquées, allant de $R_a=4\text{ }\mu\text{m}$ (0°) à $R_a=23\text{ }\mu\text{m}$ (135°), toutes les surfaces ont été polies jusqu'à une rugosité uniforme de $R_a=1-3\text{ }\mu\text{m}$. Cela indique que plus le fini de surface des composants fabriqués est élevé, plus grande sera la quantité de matière nécessaire à enlever pendant l'électropolissage afin d'obtenir un fini de surface homogène. Finalement, le suivi individuel de la perte en épaisseur durant le processus d'électropolissage des coupons

fabriqués avec des orientations de fabrication différentes a permis d'établir des tolérances spécifiques pour chaque orientation de fabrication nécessaires pour l'électropolissage des composants fabriqués en Ti-6Al-4V par FSL.

2.3 Abstract

This study allowed the current density optimization for the efficient electropolishing of Ti-6Al-4V test coupons containing multiple surfaces, which were oriented with respect to the building platform under angles varying from 0 to 135°. It was shown that despite a large scatter in the as-built surface finish, ranging from $R_a=4\text{ }\mu\text{m}$ (0°) to $R_a=23\text{ }\mu\text{m}$ (135°), all the differently-oriented surfaces were polished down to a uniform roughness of $R_a=1\text{-}3\text{ }\mu\text{m}$. This means that the higher the as-built surface roughness, the larger the quantity of the material needed to be removed during electropolishing in order to reach a uniform level of surface finish. Finally, thickness evolution measurements during finishing of the differently-oriented test coupons allowed us to establish the build orientation-dependent allowances for the electropolishing of selectively laser-melted Ti-6Al-4V parts.

2.4 Introduction

Additive manufacturing (AM) is described by ASTM-F2792 (2012) as the process of forming objects directly from 3D models by material addition. AM-built parts can be extremely complex and easily customizable. As Conner et al. (2014) have shown, AM is likely to be more competitive than conventional manufacturing when it comes to fabricating products with a high level of complexity and customization. Selective laser melting (SLM), which involves the layer-by-layer laser melting of powders, is one of the most promising AM metal technologies. For example, Armillotta, Baraggi et Fasoli (2014) used the unique capabilities of SLM to build injection moulds with conformal cooling channels to improve temperature uniformity. As a result, they have managed to reduce the production cycle time by 20% while reducing porosity in the mold components by up to 1.5%, as compared to standard tooling. Furthermore, Allen (2006) showed that SLM parts can be built close to their

final shape, thus reducing the buy-to-fly ratio and making this process environmentally appealing.

However, SLM has limitations, such as slow build-up rates and the need to perform heavily resource-consuming post-processing operations. Such operations include stress relief heat treatment, support removal and finishing, which are intended to confer the required mechanical, geometrical and surface finish characteristics to the part. Surface finish is an important factor to control since it influences multiple functional characteristics of a part, such as biological response, mechanical properties, fluid dynamics, and heat transfer. Surface finish can be improved by tuning up the SLM fabrication strategy. For example, Cherry et al. (2015) found that the surface roughness of 316L stainless steel SLM built components can be improved by optimizing the exposure time, scanning speed and hatch distance parameters. Additionally, Alrbaey et al. (2014) was able to improve the surface finish of 316L stainless steel SLM built components by 80%, using laser surface remelting strategy. However, the end results are not always satisfactory, and as a result, additional surface finishing is generally required.

As illustrated in Figure 2.1, SLM-built surfaces can be categorized according to their build orientation (θ) as up-facing ($0^\circ \leq \theta \leq 90^\circ$) and down-facing surfaces, the latter can be unsupported ($90^\circ \leq \theta \leq 135^\circ$) or supported ($135^\circ \leq \theta \leq 180^\circ$). Note that, as shown by Wang et al. (2013), the maximum build orientation of unsupported down-facing surfaces depends on the powder properties and laser strategy and is found in some cases to be as high as 150° .

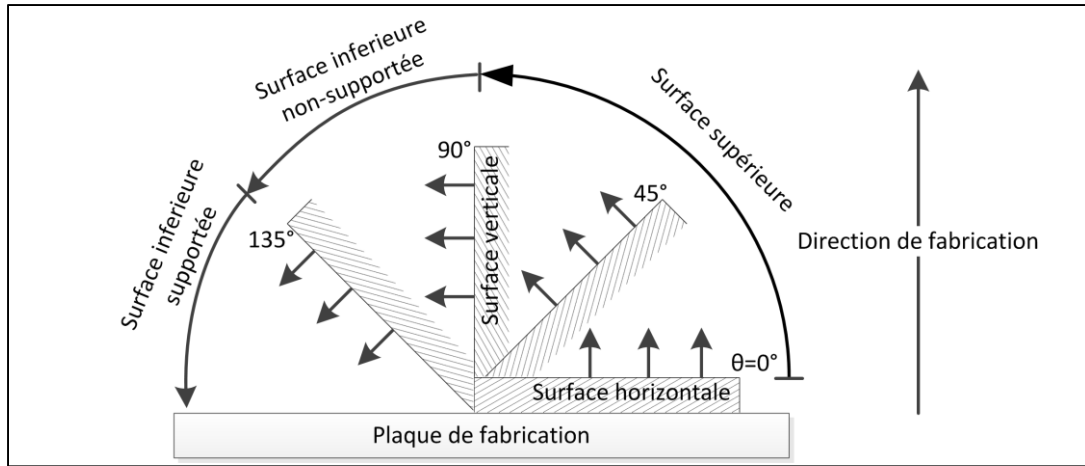


Figure 2.1: Schematic representation of the surface build orientation angle (θ)

Strano et al. (2013) states that topographical differences between surfaces of different build orientations with respect to the building platform are caused by three major factors, namely, the rippling effect, the staircase effect and the presence of partially bonded particles. The rippling effect is mostly present on horizontal surfaces. As the laser moves, a temperature gradient is created between the laser melt pool and the solidified zone, thus creating a surface tension gradient, which, in return, generates shear forces on the surface of the liquid; the forces are then oriented towards the solidification front. During cooling, with the thermal gradient being reduced, gravity and the surface curvature effect counteract the shear forces, thus levelling the surface. This relaxation process is delayed by viscous forces, and cannot be completely achieved before melt pool solidification, which results in the appearance of ripples (Ramos, Bourell et Beaman, 2003).

The staircase effect is inherent to all layer-by-layer AM technologies. It is caused by stepped (layer-wise) approximations of curved and inclined surfaces, and is affected by the layer thickness and the surface build angle, as shown by Strano et al. (2013). Finally, during in-layer contouring, the laser power decreases as we approach the contour of the part, thus causing adjacent powder particles to be sintered to the surface without being melted. This effect is aggravated for the unsupported down-facing surfaces as they are in contact with non-melted powder rather than densely fused material. Kruth et al. (2007) states that as the

melt pool sinks into the supporting powder due to gravity and capillary forces, a greater amount of particles are stuck to the overhanging surfaces, leading to a low surface quality of the overhang plane.

Efforts have already been made to improve the surface finish of SLM-built metal parts by using different post-SLM surface finishing techniques. Such methods include sand blasting and mechanical grinding, chemical and electrochemical polishing. The mechanical and chemical finishing techniques have severe limitations. On one hand, internal cavities are impossible to finish using conventional mechanical polishing techniques. On the other hand, chemical polishing often requires the use of strong acids such as HF (ASM-Vol.9, 2004), in addition to not completely eliminating SLM-related surface features, as witnessed by Pyka et al. (2012). Given the preceding, electropolishing (EP) is considered to be one of the best-suited candidates for the surface treatment of SLM parts, and it will be used in the framework of this study.

Ti-6Al-4V was one of the first alloys adapted for the SLM production of either aerospace components or medical implants. It offers a high strength-to-weight ratio and excellent mechanical properties, as well as exceptional corrosion resistance and good biocompatibility, as witnessed by Liu, Chu et Ding (2004). The mechanical properties, precision and surface finish of SLM parts being equipment-dependent, Ti-6Al-4V parts produced using EOS M270/280/290 SLM machines show arguably similar or superior mechanical properties to their commonly manufactured counterparts (Rafi, Starr et Stucker, 2013). Their as-built precision and surface roughness (Ra) are expected to be 25--50 μm and 9--12 μm respectively (EOSINT-Ti64, 2014).

A number of attempts have already been made to improve the surface finish of AM built Ti-6Al-4V parts using EP. Teixeira (2013) was able to reduce the surface roughness by as much as 50-70% using NaCl-ethylene glycol-based electrolyte and applying electric pulses. On the other hand, Lassell (2016) has found the EP process to be detrimental to the surface finish in terms of Ra values, but successful in removing surface imperfections, such as laser scanning

lines present on horizontal surfaces. The main limitation of the works covering these attempts is their use of test specimens with either horizontal or vertical build orientations. Since one SLM-built component can contain a multitude of variously-oriented surfaces, and since the roughness of a single SLM-built surface strongly depends on its orientation, the EP process must be studied and optimized using test specimens comprising surfaces of different build orientations.

Furthermore, finishing operations are unavoidably accompanied by mass loss and, consequently, by a reduction of part dimensions. This implies that to obtain the desired part dimensions at the end of the EP process, while providing the necessary finish characteristics, in-process interrelations between the surface finish and the part size must be established. With this objective in mind, this study aims at optimizing the EP process and determining the EP allowances for SLM-built Ti-6Al-4V components. Additionally, the study focuses on the EP of internal surfaces since they are difficult to access by other technological means.

This work is structured as follows. First, the experimental setup is presented in Section 2.5. The developed experimental methodology is given in Section 2.6. Sections 2.7, 2.8 and 2.9 contain results, discussions, and conclusions of this study, respectively.

2.5 Experimental setup

2.5.1 Arrangements and design of electrodes and their intended use

Three cathode-anode arrangements were designed for this study (Figure 2.2). The first C1-A1 (a) arrangement was used for the current density (J) versus applied potential (V_{applied}) characterization of the SLM-built Ti-6Al-4V specimens. The second C1-A2 (b) arrangement was designed to study the impact of major EP parameters on the roughness, mass and thickness reduction of specimens containing surfaces with different build orientations, as well as for the processing optimization. The third C2-A3 (c) arrangement was designed to simulate the polishing of an internal surface of a tube. This last arrangement (barrel) was

composed of 7 staves, with each stave being produced at a different build orientation. As the barrel can easily be assembled and dismantled, the surface finish, mass loss and thickness reduction of each individual stave can easily be monitored throughout the entire EP process.

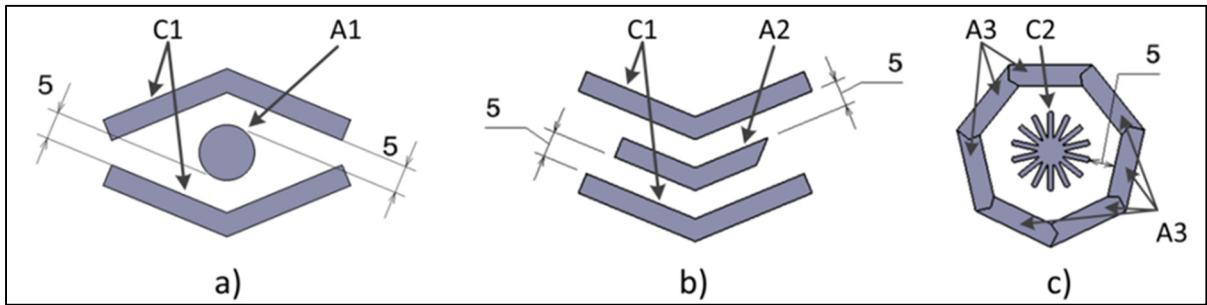


Figure 2.2: Cathodes and anodes arrangements (bottom view): a) C1-A1, b) C1-A2, c) C2-A3 (cathode-to-anode distance in mm)

ANODES: For the three cathode-anode arrangements, three kinds of anodes were built: cylindrical (6 specimens, Figure 2.3-A1), V-shaped (20 specimens, Figure 2.3-A2) and stave-shaped (14 specimens, Figure 2.3-A3). The cylindrical 10 mm-diameter, 13 mm-high A1 anodes were oriented normally to the building platform and offered a total available wet surface of 5.3 cm^2 . Each of the V-shaped A2 anodes possessed 4 differently-oriented surfaces, namely, 0° , 45° , 90° , and 135° , and they offered a total available wet surface of 12.5 cm^2 . Both the A1 and A2 anodes were drilled and tapped with a US 3-48 coarse thread for their fixation inside the EP cell.

The barrel-type anode of the C2-A3 arrangement was composed of 7 staves, with each stave offering a working surface of 4.8 cm^2 and having a different build orientation: 0° , 22.5° , 45° , 67.5° , 90° , 112.5° and 135° . (Note that surfaces built with orientations $> 135^\circ$ were excluded from this study since they require the use of supports. Consequently, their surface roughness can vary depending on the type of supports and the technique used for their removal.)

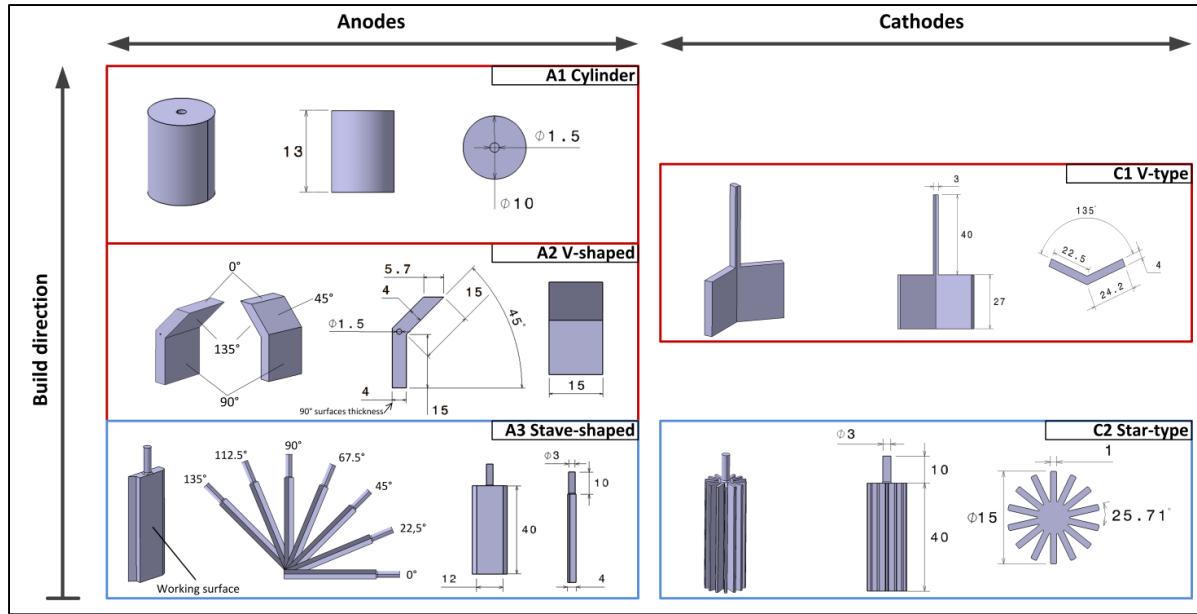


Figure 2.3: Cylindrical-shaped A1, V-shaped A2, and stove-shaped A3 anodes. V-type C1 and star-type C2 cathodes (dimensions in mm)

CATHODES: ASM-Vol.9 (2004) generally recommends the use of cathodes made of stainless steel, graphite or copper for EP. In some cases, same-material anodes and cathodes are used, although less frequently, as in the case of Walker et Tarn (1990). In this work, the use of the same material to build both electrodes appears to be advantageous since it allows their manufacture during the same printing operation. Two types of cathodes were built in this work: V-type (4 specimens, Figure 2.3-C1) and star-type (2 specimens, Figure 2.3-C2). The V-type cathodes offered a maximum exposed wet surface of 30 cm², whereas the star-type cathodes offered a maximum exposed wet surface of 61 cm².

All the electrodes in this study were manufactured using an M 280 400 W Ytterbium fibre laser system (EOS GmbH, Munich, Germany), Titanium Ti64 powder, and a “Ti64 Performance” parameter set (30 μ m layer thickness, PSW version 3.6). After SLM, all the components were subjected to stress relief annealing at 800 °C for 4 hours in argon atmosphere.

2.5.2 EP cell setups, electrolyte, temperature, agitation and power supply

The electrolyte chosen for the electrochemical tests and EP experiments was composed of 60% perchloric acid and glacial acetic acid (Fisher Chemical, Certified ACS), mixed in a 1:9 volume ratio. This corresponds to an HClO_4 concentration of 1.0 mole/liter, as recommended for EP of titanium and its alloys in Donachie (2000), ASTM-E1558 (2009a) and ASM-Vol.9 (2004).

All the experiments were carried out in a MultiPort Electrochemical Cell Kit by Gamry and mounted using two set-ups: the first for the J versus V_{applied} measurement and process optimization (Figure 2.4-a), and the second, for the tube (barrel) simulation experiments (Figure 2.4-b, barrel-type anode and star-type cathode).

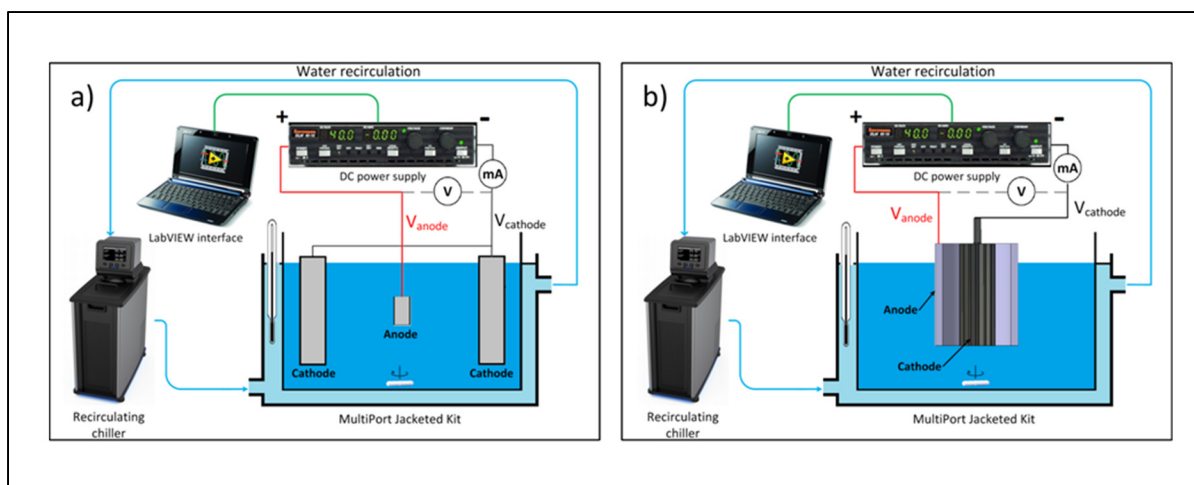


Figure 2.4: a) J versus V_{applied} measurements and EP optimisation setup,
b) EP tube simulation setup

The operation temperature was maintained constant at 23°C using a PolyScience recirculating chiller. A 700 mL volume of electrolyte was used. The electrolyte was agitated at a constant speed of 100 rpm using a magnetic stirrer bar rotated by a PC-420D Corning Stirring Hot Plate. The potential was applied using a Sorensen DLM 40-15 DC power supply controlled via a LabVIEW interface and the resulting V_{applied} and current (I) data were

recorded. The test setup was designed to achieve repeatable control of the cathode-to-anode distance (CAD) and surface ratio (CASR), which were set constant at 5 mm and 2:1, respectively, throughout the entire project.

2.6 Procedure

A two-step procedure was devised for this work:

- J versus V_{applied} measurements and current density range definition,
- EP parameters optimization and tube EP simulation.

2.6.1 J versus V_{applied} measurements and current density range definition

The J versus V_{applied} dependence was first measured in order to determine the range of EP working conditions as suggested by ASTM-E1558 (2009a). In this test, cylindrical anodes and V-type cathodes were mounted as shown in Figure 2.4-a.

The J versus V_{applied} measurements were performed by applying a constant potential between the electrodes and increasing it by steps of 1 Volt every 5 minutes. Resulting anodic current was measured, recorded and plotted as J versus V_{applied} . Note that in the absence of a reference electrode, V_{applied} data represent $V_{\text{anode}} - V_{\text{cathode}}$ and include Ohmic losses in the electrolyte. CASR was set at 2:1 by covering the excessive cathode surface with electric insulation tape.

Preliminary experiences have shown that at low current densities ($J \leq 80 \text{ mA cm}^{-2}$), the applied potential was not stable (oscillated) and a purple-blue oxide layer was formed on the anode. On the other hand, at high current densities ($J > 320 \text{ mA cm}^{-2}$), severe pitting appeared. On the basis of these observations, the studied J was limited to the 160 to 320 mA cm^{-2} range.

2.6.2 EP optimization and tube EP simulation experiments

The surface roughness evolution of the V-shaped specimens, visual aspect, mass loss and thickness reduction (for 90° surfaces) were tracked for three current densities: 160, 240 and 320 mA cm⁻² in order to determine a current density leading to the highest surface quality (optimum current density). For each testing series, the common process control parameter was established by the total electric charges passed through a unitary surface area: $Jt = \text{mA cm}^{-2} \text{ min}$. This parameter was set to a minimum value of 800 mA cm⁻² min (5 minutes at $J=160 \text{ mA cm}^{-2}$) and a maximum value of 5600 mA cm⁻² min (35 minutes at $J=160 \text{ mA cm}^{-2}$).

An optimum J , determined using the V-shaped anodes setup, was then used for the EP tube simulation experiments. For these experiments, the same EP period of 800 mA cm⁻² min was used. The barrel-type and star-type anodes were dipped by 20 mm of their height into the electrolyte, which offered a 16.8 cm² working wet surface. The exterior surface of the barrel was covered with electric tape to prevent the EP of these surfaces, thus allowing an adequate measurement of the thickness reduction and mass loss on each individual stave throughout the EP process.

2.6.3 Roughness, mass loss and thickness reduction measurements

At the beginning of each test, all specimens were first washed with distilled water and then degreased with acetone in an ultrasonic bath for 30 minutes. Immediately after each experiment, specimens were washed with distilled water, then with acetone and, finally, air-dried.

The linear roughness average (R_a), root mean square (R_q), maximum height of the profile (R_z), Skewness (R_{sk}) and Kurtosis (R_{ku}) characteristics of the specimens were measured using a Mitutoyo SJ-402 surface roughness tester supplied with a 12AAB403 standard stylus (tip radius 5 μm); the calculations were performed according to the ISO 1997 standard ($\lambda_c = 0.8 \text{ mm}$ and $\lambda_s = 2.5 \text{ }\mu\text{m}$). Three measurements over a length of 4 mm (additional 0.4 mm of

pre- and post-travel) were performed on each surface (Figure 2.5-a). The direction of the measurements concurred with the build orientation (except for 0° surfaces) in order to fully capture the influence of the staircase effect. The profiles derived from these measurements were used to calculate the bearing area curve (BAC), also known as the Abbott-Firestone curve. The initial and final area average roughness (S_a) measurements of the stave-shaped specimens were also performed using an OLYMPUS OLS4100 confocal microscope (laser spot diameter $0.2\ \mu\text{m}$) ($\lambda_c = 0.8\ \text{mm}$) over an area of $5000 \times 5000\ \mu\text{m}$ at 10X (MPLFLN 10X objective). The mass of the specimens was measured using an Acculab L-Series LA-60 microbalance, whereas their thickness was measured using a Mitutoyo IP65 micrometer by averaging 5 measurement points (Figure 2.5-b).

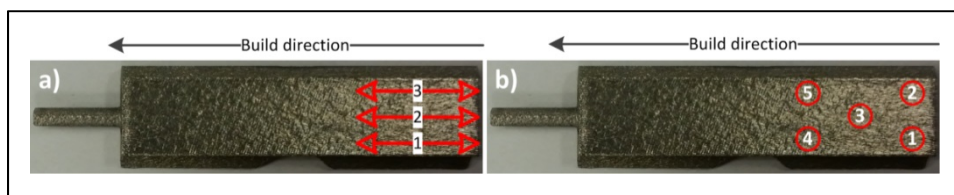


Figure 2.5: Illustration of a) stylus profilometer and
b) thickness measurements of stave specimens

2.7 Results

2.7.1 J versus V_{applied} measurements

In Figure 2.6 the anodic current (J) versus applied potential (V_{applied}) plot is shown. The absence of a stable J plateau is an indication that, in this case, diffusion is not the mass transport rate determining process, as explained by Cuthbertson et Turner (1966), but rather depending on the anodic current density J . These results justify the use of anodic current J as the main controlling parameter of the EP process.

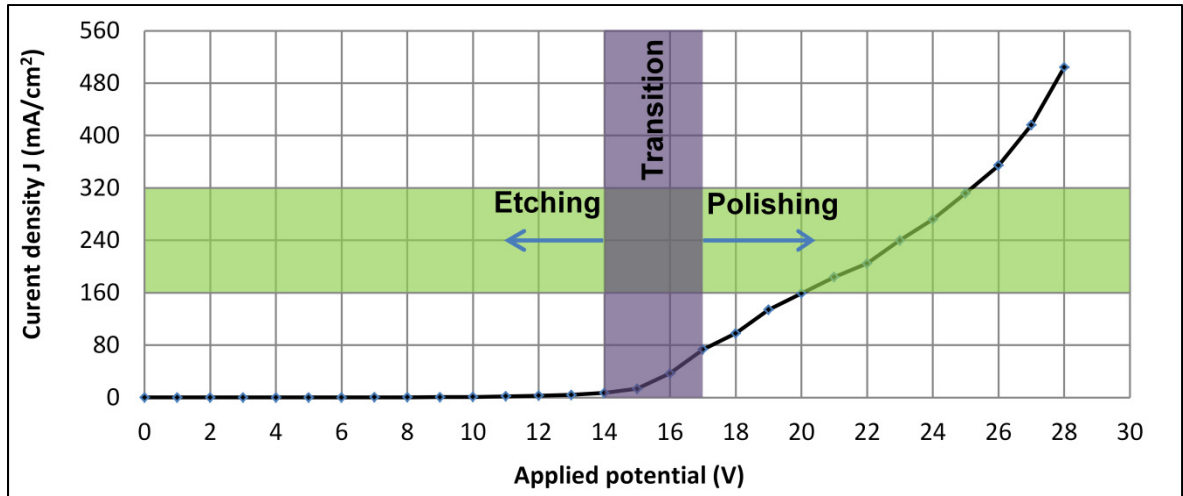


Figure 2.6: Anodic current density versus applied potential plot; green band represents the current density range of this study

2.7.2 Influence of J and exposure time – process optimization

The Ra evolution of all the differently-oriented surfaces of the V-shaped specimens obtained during the constant-J experiments is illustrated in Figure 2.7. It can be seen that all three tested current densities, 160, 240 and 320 mA cm⁻², offered similar trends and close results at the end of the process. However, the Ra values obtained at J=240 mA cm⁻² tend to decrease faster and to a lower level of roughness, for all the analyzed surfaces, except for that with an 0° build orientation. The Rq and Rz values follow the same trend as the Ra values, maintaining an average Rq/Ra and Rz/Ra ratios of 1.2 and 4.5, respectively, throughout the entire EP process (Figure 2.8).

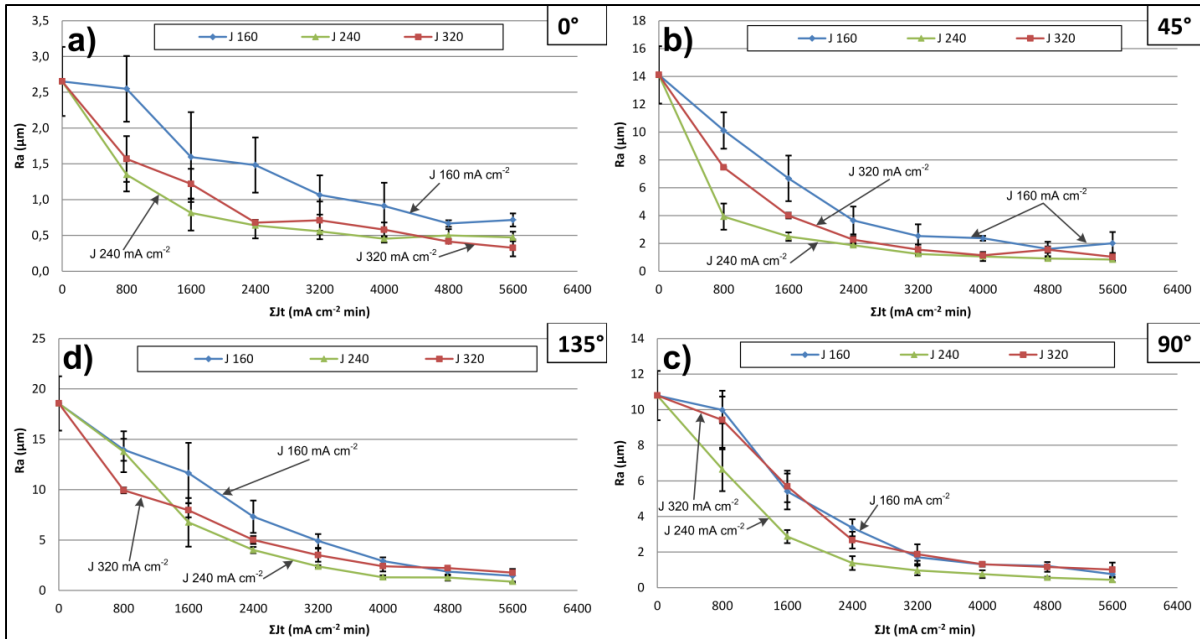


Figure 2.7: R_a evolution after EP of the V-shaped specimens on a) 0° -, b) 45° -, c) 90° - and d) 135° -oriented surfaces, at 3 current densities: 160, 240 and 320 mA cm^{-2}

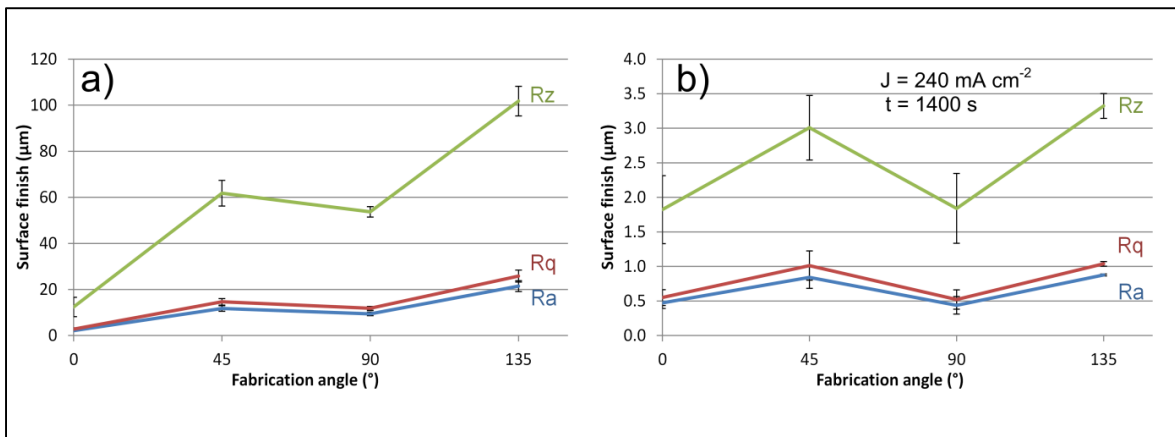


Figure 2.8: R_a , R_q and R_z values a) before and b) after ($J = 240 \text{ mA cm}^{-2}$; $t = 1400 \text{ s}$) EP of V-shaped anode

The visual representations of all the differently-oriented surfaces of the V-shaped specimens before and after the constant-J tests are shown in Figure 2.9. Stripes (ripples) can be seen on the 0° surface and partially bonded powder particles on the 45 , 90 and 135° surfaces of the as-built parts. It can also be observed that $J = 160 \text{ mA cm}^{-2}$ creates an orange-peel effect on

the surfaces and that $J=320 \text{ mA cm}^{-2}$ results in significant pitting, with the pits diameter reaching almost $200 \mu\text{m}$ in size. The surfaces obtained at $J=240 \text{ mA cm}^{-2}$ do not have such negative features; they still manifest a slightly rippled texture, the intensity of which is being lesser than that of the specimens polished at $J=160$ and 320 mA cm^{-2} .

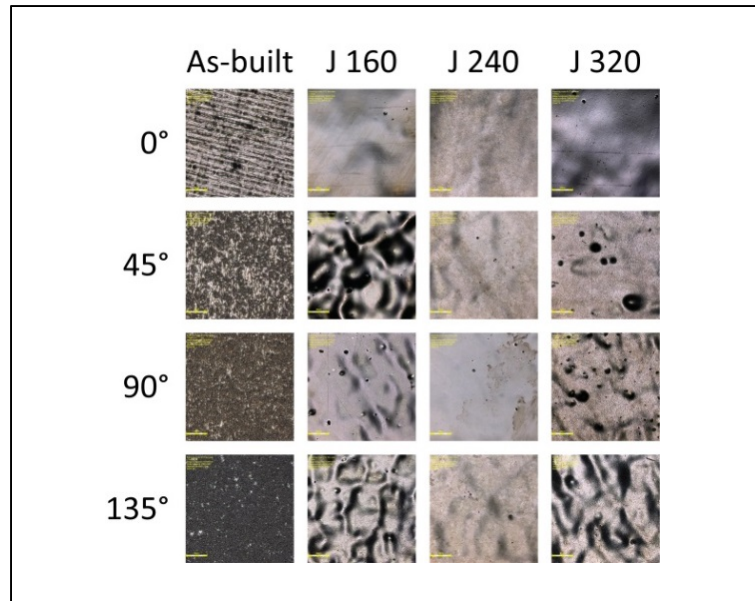


Figure 2.9: Initial and final ($Jt=5600 \text{ mA cm}^{-2} \text{ min}$) surface images of V-shaped specimens at 5X ($2560 \mu\text{m} \times 2560 \mu\text{m}$) for $J=160, 240$ and 320 mA cm^{-2}

2.7.3 Tube simulation experiments (barrel polishing)

Based on the results of the EP optimization study, the tube simulation experiments have been carried out using $J=240 \text{ mA cm}^{-2}$ as a process control parameter. In Figure 2.10, the evolution of R_a during electropolishing is presented, for all the differently-oriented staves. The results are presented at a 400 s interval to facilitate chart interpretation. It can be seen that the best R_a of all the as-built parts is obtained for horizontal surfaces ($3.93 \mu\text{m}$), with the partially bonded particles and the staircase effect being absent. A certain degree of rippling texture is still observable for this surface, as seen in Figure 2.12-a.

The initial Ra is merely constant in the $25^\circ \dots 112.5^\circ$ ($11.25\text{--}15.54\text{ }\mu\text{m}$) range and increases drastically at 135° ($22.68\text{ }\mu\text{m}$), which was expected for unsupported down-facing surfaces. The same trend is observed for the post-polishing results. Once again, throughout the process, Rq and Rz values follow the same trend as the Ra values, maintaining average Rq/Ra and Rz/Ra ratios equal to 1.2 and 4.5 respectively as seen in Figure 2.11. It is also important to note that the roughness obtained for the stove-shaped specimens (Figure 2.11-b) at the end of the EP is higher than that obtained for the V-shaped specimens (Figure 2.8-b), despite a longer EP time.

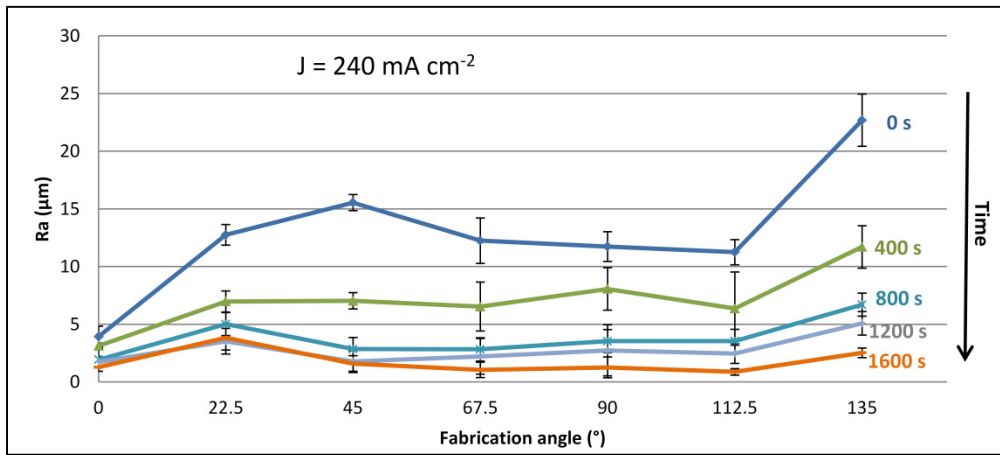


Figure 2.10: Ra evolution of barrel staves ($J=240\text{ mA cm}^{-2}$)

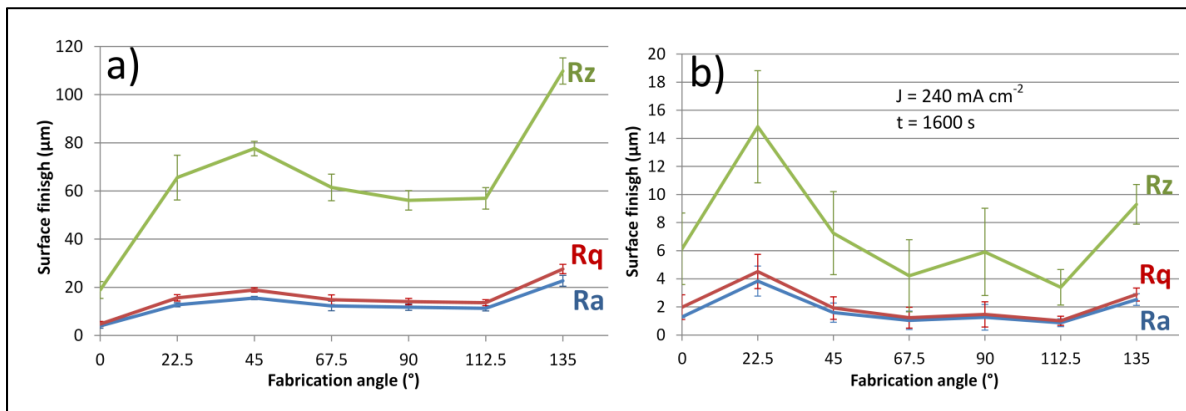


Figure 2.11: Ra, Rq and Rz values a) initial and b) final ($t=1600\text{ s}$ at $J=240\text{ mA cm}^{-2}$) for barrel staves

Figure 2.12 gives a visual representation and the 3D surface height distributions of the 0°, 90° and 135°-oriented staves before and after their polishing. These figures are accompanied by their respective Sa and Ra values. The images show that the stripes and partially bonded particles are eliminated from the surfaces. Additionally, the surface topography was effectively levelled, reducing the difference between the high and the low surface features.

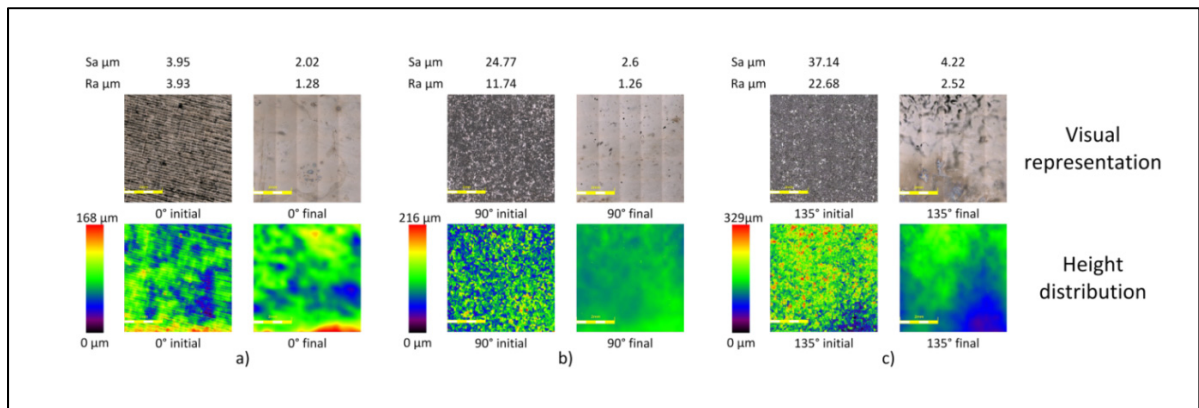


Figure 2.12: Sa surface topography characterization (5000 μm x 5000 μm at 10X) along with stylus profilometry Ra values of the initial and final surfaces of stave shaped specimens oriented at a) 0°, b) 90° and c) 135°

The Sa values before and after EP are collected in Table 2.1. It shows that the Sa averages were reduced by as much as 94% as in the case of the 67.5° stave. Surprisingly, the best results in terms of Sa were not obtained for the 0° stave, but rather, for the 67.5° stave (1.84 vs 2.02 μm), while as expected, the worst results were obtained for the 135° stave.

Tableau 2.1: Initial and final Sa values of stave-shaped specimens

	Build angle (°)	0	22.5	45	67.5	90	112.5	135
Sa [μm]	Initial	3.95	22.03	22.59	30.86	24.77	29.60	37.14
	Final	2.02	2.68	2.18	1.84	2.60	2.19	4.22

The before- and after-EP Ra, Rq and Rz mean values and standard deviations are collected in Table 2.2. It can be seen that Ra can be reduced by as much as 92% in the case of the 112.5° stave. Similar to Sa measurements, the best results in terms of Ra averages were obtained for

the 112.5° stave rather than for the 0° stave (0.87 vs 1.28 μm) and the worst results were obtained for the 22.5° stave rather than for the 135° stave (3.84 vs 2.52 μm). The initial difference in Ra between the staves was reduced by 84% from 18.75 to 2.97 μm after EP for 26.7 minutes.

Tableau 2.2: Initial and final Ra, Rq and Rz distribution of stave shaped specimens

	Ra [μm]				Rq [μm]				Rz [μm]			
	Initial		Final		Initial		Final		Initial		Final	
Build angle (°)	Mean	Standard deviation	Mean	Standard deviation	Mean	Standard deviation	Mean	Standard deviation	Mean	Standard deviation	Mean	Standard deviation
0	3.93	0.89	1.28	0.05	4.77	1.05	1.98	0.88	18.91	3.51	6.13	2.55
22.5	12.74	0.89	3.84	1.07	15.61	1.31	4.52	1.21	65.56	9.30	14.82	3.99
45	15.54	0.69	1.59	0.68	18.90	0.90	1.92	0.80	77.62	3.00	7.25	2.95
67.5	12.25	1.96	1.04	0.66	14.87	2.02	1.23	0.74	61.49	5.50	4.22	2.56
90	11.74	1.29	1.26	0.91	14.04	1.33	1.47	0.89	56.12	4.05	5.91	3.10
112.5	11.25	1.09	0.87	0.28	13.63	1.25	1.01	0.33	56.95	4.46	3.40	1.26
135	22.68	2.27	2.52	0.41	27.61	1.95	2.88	0.46	109.80	5.42	9.30	1.41

Figure 2.13 illustrates the initial and final roughness traces for the 0 and 135° staves, with the results accompanied by their respective BAC curves. It can be seen that the EP process smoothened the profiles, and as in the case of the 0° stave, homogenized the peaks and valleys distribution along the mean line. Both BAC curves show an almost symmetrical height distribution of profiles along the mean line, both before and after the EP process.

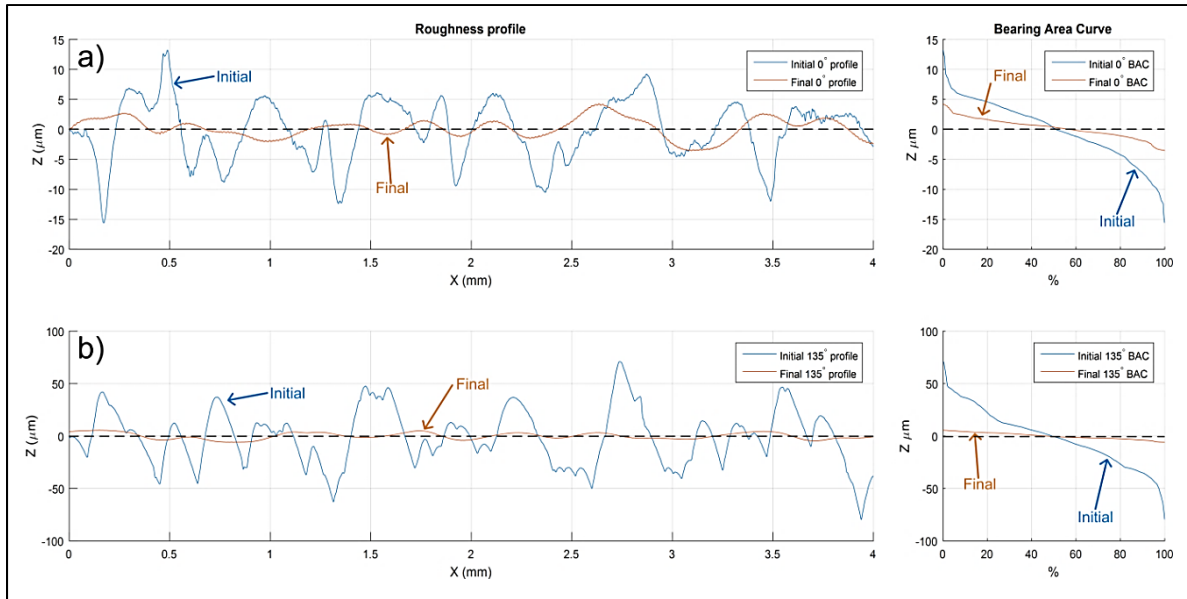


Figure 2.13: Initial (0 s) and final (1600 s) roughness trace for a) 0° and b) 135° staves accompanied by their respective BAC

The R_{sk} and R_{ku} values before and after EP are collected in Table 2.3. The as-built and post-EP R_{sk} values show no major changes, except for the 0° staff. As the peaks created by the rippling effect get removed, the R_{sk} goes from -0.52 to 0.03, indicating a more uniform distribution of peaks and valleys along the mean line after EP (Figure 2.13-a). It is important to note that R_{sk} values tend to be both positive and negative, indicating that there is no preferential distribution of aspects (peaks or valleys). All the final R_{sk} values are very close to 0, which is an indication of a symmetrical height distribution, as explained by Gadelmawla et al. (2002). The same conclusion can be obtained by inspecting the BAC charts presented in Figure 2.13-a and Figure 2.13-b, where an almost symmetrical distribution of the bearing surface along the mean line is observed.

Tableau 2.3: Initial and final Rsk and Rku distributions of stave-shaped specimens

Build angle (°)	Rsk		Rku	
	Initial	Final	Initial	Final
0	-0.52	0.03	2.74	1.94
22.5	0.05	0.07	2.65	2.10
45	-0.02	0.04	2.40	2.35
67.5	0.10	0.17	2.39	2.16
90	0.13	-0.05	2.28	4.65
112.5	0.04	-0.07	2.52	2.04
135	-0.04	0.12	2.38	1.87

The as-built and polished Rku values show a platykurtic distribution of the profiles, as they are almost all inferior to 3. This is an indication that the profiles present very few high peaks and low valleys as explained by Gadelmawla et al. (2002). Their number is further decreased after the EP process, as shown by the decrease in the Rku values. Additionally, it shows that the height distribution is not sharp and that the peaks are further smoothed by the process (ASME-B46, 2010). Upon further inspection, it was revealed that profilometry measurements for 90° staves after EP were conducted over a region presenting slight pitting, thus resulting in the presence of low valleys and, consequently, increasing the final Rku value.

In Figure 2.14-a, the thickness reduction of the differently-oriented staves is presented as a function of time. It can be seen that in the beginning (0-200 s), the 0°-90° staves show almost the same thickness reduction, while the thickness reduction of the 135° stave is the greatest. It can also be noticed that the thickness reduction of the 22.5°-112.5° staves evolve similarly throughout the EP process. The thickness reduction slopes of all the staves decrease after 200 s of EP, and remain nearly constant for the remainder of the process. Finally, the thickness reduction slope of the 0° stave is the smallest. Figure 2.14-b illustrates the mass loss of the differently-oriented staves as a function of time. It can be noted that the mass loss evolves linearly with time and that slopes of all the staves are close.

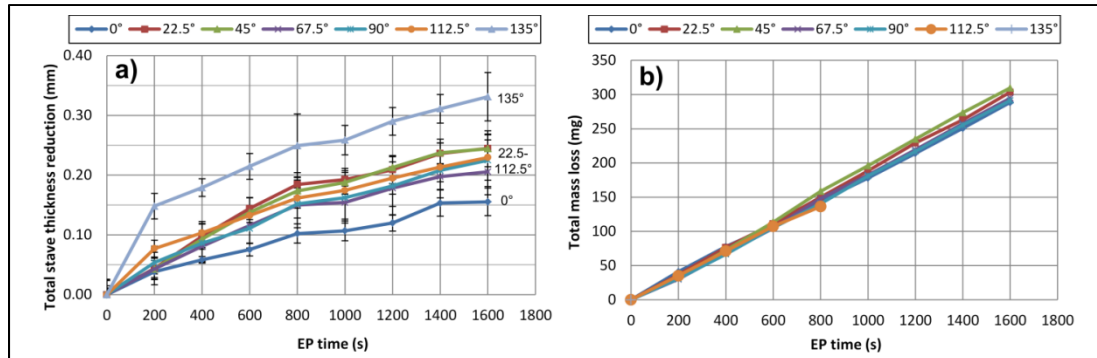


Figure 2.14: Thickness reduction a) and mass loss b) of barrel staves as a function of time

2.8 Discussion

ASM-Vol.9 (2004) suggests that the J versus V_{applied} plots obtained with Ti-6Al-4V specimens (Figure 2.5) show a simple current-voltage relation, wherein polishing occurs over an extensive continuous range of currents and voltages. At low potentials (0-14 V), a film forms on the anode's surface, and little or no current passes, indicating an etching phenomenon. At higher voltages (16 and above), polishing occurs.

The cylindrical anode presented a smooth/levelled and brightened surface after the J versus V_{applied} measurement. Landolt (1987) states that anodic levelling (i.e., macro-smoothing) is obtained by eliminating the surface roughness heights greater than 1 μm and brightening (i.e., micro-smoothing) by exclusion of surface roughness heights lower than 1 μm . It was thus evident that the EP of the Ti-6Al-4V specimens could be obtained by employing the proposed EP conditions: the use of Ti-6Al-4V cathodes within a 1:9 volume ratio perchloric-acetic acid electrolyte and mounting conditions (CAD – 5 mm, CASR – 2:1).

The constant- J tests showed that a suitable J range for EP can be found. An application of $J=160 \text{ mA cm}^{-2}$ resulted in the appearance of an orange-peel effect on the specimen surface, while an elevated J resulted in severe pitting. In spite of the fact that the surfaces obtained at $J = 240 \text{ mA cm}^{-2}$ still presented a slightly rippled texture, these EP conditions were selected for the remainder of this work.

It was shown that using the previously obtained EP conditions, the surface topography can effectively be smoothed, reducing the difference between the high and low features of the surface: Sa averages can be reduced by as much as 94% as in the case of the 67.5° stave. Contrary to the results obtained for the V-shaped specimens, a small degree of pitting can be noticed on some stave surfaces (see Figure 2.12-b). It is believed that a lesser degree of electrolyte agitation inside the C2-A3 assembly compared to that of the C1-A1 assembly may be the cause, as also suggested in ASTM-E1558 (2009a).

The close resemblance of the mass loss slopes presented for all the polished surfaces (Figure 2.14-b) is an indication that all the surfaces were attacked equally, regardless of their initial surface state (i.e., build orientation), and therefore, a uniform polishing of a tubular interior surface can be expected.

It should be noted that the 135° stave having the greatest quantity of partially bonded particles and the worst surface roughness loses a greater proportion of thickness at the beginning of the process (0-200 s) (Figure 2.14-a); afterwards, its thickness reduction rate becomes close to those of the other staves. On the other hand, the 0° stave having the best surface roughness manifests the slowest thickness reduction rate among all the polished staves, as it is free of loosely attached particles. Finally, the staves in the 22.5° to 112.5° orientation range occupy an intermediate position, reducing their thickness at an almost identical rate. By considering the thickness reduction slopes constant between 200 and 1600 s, we can therefore estimate the thickness reduction time rate (TRTR). As such, we obtain a TRTR for the 0° stave of $5 \mu\text{m min}^{-1}$, between a minimum of 7 and a maximum of $9 \mu\text{m min}^{-1}$ for 22.5°-112.5° staves and of $8 \mu\text{m min}^{-1}$ for the 135° stave.

By combining the thickness reduction (TR) and Ra evolution of all the staves as a function of EP time on the same chart (Figure 2.15), we can determine the EP allowances needed to obtain the desired Ra value for a surface of a given orientation, as well as the necessary EP time. (Note that since the 22.5°-112.5° surfaces tend to show similar evolutions, they were grouped into a single zone.)

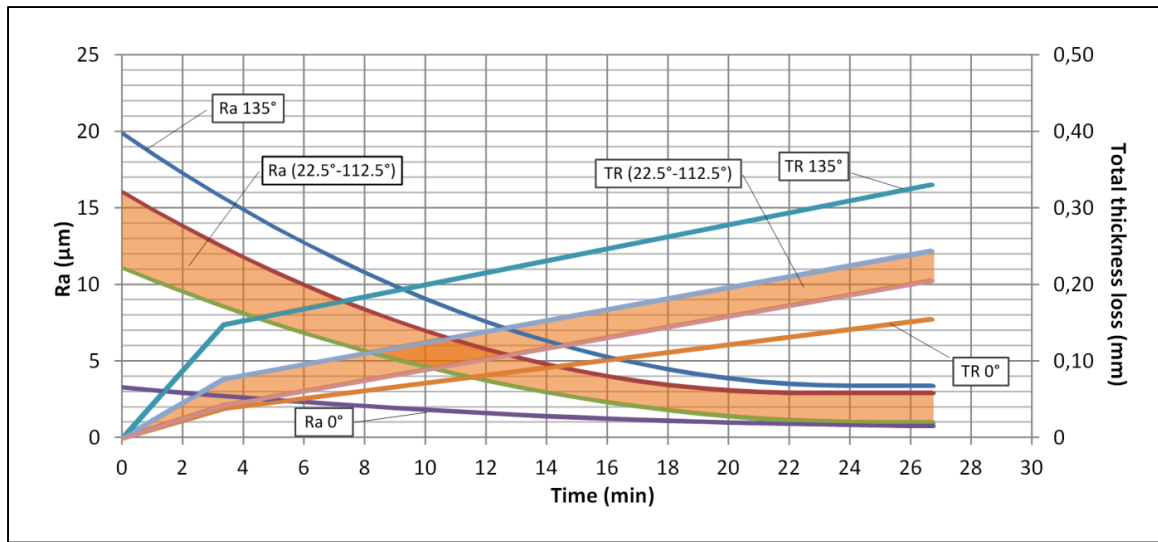


Figure 2.15: Ra evolution and thickness reduction versus EP time ($J=240 \text{ mA cm}^{-2}$)

For example, Figure 2.15 shows that to obtain an $Ra \leq 4 \mu\text{m}$ for the V-shaped specimens, we need 20 minutes of polishing from the as-built state (the critical surface corresponding to the 135° build orientation). From the same Figure 2.15, the thickness reductions (EP allowances) resulting from 20-minute polishing can be determined as follows:

- 0.12 mm for the 0° -oriented surface;
- Between 0.16 and 0.20 mm for the 45° - and 90° -oriented surfaces (maximum values considered);
- 0.28 mm for the 135° -oriented surface.

Let us design a part to be built by SLM and electropolished (as an example, we use here a V-shaped anode from this study). We need to start from the design requirements, which comprise the nominal part's dimensions and surface roughness (Figure 2.16-a). Next, we need to take into account the processing tolerances of $\pm 50 \mu\text{m}$ for small Ti-6Al-4V components built with an EOS M280 400 W (EOSINT-Ti64, 2014). (Note that the same SLM tolerances were found in the framework of this study by measuring the thickness of the as-built 90° wall of the V-shaped specimen.)

Finally, considering the EP allowances (Figure 2.15) and processing tolerances of $\pm 50 \mu\text{m}$, the dimensions of the rough SLM-built component can be determined (Figure 2.16-b). (It should be noted that the presented numbers are strongly technology-specific and should be re-evaluated in the case of any change in the SLM and EP technologies.)

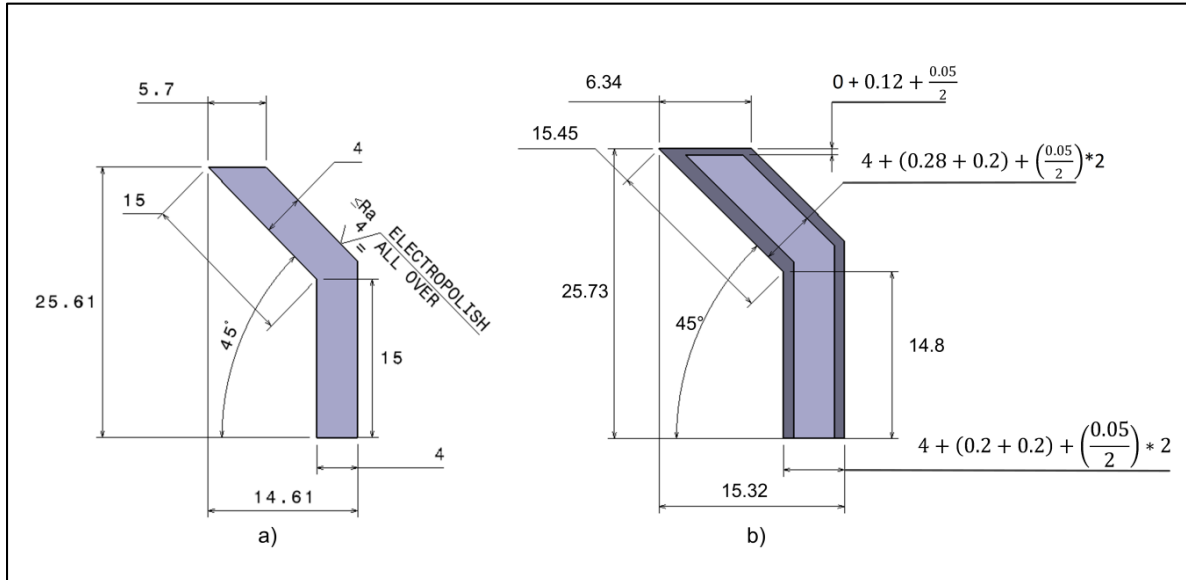


Figure 2.16: V-shaped specimen before and after EP: a) EP-specimen (nominal dimensions and roughness), b) SLM-built specimen (nominal dimensions + EP allowances + process tolerances); Dimensions are in mm and EP allowances are shown in a 5:1 scale, for better visibility

It should be noted that a direct comparison of the EP results obtained in this study with those found in the literature is difficult because no study has been found dealing with EP of L-PBF manufactured components containing variably-oriented surfaces. It can however be asserted that the lowest surface roughness metrics obtained in this work, such as $Ra = 1 \mu\text{m}$ and $Rz = 4.5 \mu\text{m}$, are comparable to those reported by Lassell (2016) and Yang, Lassell et Paiva (2015). These results can definitely be improved further, by optimizing the electrolyte composition and processing conditions (the use of pulsed current, optimization of electrolyte temperature and agitation, etc.). On the other hand, this optimism should be moderated since the particularly rough/rippled/staircase surface topology of L-PBF-built components, especially containing internal channels/chambers, bear strong limitations in what really can

be achieved by any surface shaping/finishing technique which relies upon the use of liquid or gaseous media. These limitations concern the use of not only EP but also chemical polishing, abrasive flow machining, or thermal deburring techniques.

2.9 Conclusion

The following points summarize the main results of this study:

1. A simple current-potential curve is to be expected when employing cathodes and anodes made of EOS Ti-6Al-4V inside a 1:9 volume ratio of perchloric acid (60%) and glacial acetic acid.
2. Surfaces built at orientations between 22.5°-112.5° have a very similar initial surface finish. Consequently, their surface finish and thickness reduction evolve similarly throughout the EP process.
3. Thickness reduction evolves almost linearly with EP time when a constant J is applied.
4. Surface finish (Ra) can be improved by as much as 92% in some cases.
5. The surface build orientation does not affect the quantity of matter dissolved during the EP process.
6. A uniform distribution of peaks and valleys is to be expected.
7. Effective polishing of Ti-6Al-4V SLM-made internal surfaces is feasible by means of EP.

2.10 Acknowledgements

The authors would like to credit the Fonds de développement de l'ÉTS (FDETS), Fonds de recherche du Québec–Nature et Technologies (FRQ – NT), the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC) and the Consortium de Recherche et d'Innovation en Aérospatiale au Québec (CRIAQ) for their financial support.

2.11 References

ASM-Vol.9, 2004. Chemical and Electrolytic Polishing. Metallography and Microstructures. ASM Handbook, Vol. 9, pp. 281–293.

ASME-B46, 2010. Surface Texture (Surface Roughness, Waviness and Lay). American Society of Mechanical Engineers, New York, N.Y.

ASTM-E1558, 2009. Standard Guide for Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens. ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, United States, p. 13.

ASTM-F2792, 2012. Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies. ASTM F2792, pp. 10e1.

Allen J., 2006. An investigation into the comparative costs of additive manufacturer vs. machine from solid for aero engine parts. Defense Technical Information Center Document, Accession number: ADA521730, p. 11.

Alrbaey, K., Wimpenny, D., Tosi, R., Manning, W., Moroz, A., 2014. On optimization of surface roughness of selective laser melted stainless steel parts: a statistical study. J. Mater. Eng. Perform. 23, 2139–2148.

Armillotta, A., Baraggi, R., Fasoli, S., 2014. SLM tooling for die casting with conformal cooling channels. Int. J. Adv. Manuf. Technol. 71, 573–583.

Cherry, J., Davies, H., Mehmood, S., Lavery, N., Brown, S., Sienz, J., 2015. Investigation into the effect of process parameters on microstructural and physical properties of 316L stainless steel parts by selective laser melting. Int. J. Adv. Manuf. Technol. 76, 869–879.

Conner, B.P., Manogharan, G.P., Martof, A.N., Rodomsky, L.M., Rodomsky, C.M., Jordan, D.C., Limperos, J.W., 2014. Making sense of 3-D printing: creating a map of additive manufacturing products and services. *Addit. Manuf.* 1, 64–76.

Cuthbertson, J., Turner, T., 1966. Electrochemical machining-a study of the effects of some variables. *Production Engineer* 45, 270–281.

Donachie, M.J., 2000. Titanium: a Technical Guide, 2nd edition. ASM international, Materials Park, Ohio USA, pp. 90–91.

EOSINT-Ti64, 2014. Material data sheet. EOS Titanium Ti64 400W for EOSINT M 280.

Gadelmawla, E., Koura, M., Maksoud, T., Elewa, I., Soliman, H., 2002. Roughness parameters. *J. Mater. Process. Technol.* 123, 133–145.

Kruth, J.-P., Mercelis, P., Van Vaerenbergh, J., Craeghs, T., 2007. Feedback control of selective laser melting. In: *Proceedings of the 3rd International Conference on Advanced Research in Virtual and Rapid Prototyping*, Leiria, Portugal, Sept 24–29, pp. 521–527 (Citeseer).

Landolt, D., 1987. Fundamental aspects of electropolishing. *Electrochim. Acta* 32, 1–11.

Lassell, A., 2016. The Electropolishing of Electron Beam Melting, Additively Manufactured Ti6AL4V Titanium: Relevance, Process Parameters and Surface Finish, Master of Engineering Thesis, Industrial Engineering. University of Louisville (p. 76).

Liu, X., Chu, P.K., Ding, C., 2004. Surface modification of titanium, titanium alloys, and related materials for biomedical applications. *Mater. Sci. Eng. R: Rep.* 47, 49–121.

Pyka, G., Burakowski, A., Kerckhofs, G., Moesen, M., Van Bael, S., Schrooten, J., Wevers, M., 2012. Surface modification of Ti6Al4V open porous structures produced by additive manufacturing. *Adv. Eng. Mater.* 14, 363–370.

Rafi, H.K., Starr, T.L., Stucker, B.E., 2013. A comparison of the tensile, fatigue, and fracture behavior of Ti-6Al-4V and 15-5 pH stainless steel parts made by selective laser melting. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 69, 1299–1309.

Ramos, J., Bourell, D., Beaman, J., 2003. Surface over-melt during laser polishing of indirect-SLS metal parts, *MRS Proceedings*. Cambridge Univ Press, p. LL1. 9.

Strano, G., Hao, L., Everson, R.M., Evans, K.E., 2013. Surface roughness analysis, modelling and prediction in selective laser melting. *J. Mater. Process. Technol.* 213, 589–597.

Teixeira, A.F., 2013. Development of an Electropolishing Method for Titanium Materials, Master of Applied Science Thesis, Mechanical and Industrial Engineering. Concordia University (p. 82).

Walker, P., Tarn, W.H., 1990. *CRC Handbook of Metal Etchants*. CRC Press, Los Angeles, California, USA, pp. 23–24.

Wang, D., Yang, Y., Yi, Z., Su, X., 2013. Research on the fabricating quality optimization of the overhanging surface in SLM process. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 65, 1471–1484.

Yang, L., Lassell, A., Paiva, G.P.V., 2015. Further study of the electropolishing of Ti6Al4V parts made via electron beam melting. In: *The Twenty-Sixth Annual International Solid Freeform Fabrication (SFF) Symposium – An Additive Manufacturing Conference*, University of Texas, Austin, August, pp. 10–12.

CHAPITRE 3

ELECTROPOLISHING AND ELECTROPOLISHING-RELATED ALLOWANCES FOR IN625 ALLOY COMPONENTS FABRICATED BY LASER POWDER-BED FUSION

V. Urlea, V. Brailovski

Department of Mechanical Engineering, École de technologie supérieure, 1100, Notre-Dame

Street West, Montreal (Quebec), Canada H3C 1K3

Ce chapitre sera soumis dans «The International Journal of Advanced Manufacturing Technology» à titre de «Research Paper» suite à la permission de P&W Canada (projet MANU-721 CRIAQ)

3.1 Avant-propos

L'article présenté dans ce chapitre résume partiellement les travaux de recherche effectués dans le cadre de cette maîtrise. Par ailleurs, il est possible de remarquer une redondance entre certains points abordés au premier chapitre de ce mémoire et la section *Introduction* de cet article. Cela était inévitable étant donné la nécessité de présenter dans le mémoire une revue exhaustive de la documentation, indépendante de l'article.

3.2 Résumé (français)

Cette étude consiste dans l'optimisation du potentiel appliqué ainsi que le temps de cycle nécessaire pour l'électropolissage efficace des coupons fabriqués en IN625 contenant de multiples surfaces, lesquelles étaient orientées par rapport à la plaque de fabrication à des angles compris entre 0 et 135°. Il a été montré qu'en dépit d'une grande dispersion de la rugosité des surfaces ainsi-fabriquées, allant de $R_a=1.8 \mu\text{m}$ (0°) à $R_a=18.6 \mu\text{m}$ (135°), toutes les surfaces ont été polies jusqu'à une rugosité uniforme de $R_a=1.5\text{-}3.5 \mu\text{m}$. Cela indique que plus le fini de surface des composants fabriqués est élevé, plus grande sera la quantité de matière qu'il sera nécessaire d'enlever pendant l'électropolissage afin d'obtenir un fini de

surface homogène. Finalement, le suivi individuel de la perte en épaisseur durant le processus d'électropolissage des coupons fabriqués avec des orientations de fabrication différentes a permis d'établir des tolérances spécifiques selon chaque orientation de fabrication nécessaire pour l'électropolissage des composants fabriqués en IN625 par FSL.

3.3 Abstract

This study focuses on the optimization of the applied potential and cycling time for the efficient electropolishing of IN625 test coupons containing multiple surfaces, which are oriented with respect to the building platform of a commercial laser powder-bed fusion system under angles varying from 0 to 135°. It is shown that despite a large scatter in the as-built surface finish, ranging from $R_a=1.8\text{ }\mu\text{m}$ (0°) to $R_a=18.6\text{ }\mu\text{m}$ (135°), it is possible to polish down all the differently-oriented surfaces to a uniform roughness of $R_a= 1.5 - 3.5\text{ }\mu\text{m}$. Furthermore, the measurement of the thickness evolutions during electropolishing of the differently-oriented test coupons allows us to establish the build orientation-dependent allowances for the finishing of IN625 components fabricated by laser powder-bed fusion.

3.4 Introduction

Additive manufacturing (AM) with laser powder-bed fusion (L-PBF) systems allows the building of extremely complex and easily customizable parts. Furthermore, since the parts are created via the addition of the material rather than its removal, the buy-to-fly ratio is considerably reduced, making this process environmentally appealing. Special applications of additive manufacturing include injection moulds with conformal channels, lightweight lattice structures, and personalized and biomimetic dental and bone implants. As an example, Simoneau et al. (2016) developed and built a porous metallic femoral stem with its flexural stiffness ~50% lower than that of its fully-dense counterpart.

Despite the multiple L-PBF advantages, this process is not exempt from limitations, one of them being poor surface finish of manufactured parts. By tuning up the fabrication strategy, the surface finish can be improved. For instance, Calignano et al. (2013) found that

optimising the laser power scan speed and hatching distance could lead to an improvement of the surface roughness of AlSi₁₀Mg L-PBF built components by 40%, from Ra 24.7 to 14.35 μm . Additionally, using the laser surface remelting strategy, Alrbaey et al. (2014) were able to improve the surface finish of 316L stainless steel L-PBF-built components by 80% (Ra 12.4 ± 3 to 1.5 ± 0.12 μm). However, the end results of such a strategy are not always satisfactory, in which case additional surface finishing is generally required.

Efforts have already been made to improve the surface finish by using different post-L-PBF surface finishing techniques. Such methods include sand blasting and mechanical grinding, as well as chemical and electrochemical polishing. The mechanical and chemical finishing techniques present severe limitations. On the one hand, internal cavities cannot be finished using conventional mechanical polishing, while chemical polishing often requires the use of strong acids such as HF (ASM-Vol.9, 2004). Furthermore, the latter technique does not completely eliminate the L-PBF-related surface features, as witnessed by Pyka et al. (2012). Given the preceding, electropolishing (EP) is considered to be one of the best-suited candidates for the surface treatment of L-PBF parts, and it will be developed in the framework of this study.

Inconel 625 (IN625), which is a nickel-chromium-based alloy, is used under service temperatures ranging from cryogenic to 1000°C for its high strength and outstanding corrosion resistance. No published results on electropolishing of AM-built IN625 parts have thus far been found by the authors. However, a number of attempts have already been made to apply EP for the surface finish improvement of AM-built parts made from other metallic alloys, such as Ti-6Al-4V, for example. In this context, Teixeira (2013) was able to reduce the surface roughness of Ti-6Al-4V specimens by as much as 50-70% using NaCl-ethylene glycol-based electrolyte and applying electric pulses. On the other hand, Lassell (2016) found the EP process to be detrimental to the Ti-6Al-4V surface finish in terms of Ra values, but successful in removing surface imperfections, such as laser scanning lines present on horizontal surfaces.

As illustrated in Figure 3.1, L-PBF built surfaces can be categorized according to their build orientation (θ) as up-facing ($0^\circ \leq \theta \leq 90^\circ$) and down-facing surfaces, and the latter can be unsupported ($90^\circ \leq \theta \leq 135^\circ$) or supported ($135^\circ \leq \theta \leq 180^\circ$). Strano et al. (2013) states that topographical differences between surfaces of different build orientations with respect to the building platform are due to three major factors, namely, the rippling effect, the staircase effect, and the presence of partially bonded particles.

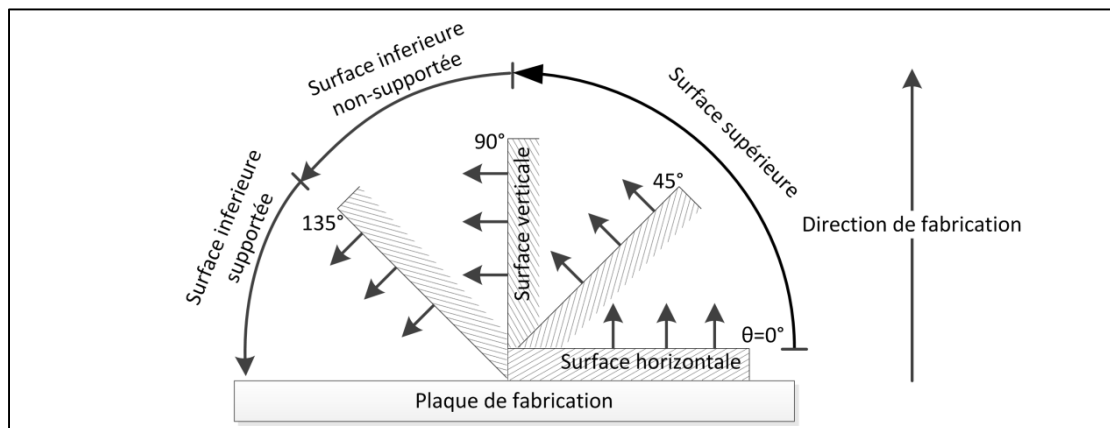


Figure 3.1: Schematic representation of the surface build orientation angle (θ)

The main limitation of the works covering the EP of L-PBF components lies in their use of test specimens with a single build orientation. Since an L-PBF built component can contain a multitude of variously-oriented surfaces, and since the roughness of a single L-PBF built surface strongly depends on its orientation, the EP process must be optimized for different build orientations simultaneously. An attempt in this regard has already been made by Urlea et Brailovski (2016) using L-PBF built Ti-6Al-4V coupons containing multiple surfaces corresponding to the 0° to 135° orientation range. It was shown that despite a large scatter in the as-built surface finish, ranging from $R_a=4 \mu\text{m}$ (0°) to $R_a=23 \mu\text{m}$ (135°), EP allows all the differently-oriented surfaces to be polished down to a uniform roughness of $R_a=1-3 \mu\text{m}$.

In this work, we intend to apply the methodology proposed and validated in our previous work (Urlea et Brailovski, 2016) to optimize the EP of IN625 components containing external and internal surfaces. Furthermore, since EP is accompanied by mass loss and,

consequently, by a reduction in part dimensions, this work is aimed at correlating the in-process evolution in surface finish with that in part size. The results of this work should therefore assist in establishing the EP allowances for L-PBF built IN625 components, and, therefore, confer the desired geometry to the part, while providing the necessary surface finish characteristics.

This work is structured as follows. First, the experimental setup is presented in Section 3.5. The developed experimental methodology is given in Section 3.6. Sections 3.7, 3.8 and 3.9 contain results, discussions, and conclusions of this study, respectively.

3.5 Experimental setup

3.5.1 Arrangements and design of electrodes and their intended use

Three cathode-anode arrangements were designed for this study (Figure 3.2). The first arrangement, C1-A1 (a), was used for the current density (J) versus applied potential (V_a) characterization of the L-PBF built IN625 specimens. The second, C1-A2 (b), was designed to study the impact of the EP parameters on the roughness, mass and thickness reduction of specimens containing surfaces with different build orientations, as well as for processing optimization. The third arrangement, C2-A3 (c), was designed to simulate the polishing of an internal surface of a tube. This last arrangement (barrel) was composed of 7 staves, with each stave being produced at a given build orientation. As the barrel can easily be assembled and dismounted, the surface finish, mass loss and thickness reduction of each individual stave can easily be monitored throughout the entire EP process.

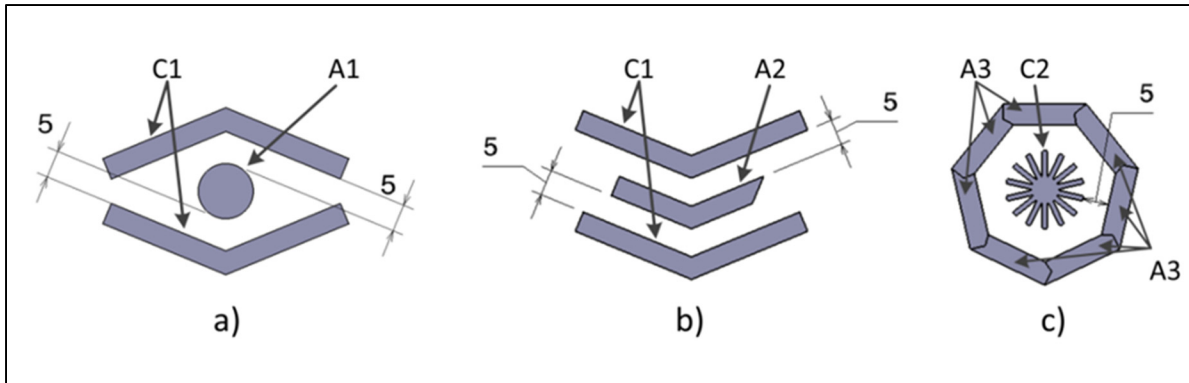


Figure 3.2: Cathodes and anodes arrangements (bottom view): a) C1-A1, b) C1-A2, c) C2-A3 (cathode-to-anode distance in mm)

ANODES: For the three cathode-anode arrangements, three types of anodes were built: cylindrical (6 specimens, Figure 3.3-A1), V-shaped (20 specimens, Figure 3.3-A2) and stave-shaped (14 specimens, Figure 3.3-A3). The cylindrical 10 mm-diameter, 13 mm-high A1 anodes were oriented normally to the building platform, and offered a total available wet surface of 5.3 cm^2 . Each of the V-shaped A2 anodes possessed 4 differently-oriented surfaces, namely, 0° , 45° , 90° , and 135° , and they offered a total available wet surface of 12.5 cm^2 . Both the A1 and A2 anodes were drilled and tapped with a US 3-48 coarse thread for their fixation inside the EP cell.

The barrel-type anode of the C2-A3 arrangement was composed of 7 staves, with each stave offering a working surface of 4.8 cm^2 and having 7 different build orientations: 0° , 22.5° , 45° , 67.5° , 90° , 112.5° and 135° . (Note that surfaces built with orientations greater than 135° were excluded from this study since they require the use of supports. Consequently, their surface roughness can vary depending on the type of supports and the technique used for their removal.)

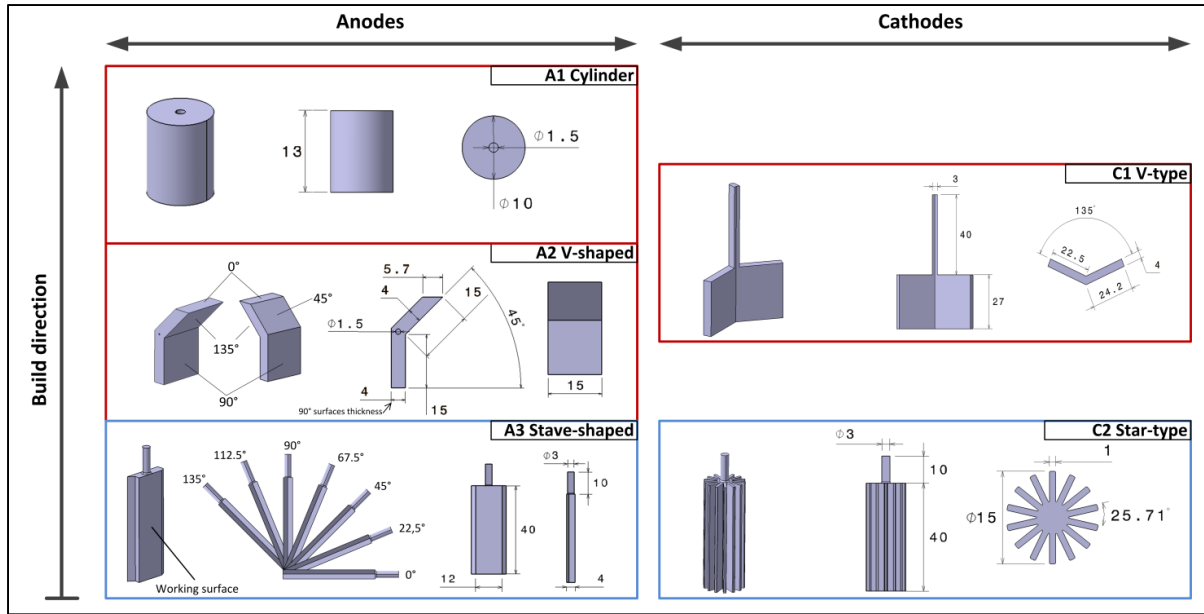


Figure 3.3: Cylindrical-shaped A1, V-shaped A2, and stove-shaped A3 anodes. V-type C1 and star-type C2 cathodes (dimensions in mm)

CATHODES: ASM-Vol.9 (2004) generally recommends the use of cathodes made of stainless steel, graphite or copper for EP. In some cases, same-material anodes and cathodes are used, although less frequently, as in the case of Walker et Tarn (1990). In this work, the use of the same material to build both electrodes appears to be advantageous since it allows their manufacture during the same printing operation. Two types of cathodes were built in this work: V-type (4 specimens, Figure 3.3-C1) and star-type (2 specimens, Figure 3.3-C2). The V-type cathodes offered a maximum exposed wet surface of 30 cm², whereas the star-type ones offered a maximum exposed wet surface of 61 cm².

All the electrodes in this study were manufactured using an EOSINT M 290 400W Ytterbium fiber laser system (EOS GmbH, Munich Germany), Pearl®Micro Ni 625 powder (Erawsteel), and the “IN718 Performance” parameter set (40 µm layer thickness, PSW version 3.6). After L-PBF, components were subjected to a stress relief annealing at 870 °C for 1 hour in argon atmosphere.

3.5.2 EP cell setups, electrolyte, temperature, agitation and power supply

The electrolyte chosen for the electrochemical tests and EP experiments was composed of 60% perchloric acid and glacial acetic acid (Fisher Chemical, Certified ACS), mixed in a 3:7 vol. ratio. This corresponds to an HClO_4 concentration of 3.0 mol/liter, as recommended for the EP of nickel-chromium alloys in (Huang, Chen et Chang, 2008), ASTM-E1558 (2009a) and ASM-Vol.9 (2004).

All the experiments were carried out in a MultiPort Electrochemical Cell Kit by Gamry, and mounted using two set-ups: the first for the J versus applied potential (V_a) measurement and process optimization (Figure 3.4-a), and the second, for the tube (barrel) simulation experiments (Figure 3.4-b, barrel-type anode and star-type cathode).

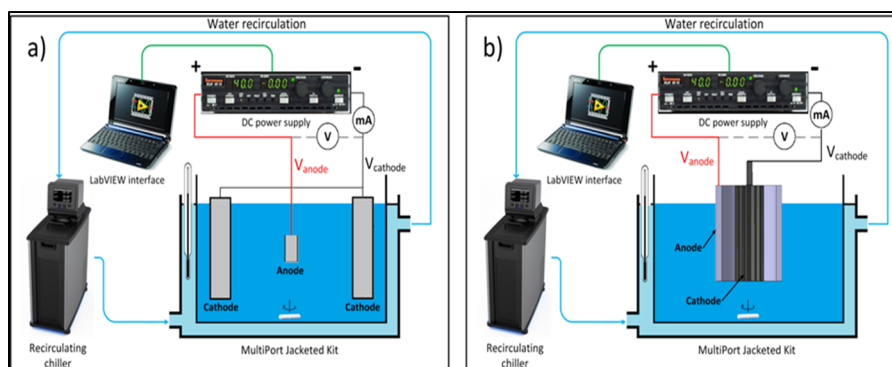


Figure 3.4: J- V_a measurements and EP optimisation setup,
b) Tube EP simulation setup

The operation temperature was maintained constant at 23°C using a PolyScience recirculating chiller. A 700 mL volume of electrolyte was used. The electrolyte was agitated at a constant speed of 150 rpm using a magnetic stirrer bar rotated with a PC-420D Corning Stirring Hot Plate. The potential was applied using a Sorensen DLM 40-15 DC power supply controlled via a LabVIEW interface, and the resulting V_a and current (I) data were recorded. The test setup was designed to achieve repeatable control of the cathode-to-anode distance (CAD) and surface ratio (CASR), which were set constant at 5 mm and 2:1, respectively, throughout the entire project.

3.6 Procedure

A two-step procedure was devised for this work:

- J- V_a measurements,
- EP parameters optimization and simulation of tube EP.

3.6.1 J- V_a measurements and applied potential definition

Firstly, as suggested by ASTM-E1558 (2009a), the J- V_a dependence was measured to determine the range of EP working conditions. In this test, the as-built and the stress-relieved cylindrical anodes and V-type cathodes were mounted as shown in Figure 3.4-a.

The J- V_a measurements were carried out by applying a constant potential between the electrodes and increasing it by steps of 1 V every 5 min. The resulting anodic current (J) was measured, recorded and plotted as a function of V_a in Figure 3.5. (In the absence of a reference electrode, V_a data include Ohmic losses in the electrolyte.) The CASR was set at 2:1 by covering the excessive cathode surface with electric insulation tape.

As can be seen, a stable J plateau was obtained for the applied potential ranging from 4 to either 12 or 14 V for the as-built and stress-relieved cathodes, respectively. It is believed that EP occurs within this plateau, and that the best results can be obtained near its high-voltage end (ASM-Vol.9, 2004). In order to accommodate both the as-built and stress-relieved components, the applied potential to be used in this study was set at $V_a = 9$ V as it belongs to the constant part of the J plateau for both types of specimens.

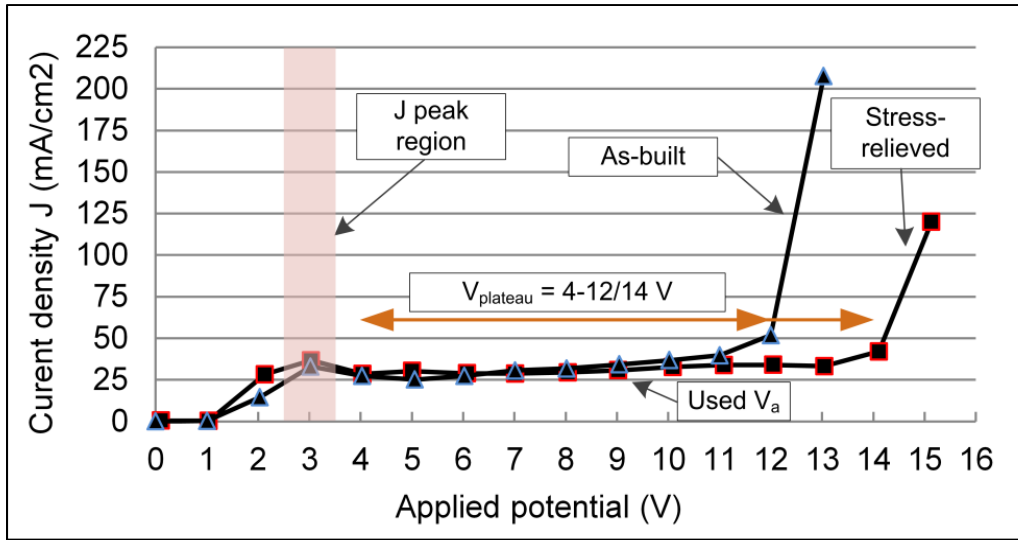


Figure 3.5: Anodic current density as a function of applied potential for the as-built and the stress-relieved specimens

3.6.2 EP optimization and tube EP simulation experiments

The surface roughness evolution, visual aspect, mass loss and thickness reduction (90° surfaces) were tracked for V-shaped specimens subjected to different EP conditions. For each series of tests, the exposure time interval was established using the total electric charge passed through a unitary surface area: $Jt = \text{mA cm}^{-2} \text{ min}$. All the tests were halted when specimens accumulated a Jt of $10000 \text{ mA cm}^{-2} \text{ min}$.

To validate the influence of experimental conditions on EP stability and on the quality of polished surfaces, some additional experiments were deemed necessary. These tests are schematically presented in Figure 3.6, and divided into two groups: the first group consists of testing under a constant current density of $J = 45 \text{ mA cm}^{-2}$, while the second group consists of testing under a constant potential $V_a = 9\text{V}$.

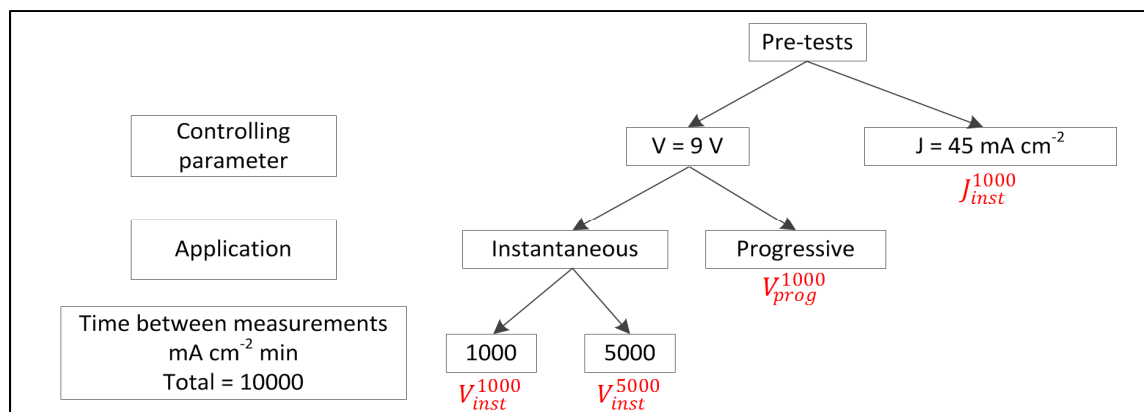


Figure 3.6: Schematic of pre-tests necessary for determining optimal EP conditions

For the case of EP under constant current density, the applied value of $J = 45 \text{ mA cm}^{-2}$ was determined as a minimum current density needed to overcome the V_a peak presented in the 2-4 V region (Figure 3.5). An EP period of $1000 \text{ mA cm}^{-2} \text{ min}$ was used and the current was applied instantaneously - (J_{inst}^{1000}).

During preliminary studies of EP under constant potential controlling conditions ($V_a = 9 \text{ V}$), it was observed that the resulting current density evolves in time differently, depending on whether the potential is applied instantaneously or progressively (Figure 3.7). It was therefore decided to perform comparative testing under these two conditions: that meant comparing the application of a constant potential of 9 V instantly (V_{inst}^{1000}) or progressively (V_{progr}^{1000}), while keeping the electric charge per unitary surface between the measurements equal to $1000 \text{ mA cm}^{-2} \text{ min}$, for both cases. For the V_{progr}^{1000} test, the potential was progressively increased at a rate of 1 V/s until the target value of 9 V was reached, and then maintained constant for the remainder of the test. In the case of an instantaneous potential application, two exposure intervals were compared – 1000 (V_{inst}^{1000}) and 5000 (V_{inst}^{5000}) $\text{mA cm}^{-2} \text{ min}$.

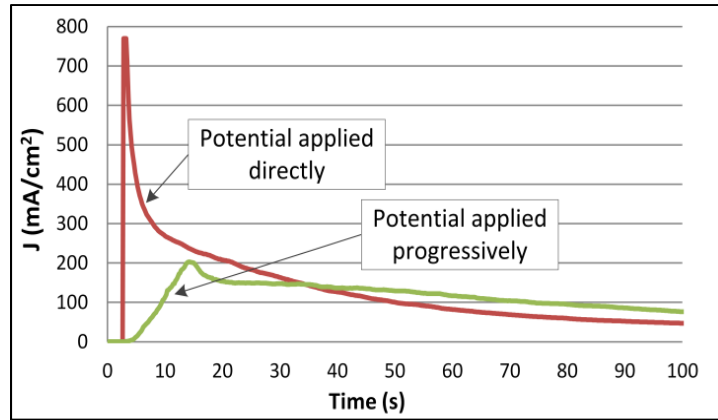


Figure 3.7: J evolution for Va applied instantaneously or progressively

The optimum EP control strategy determined using V-shaped anodes were then used for the EP tube simulation experiments, where the same EP period of $1000 \text{ mA cm}^{-2} \text{ min}$ was used. The barrel- and star-type anodes were dipped into the electrolyte by 20 mm of their height, which offered a 16.8 cm^2 working wet surface. The exterior surface of the barrel was covered with electric tape to prevent its polishing, thus allowing an adequate measurement of the thickness reduction and mass loss on each individual stave throughout the EP process. Measurements were halted when specimens accumulated a Jt of $12000 \text{ mA cm}^{-2} \text{ min}$.

3.6.3 Roughness, mass loss and thickness reduction measurements

At the beginning of each test, all specimens were first washed with distilled water and then degreased with acetone in an ultrasonic bath for 30 min. Immediately after each experiment, the specimens were washed with distilled water, then with acetone and, finally, they were air-dried.

The linear roughness average (Ra), root mean square (Rq), maximum height of the profile (Rz), Skewness (Rsk) and Kurtosis (Rku) surface characteristics were measured using a Mitutoyo SJ-402 surface roughness tester supplied with a 12AAB403 standard stylus (tip radius $5 \mu\text{m}$). The calculations were performed according to the ISO 1997 standard ($\lambda_c = 0.8 \text{ mm}$ and $\lambda_s = 2.5 \mu\text{m}$). Three measurements over a length of 4 mm (additional 0.4 mm of pre-

and post-travel) were performed on each surface (Figure 3.8-a). The direction of the measurements concurred with the build orientation (except for 0° surfaces) in order to fully capture the influence of the staircase effect. The profiles derived from these measurements were used to calculate the bearing area curve (BAC), also known as the Abbott-Firestone curve. The initial and final area average roughness (S_a) measurements of the stave-shaped specimens were also performed using an OLYMPUS OLS4100 confocal microscope (laser spot diameter $0.2\ \mu\text{m}$) ($\lambda_c = 0.8\ \text{mm}$) over an area of $5000 \times 5000\ \mu\text{m}$ at 10X (MPLFLN 10X objective). The mass of the specimens was measured using an Acculab L-Series LA-60 microbalance, whereas their thickness was measured using a Mitutoyo IP65 micrometer by averaging 9 measurement points (Figure 3.8-b). Total thickness reduction was calculated by averaging the thickness loss of each individual point.

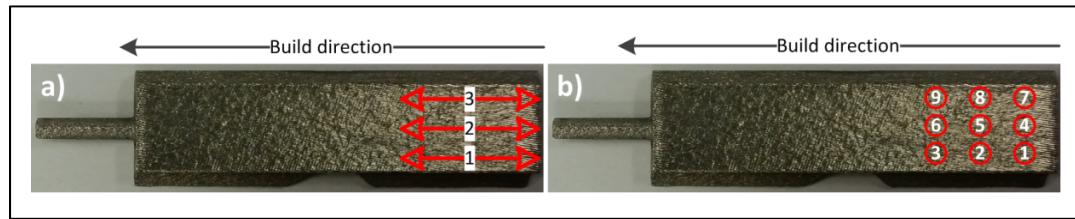


Figure 3.8: Illustration of a) stylus profilometer and
b) thickness measurements of stave specimens

3.7 Results

3.7.1 Influence of the potential/current density control strategy and exposure time on the EP process efficiency

The R_a evolutions of all the differently-oriented surfaces obtained during the constant-V and constant-J experiments on the V-shaped specimens are illustrated in Figure 3.9. It can be seen that all the tests offered similar trends and converged towards close roughness values at the end of the finishing process. Among all the EP conditions, V_{inst}^{5000} demonstrates the best results for the 0 and 90° surfaces.

The R_q values follow the same trend as the R_a values, maintaining an average R_q/R_a ratio of 1.2 throughout the EP process, while the R_z/R_a ratio slightly decreases from an initial value of 5.2 to 4.6, as can be seen in Figure 3.10.

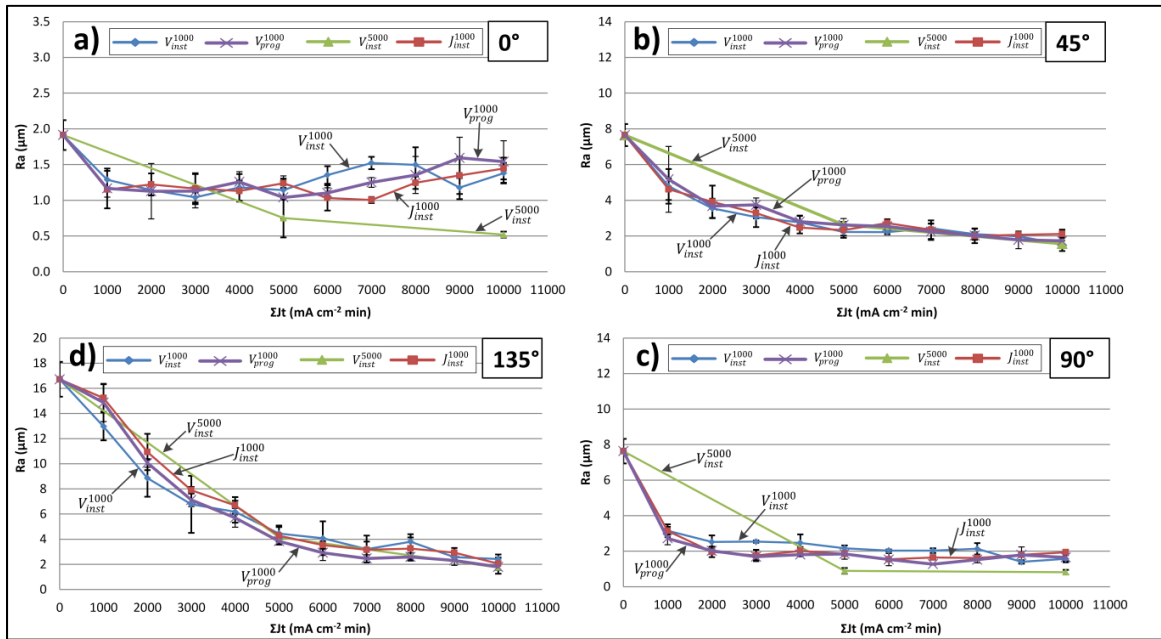


Figure 3.9: R_a evolution during EP of the a) 0-, b) 45-, c) 90-, and d) 135°-oriented surfaces (V-shaped specimens)

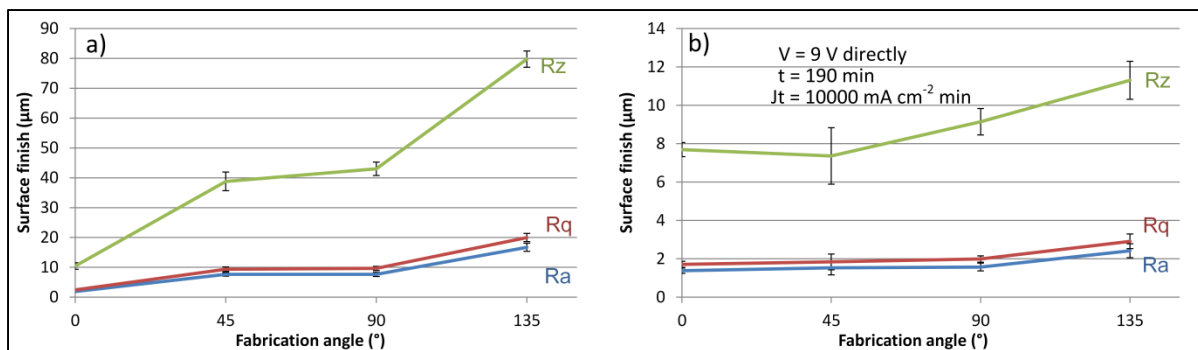


Figure 3.10: R_a , R_q and R_z values: a) before and b) after EP of V-shaped specimens

The visual representations of the differently-oriented surfaces before and after the constant-V and constant-J tests on V-shaped specimens are shown in Figure 3.11. Partially bonded powder particles can be observed on the 45, 90 and 135° surfaces of the as-built parts. It can

also be seen that the $V_{instant}^{5000}$ EP control strategy creates an orange peel effect on the 135° surfaces and that the J_{inst}^{1000} and V_{progr}^{1000} control strategies result in significant pitting, with the pits' diameter reaching almost $300\text{ }\mu\text{m}$. On the other hand, the application of the V_{inst}^{5000} testing conditions result in an uneven material removal (heterogeneous dissolution), as can be seen in Figure 3.12. The surfaces obtained at V_{inst}^{1000} conditions offer much better finishes; small pits are still however present, with a maximum diameter of about $50\text{ }\mu\text{m}$.

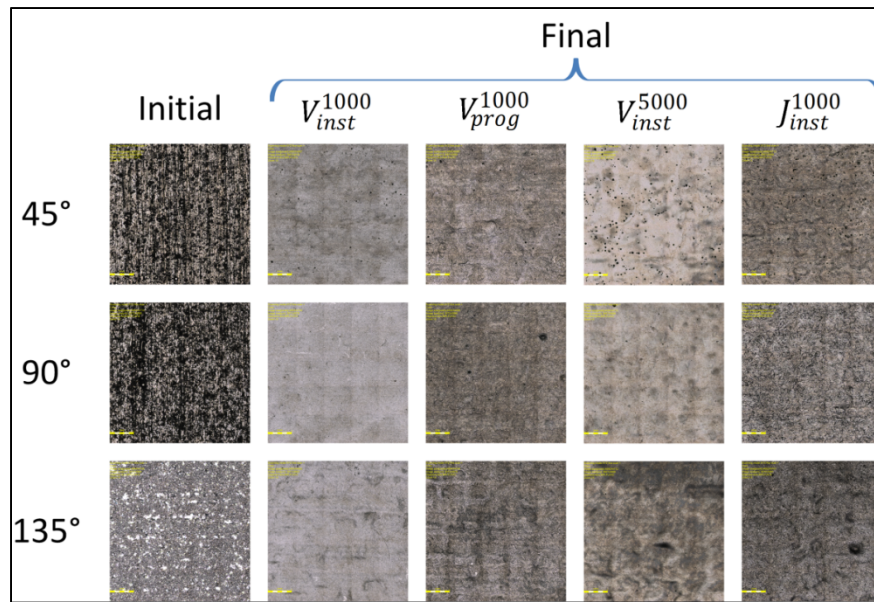


Figure 3.11: Initial and final ($Jt=10000\text{ mA cm}^{-2}\text{ min}$) surface images of V-shaped specimens at 5X ($2560\text{ }\mu\text{m} \times 2560\text{ }\mu\text{m}$)

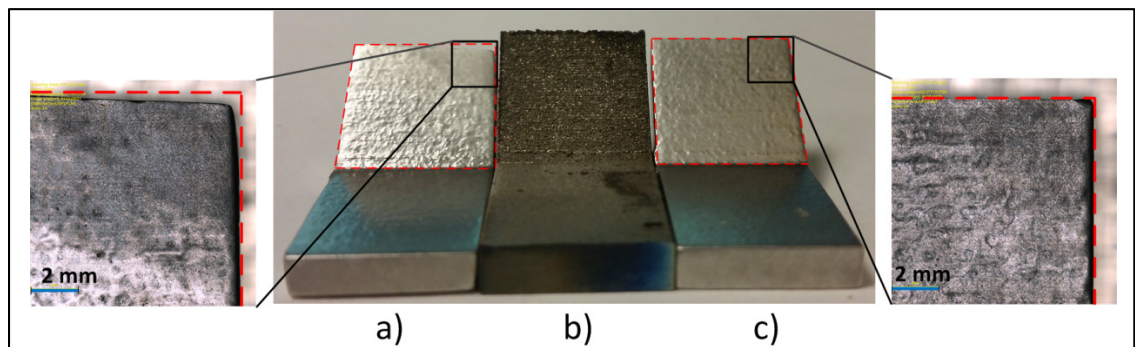


Figure 3.12: V-shaped sample: a) heterogeneous dissolution (V_{inst}^{5000}); b) as-built state, and c) homogeneous dissolution (V_{inst}^{1000}); $Jt=10000\text{ mA cm}^{-2}\text{ min}$

3.7.2 Tube simulation experiments (barrel polishing)

Based on the results of the EP optimization study, the tube simulation experiments were carried out using the V_{inst}^{1000} testing conditions. In Figure 3.13, the evolution of Ra during EP is presented, for all the differently-oriented staves. The results are shown at a $Jt = 3000$ mA cm⁻² min interval, in order to facilitate chart interpretation. It can be seen that the best Ra of all the as-built parts is obtained for horizontal surfaces (1.82 μ m), with the partially bonded particles and the staircase effect being totally absent. A certain degree of rippling texture is still observable for this surface, as shown in Figure 3.15-a.

The initial Ra is merely constant (7.58 - 8.98 μ m) in the 25°...112.5° range and increases drastically at 135° (18.6 μ m), which was expected for unsupported down-facing surfaces. The same trend is observed for the post-EP results. Throughout the process, the Rq values follow the same trend as the Ra values, maintaining an average Rq/Ra ratio equal to 1.2, while the Rz/Ra ratio decreases slightly from a value of 5.2 to 4.6 (Figure 3.14). It should also be noted that the roughness obtained at the end of the EP for the stave-shaped specimens (Figure 3.14-b) is somewhat higher than that obtained for their V-shaped counterparts (Figure 3.10-b), despite a longer EP time.

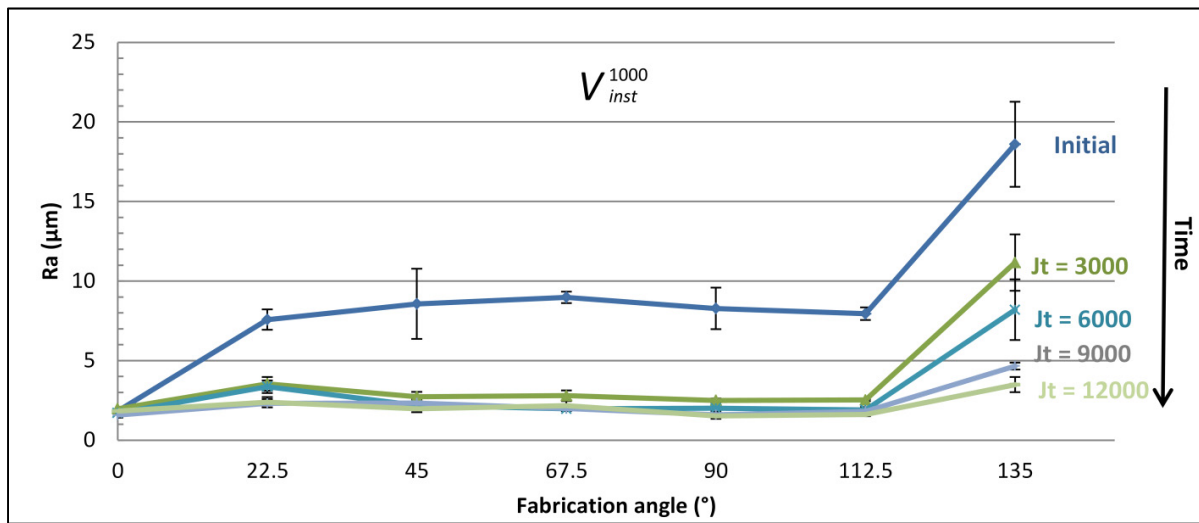


Figure 3.13: Ra evolution of barrel staves during electropolishing (V_{inst}^{1000})

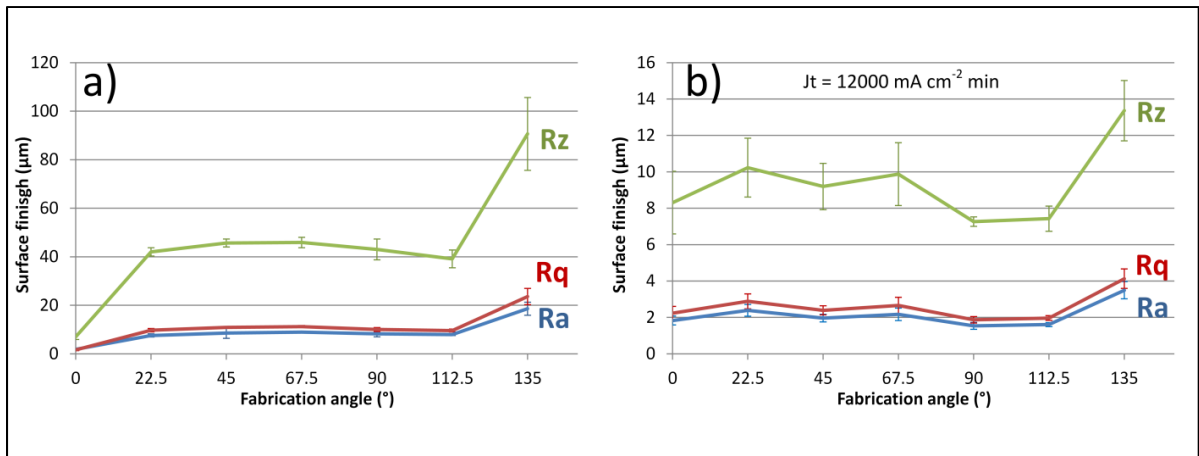


Figure 3.14: The Ra, Rq and Rz values for barrel staves: a) initial and b) final (V_{inst}^{1000} at $J_t = 12000 \text{ mA cm}^{-2} \text{ min}$)

Figure 3.15 gives a visual representation and the 3D surface height distributions of the 0° , 22.5° and 135° -oriented staves before and after their polishing. These figures are accompanied by their respective Sa and Ra values. The images show that the stripes and partially bonded particles are eliminated from the surfaces. Additionally, the surface topography was effectively levelled, reducing the difference between the high and the low surface features.

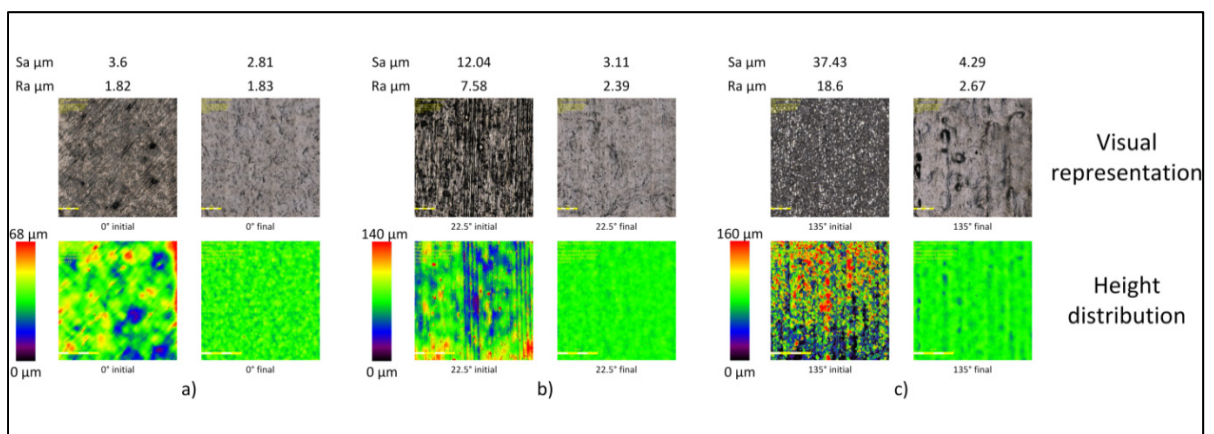


Figure 3.15: Sa surface topography characterization ($5000\mu\text{m} \times 5000\mu\text{m}$ at 10X) along with stylus profilometry Ra values of the initial and final surfaces of stave shaped specimens oriented at a) 0, b) 22.5° and c) 135° .

The Sa values before and after EP for all build orientations are collected in Tableau 3.1. It shows that in the case of the 135° stave, the Sa averages were reduced by as much as 89%. Surprisingly, the best results in terms of Sa were obtained for the 90° stave and not for its 0° counterpart (2.63 vs 2.81 μm), while, as expected, the worst results were obtained for the 135° stave.

Tableau 3.1: Initial and final Sa values of stave-shaped specimens

	Build angle (°)	0	22.5	45	67.5	90	112.5	135
Sa [μm]	Initial	3.59	12.04	9.14	13.08	11.66	9.93	37.34
	Final	2.81	3.11	2.66	2.69	2.62	2.98	4.29

The before- and after-EP Ra, Rq and Rz mean values and standard deviations are collected in Tableau 3.2. It can be seen that Ra can be reduced by as much as 82% in the case of the 90° stave. Similarly to the Sa measurements, the best results in terms of Ra averages were obtained for the 90° stave rather than for the 0° stave (1.53 vs 1.83 μm), whereas, as expected, the worst results were obtained for the 135° stave. The initial difference in Ra between the as-built staves was reduced by 88% from 16.78 to 1.96 μm .

Tableau 3.2: Initial and final Ra, Rq and Rz distribution of stave shaped specimens

Build angle (°)	Ra [μm]				Rq [μm]				Rz [μm]			
	Initial		Final		Initial		Final		Initial		Final	
	Mean	Standard deviation	Mean	Standard deviation	Mean	Standard deviation	Mean	Standard deviation	Mean	Standard deviation	Mean	Standard deviation
0	1.82	0.28	1.83	0.24	1.63	0.35	2.24	0.38	6.97	1.05	8.31	1.72
22.5	7.58	0.64	2.39	0.32	9.70	0.70	2.89	0.41	42.02	1.74	10.23	1.62
45	8.57	2.20	1.97	0.21	10.92	0.11	2.39	0.25	45.66	1.64	9.19	1.27
67.5	8.98	0.36	2.17	0.34	11.24	0.43	2.65	0.45	45.87	2.15	9.88	1.72
90	8.28	1.30	1.53	0.19	10.01	0.82	1.87	0.18	43.01	4.28	7.27	0.26
112.5	7.95	0.40	1.61	0.11	9.58	0.57	1.97	0.13	39.12	3.69	7.43	0.69
135	18.60	2.67	3.49	0.48	23.59	3.33	4.13	0.54	90.63	14.98	13.36	1.66

Figure 3.16 presents the initial and final roughness traces for the 0 and 135° staves, with the results accompanied by their respective BAC curves. It can be seen that the EP process smoothed the profiles, and, as in the case of the 135° stove, homogenized the peak and valley distributions along the mean line. Both BAC curves show an almost symmetrical height distribution of profiles along the mean line, both before and after the EP process.

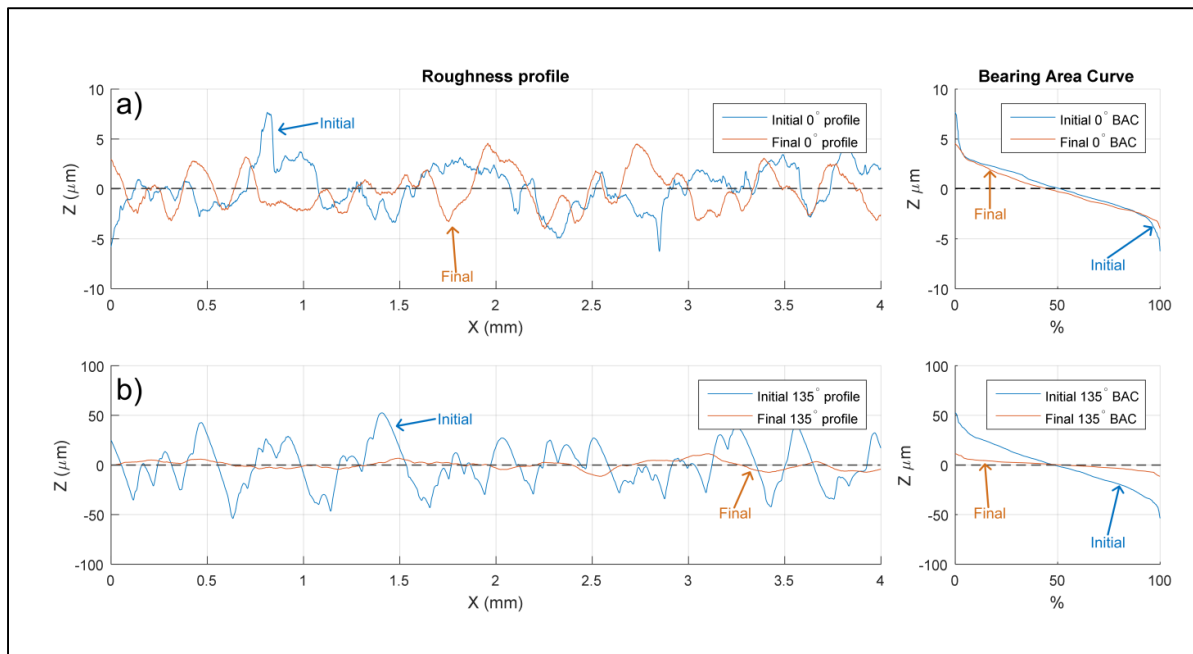


Figure 3.16: Initial and final ($J_t = 12000 \text{ mA cm}^{-2} \text{ min}$) roughness trace for a) 0° and b) 135° staves accompanied by their respective BAC

The R_{sk} and R_{ku} values measured before and after EP are collected in Tableau 3.3. The R_{sk} averages of all the staves are reduced by EP. It should be noted that R_{sk} values tend to be mostly positive, indicating that there is a preferential distribution of peak aspects on the profiles. After polishing, the 0, 22.5, 90 and 135° staves manifest final R_{sk} values which are very close to 0, which is an indication of a symmetrical height distribution, as explained by Gadelmawla et al. (2002). The obtained results correlate well with the BAC charts of Figure 3.16-b presented earlier.

Next, the as-built and polished Rku values show a platykurtic distribution of the profiles, as they are almost all less than 3. This is an indication that the profiles contain very few high peaks and low valleys as explained by Gadelmawla et al. (2002). Their number is further decreased after the EP process, as shown by the decrease in the Rku values. Additionally, it shows that the height distribution is not sharp and that the peaks are smoothed by the process (ASME-B46, 2010).

Tableau 3.3: Initial and final Rsk and Rku distributions of stave-shaped specimens

Build angle (°)	Rsk		Rku	
	Initial	Final	Initial	Final
0	0.16	0.05	2.85	2.47
22.5	0.58	0.11	3.46	2.29
45	0.47	-0.22	2.67	2.45
67.5	0.43	0.40	2.74	2.44
90	0.58	0.09	3.09	2.75
112.5	0.43	0.23	2.57	2.47
135	0.08	0.04	2.27	2.16

In Figure 3.17-a, the thickness reduction of the differently-oriented staves is presented as a function of time. It can be seen that at the beginning (0-3000 ΣJt), the 0° and 90° staves show almost the same thickness reduction, while the thickness reduction of the 135° stave is the greatest. It can also be noticed that the thicknesses of the 22.5°-112.5° staves decrease similarly throughout the EP process. After 3000 ΣJt , the thickness reduction slopes of all the staves decrease and remain nearly constant for the remainder of the process. Figure 3.17-b illustrates the mass loss of the differently-oriented staves as a function of time. It can be noted that the masses of all the staves evolve linearly with time, keeping the mass loss/time slopes quite close.

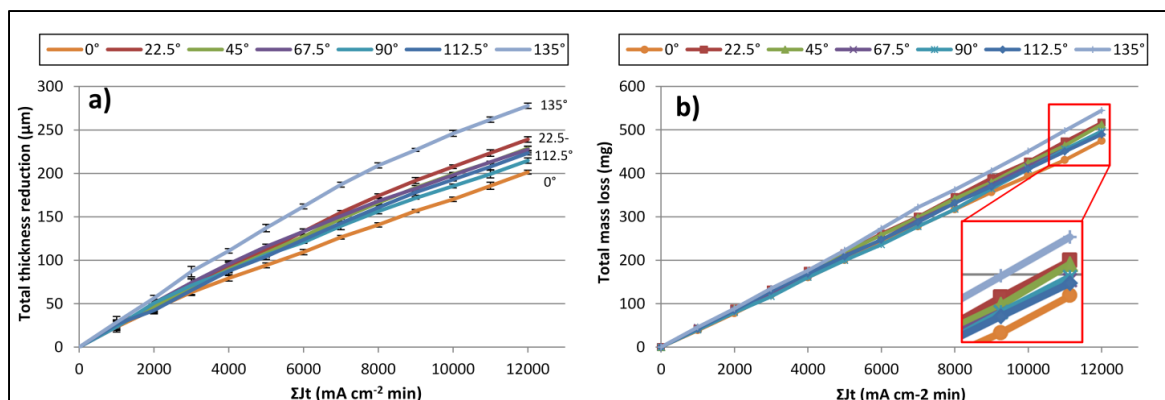


Figure 3.17: Thickness reduction and b) mass loss of barrel staves as functions of time

3.8 Discussion

The J versus V_a plots obtained with IN625 specimens can be divided into 5 regions (Figure 3.5): i) 0-3 V, where the current increases is proportional to the increase in potential, a certain quantity of metal dissolves, and the surface has a dull, etched appearance; ii) the 3-4 V region, which corresponds to unstable EP conditions, while iii) the 4 - 12...14 V (depending on the sample) region manifests a stable plateau. For the potentials 12/14 and over, gas bubbles appear, breaking the polishing film and causing severe pitting (ASM-Vol.9 (2004)).

After the J versus V_a measurement, the cylindrical anode presented a smooth/levelled and brightened surface. Landolt (1987) states that anodic levelling (i.e., macro-smoothing) is obtained by eliminating the surface roughness heights greater than 1 μm and brightening (i.e., micro-smoothing) by exclusion of surface roughness heights lower than 1 μm . It was therefore evident that EP of the IN625 specimens could be carried out using IN625 cathodes and a 3:7 volume ratio, CAD - 5 mm/CASR – 2:1 mounting conditions, and perchloric-acetic acid electrolyte.

The constant- V tests showed that applying the potential instantly, rather than progressively, resulted in a more levelled and regular surface. However, a non-uniform removal of material may occur in the case of the constant- V strategy, when the EP Jt parameter increases from

1000 to 5000 Jt. On the other hand, the constant-J tests showed that severe pitting appears on the surface of the specimens, and that the surfaces present a dull texture. On the basis of these results, the V_{inst}^{1000} conditions were selected for the remainder of this work.

It was shown that using the previously obtained EP conditions, the surface topography can effectively be smoothed, reducing the difference between the high and low features of the surface: S_a averages can be reduced by as much as 88.5% as in the case of the 135° stave. Contrary to the results obtained for the V-shaped specimens, pitting can be observed on some stave surfaces (see Figure 3.15-c). It is believed that a smaller degree of electrolyte agitation inside the C2-A3 assembly, as compared to that of the C1-A1 assembly may be the cause of this deficiency, as also suggested in ASTM-E1558 (2009a). A similar situation was also observed by Urlea and Brailovski (2016) by comparing the results of internal and external polishing with the same set of EP parameters.

The close resemblance of the mass loss slopes presented for all the polished surfaces (Figure 3.17-b) is an indication that they were attacked equally, regardless of their initial roughness (i.e., build orientation), and therefore, a uniform polishing of a tubular interior surface can be expected.

It should be noted that the 135° stave, having the greatest quantity of partially bonded particles and the worst surface roughness, loses a greater proportion of thickness at the beginning of the process (0-3000 Σ Jt) (Figure 3.17-a); afterwards, its thickness reduction rate becomes close to those of the other staves. On the other hand, the 0° stave, having the best surface roughness, manifests the slowest thickness reduction rate among all the polished staves, as it is free of loosely attached particles, which greatly affect the thickness measurement results. Finally, the staves in the 22.5° to 112.5° orientation range occupy an intermediate position, reducing their thickness at an almost identical rate. By considering the thickness reduction slopes constant between 3000 and 12000 Jt, we can therefore estimate the thickness reduction time rate (TRTR). As such, we obtain a TRTR for the 0° stave of $15.3 \text{ E-}3 \text{ } \mu\text{m Jt}^{-1}$, between a minimum of $15.9\text{E-}3$ and a maximum of $18.5\text{E-}3 \text{ } \mu\text{m Jt}^{-1}$ for 22.5°-

112.5° staves and of $21.1 \text{E-}3 \mu\text{m Jt}^{-1}$ for the 135° stave. It should be noted that the surface finish and thickness reduction trend for all the staves bears a close resemblance to the results obtained in our previous study (Urlea et Brailovski, 2016).

By combining the thickness reduction (TR) and the Ra evolution as a function of build orientation and EP time (Figure 3.18) on the same chart, we can determine the EP allowances (quantity of the material to remove by EP) needed to obtain the desired Ra value for the surface of a given orientation, as well the required polishing time. (Note that since the 22.5°-112.5° surfaces tend to show close values, they were grouped into a single zone.)

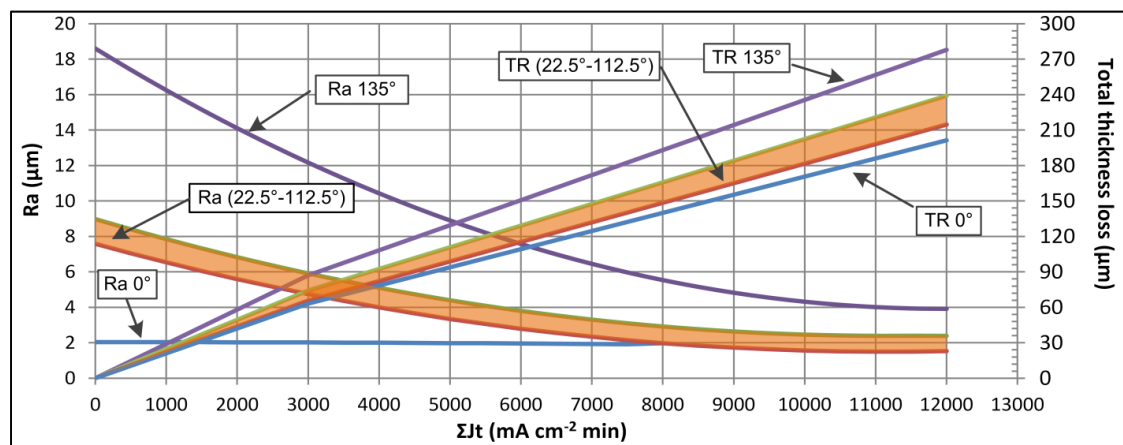


Figure 3.18: Ra evolution and TR as a function of build orientation and EP time

For example, Figure 3.18 shows that to obtain an $Ra \leq 5 \mu\text{m}$ on all the surfaces, we need to base our calculations on the roughest build orientation of 135°, which gives us a total Jt of $9000 \text{ mA cm}^{-2} \text{ min}$. From the same Figure 3.18, the thickness reductions (EP allowances) resulting from 9000 Jt polishing can be determined as follows:

- 0.16 mm for the 0°- oriented surface;
- Between 0.16 and 0.18 mm for the 45°- and 90°- oriented surfaces (maximum values considered);
- 0.21 mm for the 135°- oriented surface.

Let us now design a component to be built by L-PBF and electropolished (as an example, we use here a V-shaped anode from this study). We need to start from the design requirements, which comprise the nominal part's dimensions and surface roughness (Figure 3.19-a). Next, we need to take into account the processing tolerances of $\pm 40 \mu\text{m}$ for small IN625 components built with an EOS M280 400 W (EOSINT, 2014). Note that smaller L-PBF tolerances ($\pm 5\text{-}30 \mu\text{m}$) were found in the context of this study by measuring the thickness of the as-built 90° wall of the V-shaped specimen.

Finally, considering the EP allowances (Figure 3.18) and processing tolerances of $\pm 40 \mu\text{m}$, the dimensions of the rough L-PBF-built component can be determined (Figure 3.19-b). (It should be noted that the numbers presented are strongly technology-specific, and should be re-evaluated in the case of any change in the L-PBF and EP technologies.)

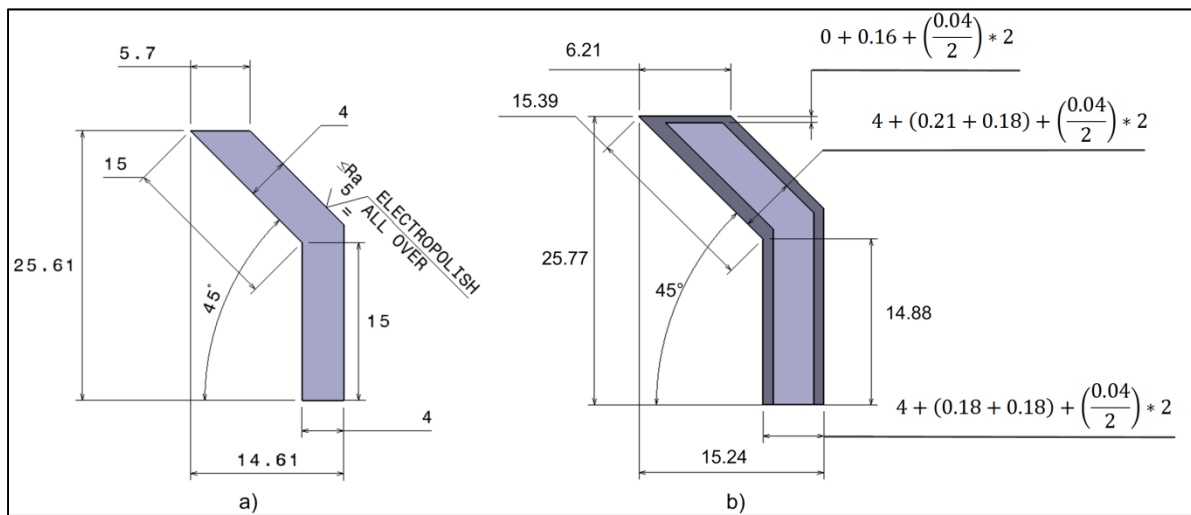


Figure 3.19: V-shaped specimen before and after EP: a) EP-specimen (nominal dimensions and roughness), b) L-PBF-built specimen(nominal dimensions + EP allowances + process tolerances); Dimensions are in mm and EP allowances are shown in a 5:1 scale, for better visibility

3.9 Conclusion

The following points summarize the main results of this study:

8. A current-potential curve presenting a stable J region is to be expected when employing cathodes and anodes made of EOS IN625 within a 3:7 volume ratio of perchloric acid (60%) and glacial acetic acid.
9. Surfaces built at orientations between 22.5°-112.5° have a very similar initial surface finish. Consequently, their surface finish and thickness reduction evolve similarly throughout the EP process.
10. Thickness reduction evolves almost linearly with EP time when a constant potential within the stable J plateau is applied for periods of 1000 Jt.
11. Surface finish (Ra) can be improved by as much as 82% in some cases.
12. The surface build orientation does not affect the quantity of matter dissolved during the EP process.
13. Polishing of IN625 L-PBF-made internal surfaces is feasible by means of EP.

3.10 Acknowledgements

The authors would like to credit the Fonds de développement de l'ÉTS (FDETS), Fonds de recherche du Québec–Nature et Technologies (FRQ – NT), the Natural Sciences and Engineering Research Council of Canada (NSERC), the Consortium de Recherche et d'Innovation en Aérospatiale au Québec (CRIAQ) and Pratt & Whitney Canada for their financial support. Thanks are also due to FusiA Impression 3D Metal Inc for providing all the IN625 specimens, as well as for their time and recommendations.

3.11 References

ASM-Vol.9, 2004. Chemical and Electrolytic Polishing. Metallography and Microstructures. ASM Handbook, Vol. 9, pp. 281–293.

ASME-B46, 2010. Surface Texture (Surface Roughness, Waviness and Lay). American Society of Mechanical Engineers, New York, N.Y.

ASTM-E1558, 2009. Standard Guide for Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens. ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, United States, p. 13.

Alrbaey, K., Wimpenny, D., Tosi, R., Manning, W., Moroz, A., 2014. On optimization of surface roughness of selective laser melted stainless steel parts: a statistical study. J. Mater. Eng. Perform. 23, 2139–2148.

Calignano, F., Manfredi, D., Ambrosio, E., Iuliano, L., Fino, P., 2013. Influence of process parameters on surface roughness of aluminum parts produced by DMLS. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology 67, 2743-2751

EOSINT, 2014. Material data sheet. EOS Titanium Ti64 400W for EOSINT M 280.

Gadelmawla, E., Koura, M., Maksoud, T., Elewa, I., Soliman, H., 2002. Roughness parameters. J. Mater. Process. Technol. 123, 133–145.

Huang, C., Chen, Y., Chang, J., 2008. The electrochemical polishing behavior of the Inconel 718 alloy in perchloric–acetic mixed acids. Corrosion Science 50, 480-489. 10.1016/j.corsci.2007.07.005.

Landolt, D., 1987. Fundamental aspects of electropolishing. Electrochimica Acta 32, 1-11

Lassell, A., 2016. The Electropolishing of Electron Beam Melting, Additively Manufactured Ti6Al4V Titanium: Relevance, Process Parameters and Surface Finish, Master of Engineering Thesis, Industrial Engineering. University of Louisville (p. 76).

Pyka, G., Burakowski, A., Kerckhofs, G., Moesen, M., Van Bael, S., Schrooten, J., Wevers, M., 2012. Surface modification of Ti6Al4V open porous structures produced by additive manufacturing. *Adv. Eng. Mater.* 14, 363–370.

Simoneau, C., Terriault, P., Jetté, B., Dumas, M., Brailovski, V., 2016. Development of a porous metallic femoral stem: Design, manufacturing, simulation and mechanical testing. *Materials & Design*. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2016.10.064>.

Strano, G., Hao, L., Everson, R.M., Evans, K.E., 2013. Surface roughness analysis, modelling and prediction in selective laser melting. *J. Mater. Process. Technol.* 213, 589–597.

Teixeira, A.F., 2013. Development of an Electropolishing Method for Titanium Materials, Master of Applied Science Thesis, Mechanical and Industrial Engineering. Concordia University (p. 82).

Urlea, V., Brailovski, V., 2016. Electropolishing and electropolishing-related allowances for powder bed selectively laser-melted Ti-6Al-4V alloy components. *J. Mater. Process. Technol.* <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2016.11.014>.

Walker, P., Tarn, W.H., 1990. *CRC Handbook of Metal Etchants*. CRC Press, Los Angeles, California, USA, pp. 23–24.

CONCLUSION

L'objectif de ce projet était d'améliorer le fini de surface par EP des pièces fabriquées par FSL en Ti-6Al-4V et IN625. Étant donné que le fini de surface varie avec l'orientation de fabrication, des surfaces à des orientations de fabrication différentes ont dû être étudiées. De plus, comme le processus d'EP est accompagné d'une perte de masse de la pièce à polir, la relation entre l'évolution du fini de surface et la perte en épaisseur a dû être déterminée.

Pour le Ti-6Al-4V, l'électrolyte choisi est composé d'acide perchlorique (60% vol.) et d'acide acétique glacial, mélangés dans un ratio volumique de 1 : 9 respectivement. La courbe mettant en évidence la relation entre la densité de courant et le potentiel appliqué a permis de déterminer que le taux de dissolution de matière n'est pas limité par la diffusion de la matière à travers la couche visqueuse, mais plutôt par la densité de courant appliquée. Les tests d'EP effectués en appliquant une densité de courant constante ont par la suite permis de déterminer que la densité de courant optimale à appliquer est de 240 mA cm^{-2} .

Les surfaces construites aux orientations comprises entre 22.5° et 112.5° ont un fini de surface initial très similaire. Par conséquent, leur fini de surface et leur réduction en épaisseur évoluent de manière similaire. Nous avons vu que plus la rugosité est grande, plus le taux de réduction en épaisseur est élevé au début de l'EP. Néanmoins, l'orientation de fabrication n'affecte pas la quantité de matière dissoute durant le processus d'EP.

Après 26.7 min d'EP, la différence initiale de Ra entre les douelles a été réduite de 84%, passant de 18.75 à $2.97 \mu\text{m}$. Le meilleur fini de surface final a été obtenu pour l'orientation à 112.5° , passant de 11.2 à $0.87 \mu\text{m}$ et le pire pour l'orientation à 22.5° , passant de 12.74 à $3.84 \mu\text{m}$. Dans tous les cas, une distribution uniforme des creux et vallées est obtenue.

Pour l'IN625, l'électrolyte choisi est composé d'acide perchlorique (60% vol.) et d'acide acétique glacial, mélangés dans un ratio volumique de 3 : 7 respectivement. La courbe mettant en évidence la relation entre la densité de courant et le potentiel appliqué a permis de

déterminer que le taux de dissolution de matière est en effet limité par la diffusion de la matière à travers la couche visqueuse. Les tests d'EP effectués en appliquant un potentiel et une densité de courant constants ont par la suite permis de déterminer que l'application d'un potentiel de 9 V instantanément pour des intervalles Jt basses ($1000 \text{ mA cm}^{-2} \text{ min}$) offre les meilleurs résultats.

Comme pour le Ti-6Al-4V, les surfaces construites aux orientations comprises entre 22.5° et 112.5° ont un fini de surface initial très similaire. Par conséquent, leur fini de surface et leur réduction en épaisseur évoluent de manière similaire. On l'a vu, plus le fini de surface initial est élevé, plus le taux de réduction en épaisseur est grand au début de l'EP. Néanmoins, l'orientation de fabrication n'affecte pas la quantité de matière dissoute durant le processus d'EP.

Après 12 intervalles de $1000 \text{ mA cm}^{-2} \text{ min}$ d'EP, la différence initiale de R_a entre les douelles a été réduite de 88%, passant de 16.78 à $1.96 \text{ }\mu\text{m}$. Le meilleur fini de surface final a été obtenu pour l'orientation à 90° , passant de 8.28 à $1.53 \text{ }\mu\text{m}$, et le pire pour l'orientation à 135° , passant de 18.60 à $3.49 \text{ }\mu\text{m}$. Contrairement au Ti-6Al-4V, les orientations à 45° , 67.5° et 112.5° n'affichent pas une distribution uniforme des creux et vallées. Par contre une amélioration par rapport à l'état initialement prévu est remarquée.

RECOMMANDATIONS

Advenant la poursuite des travaux de recherche, plusieurs pistes sont recommandées. D'abord, l'impact du vieillissement de l'électrolyte devra être étudié. En déterminant le point de saturation de l'électrolyte, elle pourra être utilisée à sa pleine capacité, donc augmenter la rentabilité du processus. Dans un deuxième temps, il a été vu qu'un manque d'agitation d'électrolyte en surface de l'anode peut causer la formation de piqures. Il est donc intéressant de vérifier quelle sera l'agitation maximale (vitesse de l'électrolyte en surface de l'anode) qui permet d'effectuer un bon polissage tout en gardant la couche visqueuse intacte. De plus, dans le cas où la formation de bulles en surface s'avère problématique, l'utilisation d'un vibreur peut être envisagée. Finalement, il sera intéressant de bâtir un montage de polissage permettant d'effectuer toutes les étapes de polissage sans à avoir à démonter les électrodes. Ainsi, une approche polissage-nettoyage en continu pourra être envisagée, en appliquant du courant pulsé et en faisant varier le débit de l'électrolyte (faible pendant le polissage et élevé pour nettoyer la surface).

ANNEXE I

COUTS ASSOCIÉS AU POLISSAGE DE L'IN625

Durant le développement des paramètres optimaux d'EP de l'IN625, le vieillissement de l'électrolyte a été surveillé. Il a été vu que pour une quantité totale des charges (ΣIt) de 310000 mA min, le fini de surface des pièces subissant le traitement commençait à se détériorer. En connaissant le volume de l'électrolyte utilisé, il devient donc possible de calculer le prix de rectification, par unité de surface, attribué à cette technique de finition :

- Quantité de charges passées à saturation : $\Sigma It = 310000 \text{ (mA min)}$,
- Volume d'électrolyte usé : $V_{\text{élé}} = 750 \text{ (ml)}$,
- Point de saturation électrolyte : $S_{\text{at}} = \frac{\Sigma It}{V_{\text{électrolyte}}} = 413 \left(\frac{\text{mA min}}{\text{ml}} \right)$,
- Quantité de charges nécessaire à la rectification de la surface : $\Sigma Jt = 10000 \left(\frac{\text{mA min}}{\text{cm}^2} \right)$,
- Volume d'électrolyte à saturation : $V_{\text{élec}}^{\text{Sat}} = \frac{\Sigma Jt}{S_{\text{at}}} \left[\frac{\frac{\text{mA min}}{\text{cm}^2}}{\frac{\text{mA min}}{\text{ml}}} \right] = \frac{10000}{413} = 24.2 \left(\frac{\text{ml}}{\text{cm}^2} \right)$,
- Prix d'acide acétique par unité de volume : $P_{\text{acé}} = \frac{380}{2500} = 0.152 \left(\frac{\text{CAD}}{\text{ml}} \right)^{(4)}$,
- Prix d'acide perchlorique par unité de volume : $P_{\text{pér}} = \frac{1088}{2500} = 0.435 \left(\frac{\text{CAD}}{\text{ml}} \right)^{(4)}$,
- Prix mélange électrolytique par unité de volume : $P_{\text{éle}} = 0.7 * P_{\text{acé}} + 0.3 * P_{\text{pér}} = 0.237 \left(\frac{\text{CAD}}{\text{ml}} \right)$,
- Prix de rectification par unité de surface : $V_{\text{élec}}^{\text{Sat}} * P_{\text{éle}} = 5.73 \left(\frac{\text{CAD}}{\text{cm}^2} \right)$.

⁴ <https://fishercommerce.fishersci.ca> [En ligne] [Citation : 25 08 2016]

LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Agar, JN, et TP Hoar. 1947. « The influence of change of size in electrochemical systems ». *Discuss. Faraday Soc.*, vol. 1, p. 158-162.
- Ahn, Daekeon, Hochan Kim et Seokhee Lee. 2009. « Surface roughness prediction using measured data and interpolation in layered manufacturing ». *Journal of materials processing technology*, vol. 209, n° 2, p. 664-671.
- Allen, Jeff. 2006. *An investigation into the comparative costs of additive manufacture vs. machine from solid for aero engine parts*. Conference paper. ADA521730: Defense Technical Information Center Document, Accession number : ADA521730, 11 p. < <http://oai.dtic.mil/oai/oai?verb=getRecord&metadataPrefix=html&identifier=ADA521730> >.
- Alrbaey, K, D Wimpenny, Riccardo Tosi, Warren Manning et Adam Moroz. 2014. « On optimization of surface roughness of selective laser melted stainless steel parts: a statistical study ». *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 23, n° 6, p. 2139-2148.
- Armillotta, Antonio, Raffaello Baraggi et Simone Fasoli. 2014. « SLM tooling for die casting with conformal cooling channels ». *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 71, n° 1-4, p. 573-583.
- ASM-Vol.9. 2004. « Chemical and Electrolytic Polishing, *Metallography and Microstructures* ». *ASM Handbook*, vol. Vol. 9, n° ASM International, p. 281-293.
- ASME-B46. 2010. *Surface Texture (Surface Roughness, Waviness and Lay)* (2010). New York, N.Y.: American Society of Mechanical Engineers, xii, 108 p. p.
- ASTM-E1558. 2009a. *Standard Guide for Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens*. 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken United States: ASTM International, 13 p. < [http://compass.astm.org/EDIT/html_annot.cgi?E1558+09\(2014\)](http://compass.astm.org/EDIT/html_annot.cgi?E1558+09(2014)) >.
- ASTM-E1558. 2009b. *Standard Guide for Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens*. 100 Barr Harbor Drive West Conshohocken United States: ASTM International, 13 p. < [http://compass.astm.org/EDIT/html_annot.cgi?E1558+09\(2014\)](http://compass.astm.org/EDIT/html_annot.cgi?E1558+09(2014)) >.
- ASTM-F2792. 2012. « Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies ». *ASTM F2792-10e1*.

- Atzeni, Eleonora, et Alessandro Salmi. 2015. « Study on unsupported overhangs of alsi10mg parts processed by direct metal laser sintering (dmls) ». *Journal of Manufacturing Processes*, vol. 20, p. 500-506.
- Benedict, Gary F. 1987. *Nontraditional manufacturing processes*, 19. CRC Press.
- Calignano, F. 2014. « Design optimization of supports for overhanging structures in aluminum and titanium alloys by selective laser melting ». *Materials & Design*, vol. 64, p. 203-213.
- Calignano, Flaviana, D Manfredi, EP Ambrosio, Luca Iuliano et Paolo Fino. 2013. « Influence of process parameters on surface roughness of aluminum parts produced by DMLS ». *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 67, n° 9-12, p. 2743-2751.
- Cherry, JA, HM Davies, S Mehmood, NP Lavery, SGR Brown et J Sienz. 2015. « Investigation into the effect of process parameters on microstructural and physical properties of 316L stainless steel parts by selective laser melting ». *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 76, n° 5-8, p. 869-879.
- Conner, Brett P, Guha P Manogharan, Ashley N Martof, Lauren M Rodomsky, Caitlyn M Rodomsky, Dakesha C Jordan et James W Limperos. 2014. « Making sense of 3-D printing: Creating a map of additive manufacturing products and services ». *Additive Manufacturing*, vol. 1, p. 64-76.
- Cuthbertson, JW, et TS Turner. 1966. « Electrochemical machining-a study of the effects of some variables ». *Production Engineer*, vol. 45, n° 5, p. 270-281.
- Donachie, Matthew J (381). 2000. *Titanium: a technical guide, 2nd Edition*. Materials Park, Ohio USA, pp. 90-91: ASM international.
- EOSINT-IN625. 2011. « Material data sheet. EOS NickelAlloy IN625 400W for EOSINT M 270 ».
- EOSINT-Ti64. 2014. « Material data sheet. EOS Titanium Ti64 400W for EOSINT M 280 ».
- EOSINT. 2014. « Material data sheet. EOS Titanium Ti64 400W for EOSINT M 280 ».
- Gadelmawla, ES, MM Koura, TMA Maksoud, IM Elewa et HH Soliman. 2002. « Roughness parameters ». *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 123, n° 1, p. 133-145.
- Geels, Kay, Daniel B Fowler, Wolf-Ulrich Kopp et Michael Rückert. 2007. *Metallographic and materialographic specimen preparation, light microscopy, image analysis, and hardness testing*. ASTM International West Conshohocken, PA.

- Gillespie, LaRoux K. 1981. *Deburring technology for improved manufacturing*. Society of Manufacturing Engineers, Dearborn, MI.
- Hahn, TS, et AR Marder. 1988. « Effect of electropolishing variables on the current density-voltage relationship ». *Metallography*, vol. 21, n° 4, p. 365-375.
- Hopkinson, Neil, Richard Hague et Philip Dickens. 2006. *Rapid manufacturing: an industrial revolution for the digital age*. John Wiley & Sons.
- Huang, CA, YC Chen et JH Chang. 2008. « The electrochemical polishing behavior of the Inconel 718 alloy in perchloric-acetic mixed acids ». *Corrosion Science*, vol. 50, n° 2, p. 480-489.
- Huang, Yong, Ming C Leu, Jyoti Mazumder et Alkan Donmez. 2015. « Additive Manufacturing: Current State, Future Potential, Gaps and Needs, and Recommendations ». *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, vol. 137, n° 1, p. 014001.
- Kenda, J, F Pusavec, G Kermouche et J Kopac. 2011. « Surface integrity in abrasive flow machining of hardened tool steel AISI D2 ». *Procedia Engineering*, vol. 19, p. 172-177.
- Knight, Winston A, et Geoffrey Boothroyd. 2005. *Fundamentals of metal machining and machine tools*, 69. CRC Press.
- Kruth, Jean-Pierre, Peter Mercelis, Jonas Van Vaerenbergh et Tom Craeghs. 2007. « Feedback control of selective laser melting ». In *Proceedings of the 3rd International Conference on Advanced Research in Virtual and Rapid Prototyping, Leiria, Portugal, Sept 24-29*. p. 521-527. Citeseer.
- Landolt, D. 1987. « Fundamental aspects of electropolishing ». *Electrochimica Acta*, vol. 32, n° 1, p. 1-11.
- Landolt, D, P-F Chauvy et O Zinger. 2003. « Electrochemical micromachining, polishing and surface structuring of metals: fundamental aspects and new developments ». *Electrochimica Acta*, vol. 48, n° 20, p. 3185-3201.
- Lassell, Austin. 2016. « The electropolishing of electron beam melting, additively manufactured Ti6AL4V titanium: relevance, process parameters and surface finish ». University of Louisville, 76 p. < <http://dx.doi.org/10.18297/etd/2369> >.
- Lee, Shuo-Jen, et Jian-Jang Lai. 2003. « The effects of electropolishing (EP) process parameters on corrosion resistance of 316L stainless steel ». *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 140, n° 1, p. 206-210.

- Levy, Gideon N. 2013. « Additive Manufacturing in Manufacturing: A future oriented technology with high degree of innovation potentials- are we ready? Challenges and Chances to handle ». In *18th edition of the AEPR forum*. (Ecole Centrale Paris, 24 -27 June 2013). < https://csissaclay.files.wordpress.com/2013/10/aefa_2013_levy.pdf >.
- Li, Ruidi, Jinhui Liu, Yusheng Shi, Li Wang et Wei Jiang. 2012. « Balling behavior of stainless steel and nickel powder during selective laser melting process ». *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 59, n° 9-12, p. 1025-1035.
- Liu, Xuanyong, Paul K Chu et Chuanxian Ding. 2004. « Surface modification of titanium, titanium alloys, and related materials for biomedical applications ». *Materials Science and Engineering: R: Reports*, vol. 47, n° 3, p. 49-121.
- Löber, Lukas, Christoph Flache, Romy Petters, Uta Kühn et Jürgen Eckert. 2013. « Comparison of different post processing technologies for SLM generated 316l steel parts ». *Rapid Prototyping Journal*, vol. 19, n° 3, p. 173-179.
- Matlosz, Michael. 1995. « Modeling of impedance mechanisms in electropolishing ». *Electrochimica acta*, vol. 40, n° 4, p. 393-401.
- Mercelis, Peter, et Jean-Pierre Kruth. 2006. « Residual stresses in selective laser sintering and selective laser melting ». *Rapid Prototyping Journal*, vol. 12, n° 5, p. 254-265.
- Mumtaz, Kamran, et Neil Hopkinson. 2009. « Top surface and side roughness of Inconel 625 parts processed using selective laser melting ». *Rapid Prototyping Journal*, vol. 15, n° 2, p. 96-103.
- Pyka, Grzegorz, Andrzej Burakowski, Greet Kerckhofs, Maarten Moesen, Simon Van Bael, Jan Schrooten et Martine Wevers. 2012. « Surface modification of Ti6Al4V open porous structures produced by additive manufacturing ». *Advanced Engineering Materials*, vol. 14, n° 6, p. 363-370.
- Rafi, H Khalid, Thomas L Starr et Brent E Stucker. 2013. « A comparison of the tensile, fatigue, and fracture behavior of Ti-6Al-4V and 15-5 PH stainless steel parts made by selective laser melting ». *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 69, n° 5-8, p. 1299-1309.
- Ramos, JA, DL Bourell et JJ Beaman. 2003. « Surface Over-Melt During Laser Polishing of Indirect-SLS Metal Parts ». In *MRS Proceedings*. Vol. 758, p. LL1. 9. Cambridge Univ Press.
- Sankar, M Ravi, VK Jain et J Ramkumar. 2011. « Abrasive flow machining (AFM): An overview ».

- Schey, John. 1987. « Introduction to manufacturing processes ». *McGraw-Hill Book Co, 1221 Avenue of the Americas, New York, New York 10020, USA, 1987.*
- Schigolev, PV. 1970. « Electrolytic and chemical polishing of metal ». *Freund, Holon, Israel.*
- Simoneau, Charles, Patrick Terriault, Bruno Jetté, Mathieu Dumas et Vladimir Brailovski. 2016. « Development of a porous metallic femoral stem: Design, manufacturing, simulation and mechanical testing ». *Materials & Design.*
- Strano, Giovanni, Liang Hao, Richard M Everson et Kenneth E Evans. 2013. « Surface roughness analysis, modelling and prediction in selective laser melting ». *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 213, n° 4, p. 589-597.
- Tegart, WJ McG. 1959. « The electrolytic and chemical polishing of metals ». *Pergaman, New York.*
- Teixeira, Alexandre Faria. 2013. « Development of an electropolishing method for titanium materials ». Concordia University, 82 p.
- Thomas, Daniel. 2009. « The development of design rules for selective laser melting, ». Doctoral dissertation, University of Wales.
- Tomlin, Matthew, et Jonathan Meyer. 2011. « Topology optimization of an additive layer manufactured (ALM) aerospace part ». In *The 7th Altair CAE Technology Conference, Gaydon, UK, 10th May.*
- Urlea, V., et V. Brailovski. 2016. « Electropolishing and electropolishing-related allowances for powder bed selectively laser-melted Ti-6Al-4V alloy components ». *Journal of Materials Processing Technology.*
- Vander Voort, George F. 1984. *Metallography, principles and practice.* ASM International.
- Walker, P., et W.H. Tarn (23-24). 1990. *CRC Handbook of Metal Etchants.* Los Angeles, California, USA, pp. 23-24: CRC Press, 1326 p.
- Wang, Di, Yongqiang Yang, Ziheng Yi et Xubin Su. 2013. « Research on the fabricating quality optimization of the overhanging surface in SLM process ». *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 65, n° 9-12, p. 1471-1484.
- Yan, Chunze, Liang Hao, Ahmed Hussein et David Raymont. 2012. « Evaluations of cellular lattice structures manufactured using selective laser melting ». *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 62, p. 32-38.

- Yang, Li, Austin Lassell et Gustavo Perez Vilhena Paiva. 2015. « Further study of the electropolishing of Ti6Al4V parts made via electron beam melting ». In *The Twenty-Sixth Annual International Solid Freeform Fabrication (SFF) Symposium – An Additive Manufacturing Conference, University of Texas, Austin, August 10-12*.
- Zhao, Baodong. 2007. « Electrochemical surface treatment and characterization of titanium-based biomaterials ». Ph.D.