

## Etats de surface de pièces métalliques obtenues en Fabrication Directe par Projection Laser (FDPL): compréhension physique et voies d'amélioration

Myriam Gharbi

### ► To cite this version:

Myriam Gharbi. Etats de surface de pièces métalliques obtenues en Fabrication Directe par Projection Laser (FDPL): compréhension physique et voies d'amélioration. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2013. Français. NNT: 2013ENAM0026. tel-01294641

## HAL Id: tel-01294641 https://pastel.hal.science/tel-01294641

Submitted on 29 Mar 2016  $\,$ 

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers. L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.





2013-ENAM-0026

École doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

## **Doctorat ParisTech**

# THÈSE

Pour obtenir le grade de docteur délivré par

## L'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Spécialité " Mécanique – Matériaux "

Présentée et soutenue publiquement par

## **Myriam GHARBI**

Le 05 Juillet 2013

## Etats de surface de pièces métalliques obtenues en Fabrication Directe par Projection Laser (FDPL) : compréhension physique et voies d'amélioration

Directeur de thèse : **Patrice PEYRE** Co-directeur de thèse : **Rémy FABBRO** 

#### Jury

Mme Véronique FAVIER, Professeur, PIMM, Arts et Métiers ParisTech, Paris
M. Philippe BERTRAND, Maitre de Conférences HDR, ENISE St Etienne
M. Pierre SALLAMAND, Professeur, ICB, Université de Bourgogne
M. Bruno COURANT, Maitre de Conférences, GeM, Université de Nantes
M. Christophe COLIN, Enseignant-chercheur, Centre des Matériaux, Mines ParisTech, Evry
Mme Muriel CARIN, Maitre de Conférences, LIMATB, Université de Bretagne
M. Rémy FABBRO, Directeur de Recherche CNRS, PIMM, Arts et Métiers ParisTech, Paris
M. Patrice PEYRE Directeur de Recherche CNRS, PIMM, Arts et Métiers ParisTech, Paris

Président Rapporteur Rapporteur Examinateur Examinateur Examinateur Examinateur Examinateur

Arts et Métiers ParisTech - Centre de Paris PIMM – Procédés et Ingénierie en Mécanique et Matériaux

## DEDICACES

À l'âme de mon père Mohamed GHARBI : qui était la flamme de toutes mes réussites, tes petites attentions ont fait de ma vie une merveille. Merci pour tout l'amour, l'éducation et le bon sens que tu nous as fait apprendre, moi, mon frère et ma sœur. « allah yer'hamak »« paix à ton âme ».

À ma mère Raja, que Dieu me la garde et la préserve en bonne santé pendant toute ma vie, « Tu es la lumière qui illumine ma vie » : tu es le symbole de la générosité, de la tendresse, de l'amour inconditionnel.

À mon adorable mari Abdallah (l'amour de ma vie): merci pour toutes tes aides et encouragements.

À mon fils Mohamed, j'espère que tu seras fier de ta maman quand tu seras grand.

À mon frère Mohamed Ali, l'ange de ma vie.

À ma sœur Zaineb, la plus pétillante, souriante et charmante petite sœur au monde.

À ma belle-famille, la famille AYADI.

À tous mes professeurs et éducateurs, depuis les jardins d'enfant jusqu'au doctorat: ma réussite est la vôtre.

# **REMERCIEMENTS**

Le travail de cette thèse doctorat a été effectué au laboratoire des Procédés d'Ingénierie en Mécanique et Matériaux (PIMM), de l'École Nationale Supérieure des Arts et Métiers (ENSAM). Cette thèse a été financée par le projet ANR ASPECT et a été inscrite à l'école doctorale Sciences des Métiers de l'Ingénieur (SMI) Spécialité "Mécanique – Matériaux ". Merci à l'ANR qui a accepté de financer cette thèse.

Mes vifs remerciement, tout d'abord, vont à mon directeur de thèse Patrice PEYRE, directeur de recherche au CNRS et responsable de l'équipe Laser au sein du laboratoire PIMM, pour son suivi minutieux de tous les travaux et les rédactions effectués durant la thèse, pour la confiance qu'il m'a accordée pendant ce travail et pour ses qualités humaines. Merci également à mon co-directeur de thèse, Rémy FABBRO, pour les précieux conseils et les passionnantes discussions scientifiques qui sont le résultat d'une grande expérience et d'un échange humain inégalé.

Je tiens à remercier Mme Véronique FAVIER, Professeur à l'ENSAM Paris, d'avoir présidé le Jury de ma thèse. J'exprime aussi ma reconnaissance envers M. Philippe BERTRAND, maître de conférences HDR à l'ENISE St Etienne et M. Pierre SALLAMAND, Professeur, à l'ICB, Université de Bourgogne d'avoir accepté de rapporter ce travail. Je remercie les examinateurs de ce travail, M. Bruno COURANT, maître de conférences à l'université de Nantes et M. Christophe COLIN, enseignant-chercheur à l'école des Mines ParisTech, qui m'ont honoré, le jour de ma soutenance. Je remercie tous les membres du Jury, pour les remarques pertinentes sur ce travail et l'intéressante discussion le jour de la soutenance.

Un grand merci à toutes les personnes de l'équipe du PIMM que j'ai pu côtoyer au quotidien pour leur sympathie, leur accueil et leurs aides, dont, Frédéric COSTE, Laurent BERTHE, Matthieu SCHNEIDER, Corinne DUPUY et en particulier, Cyril GORNY qui a travaillé sur l'amélioration du poste de projection laser et qui était d'un très bon conseil technique.

Un grand merci à Pascal AUBRY et Thierry MALOT du STAMP – Arts et Métiers pour la mise à disposition de la machine OPTOMEC, et leur aide dans la réalisation des expériences.

Je remercie tout particulièrement tous les doctorants qui étaient avec moi dans l'équipe Laser pour leur sympathie et leur coopération : Koji HIRANO, Rezak MEZARI, Anas NIFA, Jérémie GIRARDOT, Émilie LE GUEN et en particulier ma chère collègue de bureau Maryse MULLER, pour sa présence et sa complicité.

Je tiens à remercier également, l'équipe du LIMATB avec laquelle, nous avons travaillé sur le projet ANR ASPECT : Philippe LE MASSON, Denis CARRON et en particulier Muriel CARIN, maître de conférences à l'Université de Bretagne, et Simon MORVILLE, doctorant au LIMATB pour le travail numérique et les discussions scientifiques que nous avons échangées durant tout ce travail.

Je voudrais également exprimer toute ma reconnaissance au cadre administratif du laboratoire PIMM, et de l'école doctorale SMI, pour leur coopération et leur disponibilité.

J'adresse mes remerciements les plus sincères à tout le cadre éducatif qui m'a accompagné, depuis l'école maternelle jusqu'à l'ENSAM Paris.

Enfin, je remercie tous ceux qui m'ont porté de l'aide de près ou de loin, dans ce travail de thèse.

## TABLE DES MATIERES

| DEDICACES  | I    |
|--|------|
| REMERCIEMENTS  | III  |
| TABLE DES MATIERES   | V    |
| NOMENCLATURE   | IX   |
| INTRODUCTION GENERALE  | 1    |
| CHAPITRE I : ELEMENTS BIBLIOGRAPHIQUES   | 3    |
| I.1. INTRODUCTION  | 3    |
| I.2. GENERALITES SUR LES PROCEDES LASER  | 3    |
| I.2.1. Les propriétés du rayonnement laser   | 3    |
| I.2.2. Généralités sur l'interaction laser-matière dans les métaux et les effets induits                 | 4    |
| I.2.3. Les différents procédés laser   | 5    |
| I.2.4. Hydrodynamique des zones fondues par laser  | 7    |
| 1.2.5. La viscosité dynamique et la tension superficielle  | 7    |
| I.2.6. Les régimes d'écoulement fluides  | 8    |
| I.2.7. La convection thermocapillaire de Marangoni   | 9    |
| I.3. LA FABRICATION ADDITIVE PAR LASER   | 10   |
| I.3.1. Les différents procédés de fabrication additive   | 10   |
| I.3.2. La fusion sélective par laser (FSL)   | 12   |
| I.3.3. La fabrication directe par projection laser (FDPL)  | 13   |
| I.4. CONTEXTE DE LA THESE : LES PROBLEMES D'ETATS DE SURFACE EN FABRICATION DIRECTE PAR PROJECTION LASER | . 24 |
| I.4.1. Résultats antérieurs  | 24   |
| I.5. BILAN ET OBJECTIFS DE LA THESE  | 29   |
| CHAPITRE II : CONDITIONS EXPERIMENTALES ET MATERIAUX UTILISES  | 31   |
| II.1. INTRODUCTION   | 31   |
| II.2. MISE EN ŒUVRE DU PROCEDE DE FDPL   | 31   |
| II.2.1. Présentation du poste expérimental   | 31   |
| II.2.2. Caractérisation du faisceau laser et du jet de poudre  | 36   |
| II.3. TECHNIQUES UTILISEES POUR L'ANALYSE DES MURS ELABORES PAR FDPL                                     | 50   |
| II.3.1. Analyse macrographique des surfaces  | 50   |
| II.3.2. Caractérisations géométriques des surfaces par profilomètrie à stylet                            | 51   |
| II.3.3. Analyse des échantillons fabriqués par microscopie électronique                                  | 53   |

| II.3.4. Analyse métallographique des échantillons fabriqués | 54 |
|---|----|
| II.4. Les materiaux de l'etude                              | 54 |
| II.4.1. Propriétés du Ti-6Al-4V (TA6V)                      | 54 |
| II.4.2. Propriétés de l'acier inoxydable 316L               | 59 |
| II.5. LE MODELE NUMERIQUE UTILISE                           | 61 |
| II.6. CONCLUSIONS   | 63 |

# CHAPITRE III :FABRICATION DIRECTE PAR PROJECTION LASER DU TI-6AL-4V EN REGIMECONTINU65

| III.1. INTRODUCTION    |   | .65  |
|------------------------|---|------|
| III.2. ETUDE DE L'INT  | ERACTION POUDRE / LASER / BAIN LIQUIDE (BL)                               | .65  |
| III.2.1. calcul d      | e la température des poudres projetées                                    | .65  |
| III.2.2. Evolutio      | on des dimensions apparentes de la zone fondue                            | .68  |
| III.2.3. Compor        | tement et propriétés des zones fondues                                    | .74  |
| III.3. ANALYSE DES H   | AUTEURS PAR COUCHE ET DU RENDEMENT MASSIQUE                               | .91  |
| III.3.1. Evolutic      | on des hauteurs par couche  | .92  |
| III.3.2. Calcul a      | les rendements massiques $R_m$ et des hauteurs par couche $\Delta h$      | .94  |
| III.4. ETATS DE SURFA  | ACES DES MURS GENERES PAR FDPL  | .97  |
| III.4.1. Analyse       | et classification des défauts de surface                                  | .97  |
| III.4.2. effet du      | taux d'oxydation sur l'état de surface                                    | .99  |
| III.4.3. Influenc      | e des paramètres du premier ordre (P, V, $D_m$ ) sur les états de surface | .99  |
| III.4.4. Effet de      | la granulométrie et de l'état de la poudre                                | .104 |
| III.4.5. influenc      | e de la distribution spatiale de puissance laser                          | .106 |
| III.4.6. Influenc      | e de la nature du gaz de protection                                       | .108 |
| III.4.7. Influenc      | e de la défocalisation du jet de poudre                                   | .109 |
| III.4.8. Autres p      | aramètres   | .111 |
| III.5. MODELE ANALY    | TIQUE DE PREDICTION DES ETATS DE SURFACE                                  | .111 |
| III.6. INFLUENCE D'U   | NE REFUSION LASER   | .114 |
| III.7. ANALYSE META    | LLURGIQUE DES MURS  | .115 |
| III.7.1. Microst       | ructures colonnaires ou équiaxes  | .116 |
| III.7.2. Etude de      | e la microdureté Vickers  | .118 |
| III.7.3. Compos        | ition chimique des murs   | .119 |
| III.8. CONCLUSION D    | J CHAPITRE  | .119 |
| CHAPITRE IV :<br>PULSE | FABRICATION DIRECTE PAR PROJECTION LASER DU TI-6AL-4V EN REG<br>123       | GIME |

| IV.1. INTRODUCTION   | 123 |
|--|-----|
| IV.2. CONDITIONS OPERATOIRES   | 124 |
| IV.3. ANALYSE DES ZONES FONDUES  | 125 |
| IV.3.1. Etude des dimensions extérieures de la zone fondue par caméra rapide | 125 |

| IV.3.3. Ende des dimensions de la zone fondue F par coupe métallographique       128         IV.4. MESURE DES TEMPERATURES EN ZONE FONDUE       130         IV.5. ANALYSE DES ETATS DE SURFACES       134         IV.5.1. hijfuence du rapport cyclique et de la paissance moyenne       134         IV.5.2. Influence de la distribution de puissance laser en régime pulsé       137         IV.6. DISCUSSION : APPORT DU REGIME PULSE       137         IV.7. CONCLUSIONS       140         CHAPITRE V :       FABRICATION DIRECTE PAR PROJECTION LASER DE L'ACIER 3161         V.1. INTRODUCTION       141         V.2. CONDITIONS OFFRATORES       141         V.3. DIA de des dimensions extérieures de la zone fondue par caméra rapide       143         V.3.2. Etude des dimensions extérieures de la zone fondue par caméra rapide       143         V.3.2. Etude des dimensions de la zone fondue par coupe métallographique       145         V.4. ETUDE DES RENDEMENTS ET DES HAUTEURS PAR COUCHE       144         V.5.1. Pyrométrie spectrale.       144         V.5.1. Pyrométrie Spectrale.       144         V.5.1. Pyrométrie Spectrale.       144         V.5.2. Evolution des défauts de surface en fonction des paramètres du procédé       151         V.6. ANALYSE DES ETATS DE SURFACES.       151         V.6. ANALYSE DES ETATS DE SURFACES.       151 </th <th>IV.3.2. Etude de la dynamique des zones fondues</th> <th>. 126</th> | IV.3.2. Etude de la dynamique des zones fondues   | . 126 |
|--|---|-------|
| IV.4. MESURE DES TEMPERATURES EN ZONE FONDUE   | IV.3.3. Etude des dimensions de la zone fondue F par coupe métallographique                         | . 128 |
| IV-5. ANALYSE DES ETATS DE SURFACES  | IV.4. MESURE DES TEMPERATURES EN ZONE FONDUE  | . 130 |
| IV.5.1. Influence du rapport cyclique et de la puissance moyenne       134         IV.5.2. Influence de la distribution de puissance laser en régime pulsé       137         IV.6. DISCUSSION : APPORT DU REGIME PULSE       137         IV.7. CONCLUSIONS       140         CHAPITRE V:       FABRICATION DIRECTE PAR PROJECTION LASER DE L'ACIER 3161         IV1       141         V.1. INTRODUCTION       141         V.2. CONDITIONS OPERATORES       143         V.3. ANALYSE DES ZONES FONDLES       143         V.3.1. Etude des dimensions extérieures de la zone fondue par caméra rapide       143         V.3.2. Etude de la dynamique des zones fondues       145         V.3.3. Etude des dimensions de la zone fondue par coupe métallographique       145         V.3. Stude des dimensions de la zone fondue par coupe métallographique       147         V.5. MESURE DES TEMPERATURES EN ZONE FONDUE       148         V.5. I. Pyrométrie spectrale       148         V.5. I. Pyrométrie spectrale       149         V.6. ANALYSE DES TEATS DE SURFACES       151         V.6. ANALYSE DES METATS DE SURFACES       151         V.6. J. Analyse et classification des défauts de surface       151         V.6. J. Analyse et classification des défauts de surface       151         V.6. Z. Evolution des états de surface en fonction des para  | IV.5. ANALYSE DES ETATS DE SURFACES   | . 134 |
| IV.5.2. Influence de la distribution de paissance laser en régime pulsé       137         IV.6. DISCUSSION : APPORT DU REGIME PULSE       137         IV.7. CONCLUSIONS       140         CHAPITRE V :       FABRICATION DIRECTE PAR PROJECTION LASER DE L'ACTER 3161.         141       V.1. INTRODUCTION         V.1. INTRODUCTION       141         V.2. CONDITIONS OPFRATORES       141         V.3. ANALYSE DES CONDES FONDUES.       143         V.3.1. Etude des dimensions extérieures de la zone fondue par caméra rapide       143         V.3.2. Etude de si dynamique des zones fondues       145         V.3.2. Etude des dimensions de la zone fondue par coupe métallographique.       145         V.3.3. Etude des dimensions de la zone fondue par coupe métallographique.       145         V.4. ETUDE DES RENDEMENTS ET DES HAUTEURS PAR COUCHE       147         V.5. MESURE DES TEMPERATURES EN ZONE FONDUE.       148         V.5.1. Pyrométrie 2D à bande spectrale       149         V.6.1. Analyse et classification des défauts de surface       151         V.6.1. Analyse et classification des défauts de surface       151         V.6.1. Analyse et classification des défauts de surface       153         V.7. DISCUSSION : INFLUENCE DU MATERIAU SUR LA FORMATION DES ETATS DE SURFACE       154         V.8. CONCLUSIONS       156  | IV.5.1. Influence du rapport cyclique et de la puissance moyenne                                    | . 134 |
| IV.6. DISCUSSION : APPORT DU REGIME PULSE.       137         IV.7. CONCLUSIONS       140         CHAPITRE V:       FABRICATION DIRECTE PAR PROJECTION LASER DE L'ACTER 3161.       141         V.1. INTRODUCTION       141         V.2. CONDITIONS OPERATORES       141         V.3. ANALYSE DES ZONES FONDUES       143         V.3.1. Etude des dimensions extérieures de la zone fondue par caméra rapide       143         V.3.2. Etude de la dynamique des zones fondues accoupe métallographique.       145         V.3.3. Etude des dimensions de la zone fondue par coupe métallographique.       147         V.5. MESURE DES RENDEMENTS ET DES HALTEURS PAR COUCHE.       147         V.5. MESURE DES TEMPERATURES EN ZONE FONDUE       148         V.5.1. Pyrométrie spectrale.       148         V.5.1. Pyrométrie 2D à bande spectrale       149         V.6.1. Analyse et classification des défauts de surface       151         V.6.1. Analyse et classification des défauts de surface       153         V.6. CONCLUSIONS       154         CONCLUSIONS       155         CONCLUSIONS       156         CONCLUSIONS       157         ANNEXES       163         ANNEXES       163         ANNEXES       163         ANNEXES       164 <t< td=""><td>IV.5.2. Influence de la distribution de puissance laser en régime pulsé</td><td>. 137</td></t<>  | IV.5.2. Influence de la distribution de puissance laser en régime pulsé                             | . 137 |
| IV.7. CONCLUSIONS       140         CHAPTTRE V:       FABRICATION DIRECTE PAR PROJECTION LASER DE L'ACIER 316L   | IV.6. DISCUSSION : APPORT DU REGIME PULSE   | . 137 |
| CHAPITRE V:       FABRICATION DIRECTE PAR PROJECTION LASER DE L'ACIER 3161   | IV.7. CONCLUSIONS   | . 140 |
| V.1. INTRODUCTION       141         V.2. CONDITIONS OPERATORES       141         V.2. CONDITIONS OPERATORES       143         V.3. ANALYSE DES ZONES FONDUES       143         V.3.1. Etude des dimensions extérieures de la zone fondue par caméra rapide       143         V.3.2. Etude de de dynamique des zones fondues       145         V.3.2. Etude des dimensions de la zone fondue par coupe métallographique       145         V.3.3. Etude des dimensions de la zone fondue par coupe métallographique       145         V.4. ETUDE DES RENDEMENTS ET DES HAUTEURS PAR COUCHE       147         V.5. MESURE DES TEMPERATURES EN ZONE FONDUE       148         V.5.1. Pyrométrie spectrale       148         V.5.1. Pyrométrie spectrale       149         V.6. ANALYSE DES ETATS DE SURFACES       151         V.6.1. Analyse et classification des défauts de surface       153         V.7. DISCUSSION : INFLUENCE DU MATERIAU SUR LA FORMATION DES ETATS DE SURFACE       154         V.8. CONCLUSIONS       156         CONCLUSIONS       156         CONCLUSIONS       156         CONCLUSIONS       157         V.8. CONCLUSIONS       156         CONCLUSIONS       156         CONCLUSIONS       156         CONCLUSIONS       157  | CHAPITRE V : FABRICATION DIRECTE PAR PROJECTION LASER DE L'ACIER 316L                               | . 141 |
| V.2. CONDITIONS OPERATORES       141         V.3. ANALYSE DES ZONES FONDUES.       143         V.3. ANALYSE DES ZONES FONDUES.       143         V.3. I. Etude des dimensions extérieures de la zone fondue par caméra rapide       143         V.3. Z. Etude de di dynamique des zones fondues       145         V.3. Z. Etude des dimensions de la zone fondue par coupe métallographique       145         V.3. Etude des dimensions de la zone fondue par coupe métallographique       145         V.4. ETUDE DES RENDEMENTS ET DES HAUTEURS PAR COUCHE       147         V.5. MESURE DES TEMPERATURES EN ZONE FONDUE       148         V.5. J. Pyrométrie spectrale       148         V.5. J. Pyrométrie spectrale       149         V.6. ANALYSE DES ETATS DE SURFACES       151         V.6. ANALYSE DES ETATS DE SURFACES       151         V.6. ANALYSE DES ETATS DE SURFACES       151         V.6. ANALYSE DE SURFACES       153         V.7. DISCUSSION : INFLUENCE DU MATERIAU SUR LA FORMATION DES ETATS DE SURFACE       154         V.8. CONCLUSIONS       156         CONCLUSIONS       156         CONCLUSIONS       156         CONCLUSIONS       157         ANNEXES       163         ANNEXE - 1 :       ETALONNAGE DU DEBIT DE POUDRE         ANNEXE - 2 :   | V.1. INTRODUCTION   | . 141 |
| V.3. ANALYSE DES ZONES FONDUES.       143         V.3.1. Etude des dimensions extérieures de la zone fondue par caméra rapide       143         V.3.2. Etude de la dynamique des zones fondues       145         V.3.3. Etude des dimensions de la zone fondue par coupe métallographique       145         V.3.3. Etude des dimensions de la zone fondue par coupe métallographique       145         V.3.3. Etude des dimensions de la zone fondue par coupe métallographique       145         V.4. ETUDE DES RENDEMENTS ET DES HAUTEURS PAR COUCHE       147         V.5. MESURE DES TEMPERATURES EN ZONE FONDUE       148         V.5.1. Pyrométrie 2D à bande spectrale       149         V.5.1. Pyrométrie 2D à bande spectrale       149         V.6. ANALYSE DES ETATS DE SURFACES       151         V.6.1. Analyse et classification des défauts de surface       151         V.6.2. Evolution des états de surface en fonction des paramètres du procédé       153         V.7. DISCUSSION : INFLUENCE DU MATERIAU SUR LA FORMATION DES ETATS DE SURFACE       154         V.8. CONCLUSIONS       156         CONCLUSIONS       157         ANNEXES       163         ANNEXES       163         ANNEXE - 1 :       ETALONNAGE DU DEBIT DE POUDRE         V.8. CONCLUSIONS GENERALES       166         ANNEXE - 2 :       Exempte de pROGRAMME   | V.2. CONDITIONS OPERATOIRES   | . 141 |
| V.3.1. Etude des dimensions extérieures de la zone fondue par caméra rapide       143         V.3.2. Etude de la dynamique des zones fondues       145         V.3.3. Etude de simensions de la zone fondue par coupe métallographique       145         V.3.3. Etude des dimensions de la zone fondue par coupe métallographique       145         V.3.4. ETUDE DES RENDEMENTS ET DES HAUTEURS PAR COUCHE       147         V.5. MESURE DES TEMPERATURES EN ZONE FONDUE       148         V.5.1. Pyrométrie spectrale       148         V.5.1. Pyrométrie 2D à bande spectrale       149         V.6. ANALYSE DES ETATS DE SURFACES       151         V.6. ANALYSE DES ETATS DE SURFACES       151         V.6.1. Analyse et classification des défauts de surface       151         V.6.2. Evolution des états de surface en fonction des paramètres du procédé       153         V.7. DISCUSSION : INFLUENCE DU MATERIAU SUR LA FORMATION DES ETATS DE SURFACE       154         V.8. CONCLUSIONS       156         CONCLUSIONS GENERALES       156         CONCLUSIONS GENERALES       163         ANNEXE - 1 :       ETALONNAGE DU DEBIT DE POUDRE       163         ANNEXE - 2 :       EXEMPLE DE PROGRAMME DE CONSTRUCTION D'UN MUR       165         ANNEXE - 2 :       EXEMPLE DE PROGRAMME DE CONSTRUCTION D'UN MUR       165         ANNEXE - 3 : <t< td=""><td>V.3. ANALYSE DES ZONES FONDUES</td><td>. 143</td></t<>                              | V.3. ANALYSE DES ZONES FONDUES  | . 143 |
| V.3.2. Etude de la dynamique des zones fondues       145         V.3.3. Etude des dimensions de la zone fondue par coupe métallographique       145         V.4. ETUDE DES RENDEMENTS ET DES HAUTEURS PAR COUCHE.       147         V.5. MESURE DES TEMPERATURES EN ZONE FONDUE       148         V.5.1. Pyrométrie spectrale       148         V.5.1. Pyrométrie 2D à bande spectrale       149         V.6. Analyse DES ETATS DE SURFACES       151         V.6.1. Analyse et classification des éfauts de surface       151         V.6.2. Evolution des états de surface en fonction des paramètres du procédé       153         V.7. DISCUSSION : INFLUENCE DU MATERIAU SUR LA FORMATION DES ETATS DE SURFACE       154         V.8. CONCLUSIONS       156         CONCLUSIONS GENERALES       157         ANNEXES       163         ANNEXES       163         ANNEXE - 1 :       ETALONNAGE DU DEBIT DE POUDRE         ANNEXE - 2 :       EXEMPLE DE PROGRAMME DE CONSTRUCTION D'UN MUR         MAIE - 2 :       EXEMPLE DE PROGRAMME DE CONSTRUCTION D'UN MUR         ANNEXE - 3 :       ANALYSE MORPHOLOGIQUE ET CHIMIQUE DE LA POUDRE 316L       169         ANNEXE - 5 :       MODELE D'INTERACTION LASER - POUDRE       173         ANNEXE - 5 :       MODELE D'INTERACTION LASER - POUDRE       174         ANNEXE - 5 : <td>V.3.1. Etude des dimensions extérieures de la zone fondue par caméra rapide</td> <td>. 143</td>                       | V.3.1. Etude des dimensions extérieures de la zone fondue par caméra rapide                         | . 143 |
| V.3.3. Etude des dimensions de la zone fondue par coupe métallographique   | V.3.2. Etude de la dynamique des zones fondues  | . 145 |
| V.4. ETUDE DES RENDEMENTS ET DES HAUTEURS PAR COUCHE.       147         V.5. MESURE DES TEMPERATURES EN ZONE FONDUE       148         V.5.1. Pyrométrie spectrale.       148         V.5.1. Pyrométrie 2D à bande spectrale.       149         V.6. ANALYSE DES ETATS DE SURFACES.       151         V.6.1. Analyse et classification des défauts de surface       151         V.6.2. Evolution des états de surface en fonction des paramètres du procédé       153         V.7. DISCUSSION : INFLUENCE DU MATERIAU SUR LA FORMATION DES ETATS DE SURFACE       154         V.8. CONCLUSIONS       156         CONCLUSIONS GENERALES       157         ANNEXES       163         ANNEXE - 1 :       ETALONNAGE DU DEBIT DE POUDRE.         163       ANNEXE - 2 :       EXEMPLE DE PROGRAMME DE CONSTRUCTION D'UN MUR.         165       ANNEXE - 3 :       ANALYSE DU FAISCEAU LASER AVEC LE SYSTEME PRIMES         166       ANNEXE - 5 :       MODELE D'INTERACTION LASER - POUDRE         173       ANNEXE - 6 :       CALCUL DE LA DISTANCE ENTRE DEUX GRAINS DE POUDRE DANS LE JET       174         ANNEXE - 7 :       MODELE ANALYTIQUE DE PREDICTION DES HAUTEURS PAR COUCHE ΔH.       175         ANNEXE - 8 :       EVOLUTION DES ZONES FONDUES (316L – POUDRE TLS) EN FONCTION DES PARAMETRES DU PROCEDE.       178         LISTE DES HILUSTRATIONS   | V.3.3. Etude des dimensions de la zone fondue par coupe métallographique                            | . 145 |
| V.5. MESURE DES TEMPERATURES EN ZONE FONDUE       148         V.5. I. Pyrométrie spectrale.       148         V.5. I. Pyrométrie 2D à bande spectrale.       149         V.6. ANALYSE DES ETATS DE SURFACES.       151         V.6. ANALYSE des ETATS DE SURFACES.       151         V.6. Analyse et classification des défauts de surface       151         V.6. Analyse et classification des défauts de surface       153         V.6. Zevolution des états de surface en fonction des paramètres du procédé       153         V.7. DISCUSSION : INFLUENCE DU MATERIAU SUR LA FORMATION DES ETATS DE SURFACE       154         V.8. CONCLUSIONS       156         CONCLUSIONS GENERALES       157         ANNEXES       163         ANNEXE - 1 :       ETALONNAGE DU DEBIT DE POUDRE         163       ANNEXE - 2 :       EXEMPLE de PROGRAMME DE CONSTRUCTION D'UN MUR.         165       ANNEXE - 3 :       ANALYSE MORPHOLOGIQUE ET CHIMIQUE DE LA POUDRE 316L       166         ANNEXE - 4 :       ANALYSE MORPHOLOGIQUE ET CHIMIQUE DE LA POUDRE 316L       169         ANNEXE - 5 :       MODELE D'INTERACTION LASER - POUDRE       173         ANNEXE - 6 :       CALCUL DE LA DISTANCE ENTRE DEUX GRAINS DE POUDRE DANS LE JET .       174         ANNEXE - 7 :       MODELE ANALYTIQUE DE PREDICTION DES HAUTEURS PAR COUCHE ΔH.       175   | V.4. ETUDE DES RENDEMENTS ET DES HAUTEURS PAR COUCHE  | . 147 |
| V.5.1. Pyrométrie spectrale       148         V.5.1. Pyrométrie 2D à bande spectrale       149         V.6. ANALYSE DES ETATS DE SURFACES       151         V.6.1. Analyse et classification des défauts de surface       151         V.6.2. Evolution des états de surface en fonction des paramètres du procédé       153         V.7. DISCUSSION : INFLUENCE DU MATERIAU SUR LA FORMATION DES ETATS DE SURFACE       154         V.8. CONCLUSIONS       156         CONCLUSIONS GENERALES       157         ANNEXES       163         ANNEXE - 1 :       ETALONNAGE DU DEBIT DE POUDRE.         163       ANNEXE - 2 :         EXEMPLE DE PROGRAMME DE CONSTRUCTION D'UN MUR       165         ANNEXE - 3 :       ANALYSE MORPHOLOGIQUE ET CHIMIQUE DE LA POUDRE 316L         ANNEXE - 4 :       ANALYSE MORPHOLOGIQUE ET CHIMIQUE DE LA POUDRE 316L         ANNEXE - 5 :       MODELE D'INTERACTION LASER - POUDRE         ANNEXE - 6 :       CALCUL DE LA DISTANCE ENTRE DEUX GRAINS DE POUDRE DANS LE JET         174       ANNEXE - 7 :       MODELE ANALYTIQUE DE PREDICTION DES HAUTEURS PAR COUCHE ΔH       175         ANNEXE - 8 :       EVOLUTION DES ZONES FONDUES (316L – POUDRE TLS) EN FONCTION DES PARAMETRES DU PROCEDE.       178         TABLE DES ILLUSTRATIONS       180         LISTE DES FIGURES       180 <td>V.5. MESURE DES TEMPERATURES EN ZONE FONDUE</td> <td>. 148</td>  | V.5. MESURE DES TEMPERATURES EN ZONE FONDUE   | . 148 |
| V.5.1. Pyrométrie 2D à bande spectrale       149         V.6. ANALYSE DES ETATS DE SURFACES.       151         V.6.1. Analyse et classification des défauts de surface       151         V.6.2. Evolution des états de surface en fonction des paramètres du procédé       153         V.7. DISCUSSION : INFLUENCE DU MATERIAU SUR LA FORMATION DES ETATS DE SURFACE       154         V.8. CONCLUSIONS       156         CONCLUSIONS GENERALES       157         ANNEXES       163         ANNEXE - 1 :       ETALONNAGE DU DEBIT DE POUDRE         163       ANNEXE - 2 :       EXEMPLE DE PROGRAMME DE CONSTRUCTION D'UN MUR         165       ANNEXE - 3 :       ANALYSE MORPHOLOGIQUE ET CHIMIQUE DE LA POUDRE 316L         166       ANNEXE - 4 :       ANALYSE MORPHOLOGIQUE ET CHIMIQUE DE LA POUDRE 316L       169         ANNEXE - 5 :       MODELE D'INTERACTION LASER - POUDRE       173         ANNEXE - 6 :       CALCUL DE LA DISTANCE ENTRE DEUX GRAINS DE POUDRE DANS LE JET       174         ANNEXE - 7 :       MODELE ANALYTIQUE DE PREDICTION DES HAUTEURS PAR COUCHE ΔH       175         ANNEXE - 8 :       EVOLUTION DES ZONES FONDUES (316L – POUDRE TLS) EN FONCTION DES PARAMETRES DU PROCEDE.       178         TABLE DES ILLUSTRATIONS       180         LISTE DES FIGURES       180         LISTE DES TABLEAUX       191<  | V.5.1. Pyrométrie spectrale   | . 148 |
| V.6. ANALYSE DES ETATS DE SURFACES.       151         V.6. 1. Analyse et classification des défauts de surface       151         V.6. 2. Evolution des états de surface en fonction des paramètres du procédé       153         V.7. DISCUSSION : INFLUENCE DU MATERIAU SUR LA FORMATION DES ETATS DE SURFACE       154         V.8. CONCLUSIONS       156         CONCLUSIONS GENERALES       157         ANNEXES       163         ANNEXE - 1 :       ETALONNAGE DU DEBIT DE POUDRE.         163       ANNEXE - 2 :       Exemple De PROGRAMME DE CONSTRUCTION D'UN MUR         165       ANNEXE - 3 :       ANALYSE DU FAISCEAU LASER AVEC LE SYSTEME PRIMES         166       ANNEXE - 4 :       ANALYSE MORPHOLOGIQUE ET CHIMIQUE DE LA POUDRE 316L       169         ANNEXE - 5 :       MODELE D'INTERACTION LASER - POUDRE       173         ANNEXE - 6 :       CALCUL DE LA DISTANCE ENTRE DEUX GRAINS DE POUDRE DANS LE JET       174         ANNEXE - 7 :       MODELE D'INTERACTION DES HAUTEURS PAR COUCHE ΔH       175         ANNEXE - 8 :       EVOLUTION DES FONDUES (316L – POUDRE TLS) EN FONCTION DES PARAMETRES DU PROCEDE.       178         TABLE DES ILLUSTRATIONS       180         LISTE DES FIGURES       180         LISTE DES FIGURES       180  | V.5.1. Pyrométrie 2D à bande spectrale  | . 149 |
| V.6.1. Analyse et classification des défauts de surface       151         V.6.2. Evolution des états de surface en fonction des paramètres du procédé       153         V.7. DISCUSSION : INFLUENCE DU MATERIAU SUR LA FORMATION DES ETATS DE SURFACE       154         V.8. CONCLUSIONS       156         CONCLUSIONS GENERALES       157         ANNEXES       163         ANNEXE - 1 :       ETALONNAGE DU DEBIT DE POUDRE         163       ANNEXE - 2 :         EXEMPLE DE PROGRAMME DE CONSTRUCTION D'UN MUR       165         ANNEXE - 3 :       ANALYSE DU FAISCEAU LASER AVEC LE SYSTEME PRIMES       166         ANNEXE - 4 :       ANALYSE MORPHOLOGIQUE ET CHIMIQUE DE LA POUDRE 316L       169         ANNEXE - 5 :       MODELE D'INTERACTION LASER - POUDRE       173         ANNEXE - 7 :       MODELE ANALYTIQUE DE PREDICTION DES HAUTEURS PAR COUCHE ΔH.       175         ANNEXE - 8 :       EVOLUTION DES ZONES FONDUES (316L – POUDRE TLS) EN FONCTION DES PARAMETRES DU PROCEDE.       178         TABLE DES ILLUSTRATIONS       180         LISTE DES FIGURES       180         LISTE DES FIGURES       180  | V.6. ANALYSE DES ETATS DE SURFACES  | . 151 |
| V.6.2. Evolution des états de surface en fonction des paramètres du procédé       153         V.7. DISCUSSION : INFLUENCE DU MATERIAU SUR LA FORMATION DES ETATS DE SURFACE       154         V.8. CONCLUSIONS       156         CONCLUSIONS GENERALES       157         ANNEXES       163         ANNEXE - 1 :       ETALONNAGE DU DEBIT DE POUDRE         ANNEXE - 2 :       Exemple de programme de construction d'un mur         165       ANNEXE - 3 :         ANALYSE DU FAISCEAU LASER AVEC LE SYSTEME PRIMES       166         ANNEXE - 4 :       ANALYSE MORPHOLOGIQUE ET CHIMIQUE DE LA POUDRE 316L       169         ANNEXE - 5 :       MODELE D'INTERACTION LASER - POUDRE       173         ANNEXE - 6 :       CALCUL DE LA DISTANCE ENTRE DEUX GRAINS DE POUDRE DANS LE JET       174         ANNEXE - 7 :       MODELE ANALYTIQUE DE PREDICTION DES HAUTEURS PAR COUCHE ΔH.       175         ANNEXE - 8 :       EVOLUTION DES ZONES FONDUES (316L – POUDRE TLS) EN FONCTION DES PARAMETRES DU PROCEDE.       178         TABLE DES ILLUSTRATIONS       180         LISTE DES FIGURES       180         LISTE DES TABLEAUX       191  | V.6.1. Analyse et classification des défauts de surface   | . 151 |
| V.7. DISCUSSION : INFLUENCE DU MATERIAU SUR LA FORMATION DES ETATS DE SURFACE       154         V.8. CONCLUSIONS       156         CONCLUSIONS GENERALES       157         ANNEXES       163         ANNEXE - 1 :       ETALONNAGE DU DEBIT DE POUDRE.         163       ANNEXE - 2 :       Exemple de programme de construction d'un mur         165       ANNEXE - 3 :       Analyse du faisceau laser avec le systeme PRIMES         166       Annexe - 4 :       Analyse morphologique et chimique de la poudre 316L       169         Annexe - 5 :       Modele d'interaction laser - poudre       173         Annexe - 6 :       Calcul de la distance entre deux grains de poudre dans le jet       174         Annexe - 8 :       Evolution des zones fondues (316L – poudre TLS) en fonction des parametres du procede.       178         TABLE DES ILLUSTRATIONS       180         Liste des figures       180   | V.6.2. Evolution des états de surface en fonction des paramètres du procédé                         | . 153 |
| V.8. CONCLUSIONS       156         CONCLUSIONS GENERALES       157         ANNEXES       163         ANNEXE - 1 :       ETALONNAGE DU DEBIT DE POUDRE.         163       ANNEXE - 2 :         Exemple de programme de construction d'un mur       165         ANNEXE - 3 :       Analyse du faisceau laser avec le systeme PRIMES       166         Annexe - 4 :       Analyse morphologique et chimique de la poudre 316L       169         Annexe - 5 :       Modele d'interaction laser - poudre       173         Annexe - 6 :       Calcul de la distance entre deux grains de poudre dans le jet       174         Annexe - 7 :       Modele analytique de prediction des hauteurs par couche Δh       175         Annexe - 8 :       Evolution des zones fondues (316L – poudre TLS) en fonction des parametres du procede.       178         TABLE DES ILLUSTRATIONS       180         Liste des figures       180   | V.7. DISCUSSION : INFLUENCE DU MATERIAU SUR LA FORMATION DES ETATS DE SURFACE                       | . 154 |
| CONCLUSIONS GENERALES157ANNEXES163ANNEXE - 1 :ETALONNAGE DU DEBIT DE POUDRE.163ANNEXE - 2 :EXEMPLE DE PROGRAMME DE CONSTRUCTION D'UN MUR165ANNEXE - 3 :ANALYSE DU FAISCEAU LASER AVEC LE SYSTEME PRIMES166ANNEXE - 4 :ANALYSE MORPHOLOGIQUE ET CHIMIQUE DE LA POUDRE 316L169ANNEXE - 5 :MODELE D'INTERACTION LASER - POUDRE173ANNEXE - 6 :CALCUL DE LA DISTANCE ENTRE DEUX GRAINS DE POUDRE DANS LE JET174ANNEXE - 7 :MODELE ANALYTIQUE DE PREDICTION DES HAUTEURS PAR COUCHE ΔH175ANNEXE - 8 :EVOLUTION DES ZONES FONDUES (316L – POUDRE TLS) EN FONCTION DES PARAMETRES DU PROCEDE.178TABLE DES HLUSTRATIONS180LISTE DES FIGURES180  | V.8. CONCLUSIONS  | . 156 |
| ANNEXES       163         ANNEXE - 1 :       ETALONNAGE DU DEBIT DE POUDRE.       163         ANNEXE - 2 :       EXEMPLE DE PROGRAMME DE CONSTRUCTION D'UN MUR       165         ANNEXE - 3 :       ANALYSE DU FAISCEAU LASER AVEC LE SYSTEME PRIMES       166         ANNEXE - 4 :       ANALYSE MORPHOLOGIQUE ET CHIMIQUE DE LA POUDRE 316L       169         ANNEXE - 5 :       MODELE D'INTERACTION LASER - POUDRE       173         ANNEXE - 6 :       CALCUL DE LA DISTANCE ENTRE DEUX GRAINS DE POUDRE DANS LE JET       174         ANNEXE - 7 :       MODELE ANALYTIQUE DE PREDICTION DES HAUTEURS PAR COUCHE ΔH       175         ANNEXE - 8 :       EVOLUTION DES ZONES FONDUES (316L – POUDRE TLS) EN FONCTION DES PARAMETRES DU PROCEDE.       178         TABLE DES ILLUSTRATIONS       180         LISTE DES FIGURES       180  | CONCLUSIONS GENERALES   | . 157 |
| ANNEXE - 1 :       ETALONNAGE DU DEBIT DE POUDRE   | ANNEXES   | . 163 |
| ANNEXE - 2 :       EXEMPLE DE PROGRAMME DE CONSTRUCTION D'UN MUR       165         ANNEXE - 3 :       ANALYSE DU FAISCEAU LASER AVEC LE SYSTEME PRIMES       166         ANNEXE - 4 :       ANALYSE MORPHOLOGIQUE ET CHIMIQUE DE LA POUDRE 316L       169         ANNEXE - 5 :       MODELE D'INTERACTION LASER - POUDRE       173         ANNEXE - 6 :       CALCUL DE LA DISTANCE ENTRE DEUX GRAINS DE POUDRE DANS LE JET       174         ANNEXE - 7 :       MODELE ANALYTIQUE DE PREDICTION DES HAUTEURS PAR COUCHE ΔH.       175         ANNEXE - 8 :       EVOLUTION DES ZONES FONDUES (316L – POUDRE TLS) EN FONCTION DES PARAMETRES DU PROCEDE 178       180         LISTE DES FIGURES       180         LISTE DES FIGURES       180  | ANNEXE - 1 : ETALONNAGE DU DEBIT DE POUDRE  | . 163 |
| ANNEXE - 3 :       ANALYSE DU FAISCEAU LASER AVEC LE SYSTEME PRIMES       166         ANNEXE - 4 :       ANALYSE MORPHOLOGIQUE ET CHIMIQUE DE LA POUDRE 316L       169         ANNEXE - 5 :       MODELE D'INTERACTION LASER - POUDRE       173         ANNEXE - 6 :       CALCUL DE LA DISTANCE ENTRE DEUX GRAINS DE POUDRE DANS LE JET       174         ANNEXE - 7 :       MODELE ANALYTIQUE DE PREDICTION DES HAUTEURS PAR COUCHE ΔH       175         ANNEXE - 8 :       EVOLUTION DES ZONES FONDUES (316L – POUDRE TLS) EN FONCTION DES PARAMETRES DU PROCEDE.       178         TABLE DES ILLUSTRATIONS       180         LISTE DES FIGURES       180   | ANNEXE - 2 : EXEMPLE DE PROGRAMME DE CONSTRUCTION D'UN MUR  | . 165 |
| ANNEXE - 4 :       ANALYSE MORPHOLOGIQUE ET CHIMIQUE DE LA POUDRE 316L       169         ANNEXE - 5 :       MODELE D'INTERACTION LASER - POUDRE       173         ANNEXE - 6 :       CALCUL DE LA DISTANCE ENTRE DEUX GRAINS DE POUDRE DANS LE JET       174         ANNEXE - 7 :       MODELE ANALYTIQUE DE PREDICTION DES HAUTEURS PAR COUCHE ΔH       175         ANNEXE - 8 :       EVOLUTION DES ZONES FONDUES (316L – POUDRE TLS) EN FONCTION DES PARAMETRES DU PROCEDE 178       180         LISTE DES FIGURES       180         LISTE DES FIGURES       180  | ANNEXE - 3 : ANALYSE DU FAISCEAU LASER AVEC LE SYSTEME PRIMES                                       | . 166 |
| ANNEXE - 5 :       MODELE D'INTERACTION LASER - POUDRE       173         ANNEXE - 6 :       CALCUL DE LA DISTANCE ENTRE DEUX GRAINS DE POUDRE DANS LE JET       174         ANNEXE - 6 :       CALCUL DE LA DISTANCE ENTRE DEUX GRAINS DE POUDRE DANS LE JET       174         ANNEXE - 7 :       MODELE ANALYTIQUE DE PREDICTION DES HAUTEURS PAR COUCHE ΔH       175         ANNEXE - 8 :       EVOLUTION DES ZONES FONDUES (316L – POUDRE TLS) EN FONCTION DES PARAMETRES DU PROCEDE 178       180         LISTE DES FIGURES       180         LISTE DES FIGURES       180  | ANNEXE - 4 : ANALYSE MORPHOLOGIQUE ET CHIMIQUE DE LA POUDRE 316L                                    | . 169 |
| ANNEXE - 6 :       CALCUL DE LA DISTANCE ENTRE DEUX GRAINS DE POUDRE DANS LE JET   | ANNEXE - 5 : MODELE D'INTERACTION LASER - POUDRE  | . 173 |
| ANNEXE - 7 :       MODELE ANALYTIQUE DE PREDICTION DES HAUTEURS PAR COUCHE ΔH  | ANNEXE - 6 : CALCUL DE LA DISTANCE ENTRE DEUX GRAINS DE POUDRE DANS LE JET                          | . 174 |
| ANNEXE - 8 : EVOLUTION DES ZONES FONDUES (316L – POUDRE TLS) EN FONCTION DES PARAMETRES DU PROCEDE 178 TABLE DES ILLUSTRATIONS   | ANNEXE - 7 : MODELE ANALYTIQUE DE PREDICTION DES HAUTEURS PAR COUCHE $\Delta$ H                     | . 175 |
| TABLE DES ILLUSTRATIONS       180         LISTE DES FIGURES       180         LISTE DES TABLEAUX       191   | ANNEXE - 8 : EVOLUTION DES ZONES FONDUES (316L – POUDRE TLS) EN FONCTION DES PARAMETRES DU PROCEDE. | . 178 |
| LISTE DES FIGURES  | TABLE DES ILLUSTRATIONS   | . 180 |
| LISTE DES TABLEAUX   | LISTE DES FIGURES   | . 180 |
|  | LISTE DES TABLEAUX  | . 191 |

| LISTE DES PUBLICATIONS      |  |
|-----------------------------|--|
| REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES |  |
| RESUME                      |  |

## NOMENCLATURE

| $A_{ZF/JP}$                        |                         | La surface d'interaction zone fondue – jet de poudre   |
|------------------------------------|-------------------------|--|
| А                                  | (%)                     | L'absorptivité de la poudre  |
| а                                  | $k/\rho C_p(m^2/s)$     | La diffusivité thermique   |
| Bo                                 |                         | Le nombre de Bond  |
| ср                                 | (J/kg/K)                | La chaleur massique  |
| c                                  | (m/s)                   | La célérité de la lumière  |
| $D_m$                              | (g/min)                 | Débit massique de la poudre  |
| D                                  | $(m^2/s)$               | Le coefficient de diffusion moléculaire  |
| $D_m^*$                            | (g/s.m <sup>2</sup> )   | La distribution spatiale surfacique en fonction de r (le rayon du repère cylindrique)                      |
| Dg1                                | (1/min)                 | Le débit du gaz protecteur interne   |
| Dg2                                | (1/min)                 | Le débit du gaz protecteur externe   |
| $\tilde{D_n}$                      | (1/min)                 | Le débit du gaz porteur de poudre  |
| $\mathbf{D}_{\mathrm{m}}^{P_{0}}$  | $(g/min/m^2)$           | Le débit massique surfacique moyen   |
| $\mathbf{D}_{m, eff}^{m}^{*}$      | (g/min/m <sup>2</sup> ) | $= \frac{D_{m,eff}}{\pi (\frac{e}{2})^2}$ : Le débit massique efficace (qui participe à la formation de la |
|                                    |                         | couche) par unité de surface   |
| Defoc <sub>L</sub>                 | (mm)                    | La défocalisation du plan focal laser par rapport au plan de travail                                       |
| defocP                             | (mm)                    | La défocalisation du plan focal du jet de poudre par rapport au plan de travail                            |
| D <sub>p</sub>                     | (l/min)                 | Le débit volumique du gaz porteur de poudre  |
| dT / dt                            | (K/s)                   | La vitesse de refroidissement  |
| $d_i$                              | (mm)                    | La distance entre le faisceau laser et la zone fondue  |
| d <sub>laser</sub>                 | (µm)                    | Le diamètre du faisceau laser  |
| d <sub>poudre</sub>                | (µm)                    | Le diamètre des grains de poudre laser   |
| dc                                 | (%)                     | $= \tau.f$ : Le rapport cyclique du laser pulsé  |
| d                                  |                         | L'ordonnée à l'origine de la courbe d'étalonnage du niveau de gris en                                      |
| ,                                  |                         | fonction de la luminance (pyrometrie 2D)   |
| d <sub>PP</sub>                    | (μm)                    | La distance moyenne entre deux particules de poudre  |
| E <sub>abs</sub>                   | (J)                     | L'energie absorbée par la particule avant d'arrivée au bain liquide  |
| e                                  | (mm)                    | L'épaisseur du mur et largeur de la ZF (mm)  |
| F <sub>g</sub>                     | (N)                     | La force d'Archimède   |
| f                                  | (Hz)                    | La fréquence du laser pulsé  |
| $\mathbf{f}_{\text{collimation}}$  | (mm)                    | La distance focale de la lentille de collimation   |
| $\mathbf{f}_{\text{focalisation}}$ | (mm)                    | La distance focale de la lentille de focalisation  |
| G                                  | (K/m)                   | $= \partial T / \partial x$ : Le gradient thermique  |
| G <sub>max</sub>                   | (K/mm)                  | Le gradient thermique maximal  |
| G <sub>moy</sub>                   | (K/mm)                  | Le gradient moyen de la température  |
| $H_{app}$                          | (mm)                    | La hauteur apparente de la zone fondue en 316L sans prendre en compte la partie avudée                     |
| Н                                  | (m)                     | La hauteur de la zone fondue   |
|                                    |                         |  |

| $H_m$                 | (mm)                           | La hauteur totale du mur construit, mesurée au pied à coulisse               |
|-----------------------|--------------------------------|--|
| h                     | $(m^2.kg/s)$                   | La constante de Planck   |
| h <sub>conv</sub>     | $(W.m^{-2}.K^{-1})$            | Le coefficient d'échange convectif   |
| Ι                     | (w/m²)                         | L'intensité du faisceau laser  |
| I (λ,t)               |                                | La matrice représentant la luminosité expérimentale détectée par le          |
|                       |                                | spectromètre (pyrométrie spectrale)  |
| k                     | (W/m/K)                        | La conductivité thermique  |
| k <sub>b</sub>        | (J/K)                          | La constante de Boltzmann  |
| k'                    |                                | La valeur de la pente de la courbe d'étalonnage du niveau de gris en         |
|                       |                                | fonction de la luminance (pyrométrie 2D)                                     |
| L                     | (m)                            | La longueur de la zone fondue  |
| LAR                   | (W/(m <sup>3</sup> .sr))       | La luminance spectrale du corps noir   |
| Lavant arriàra        | (m)                            | La longueur avant, soit la longueur arrière du bain liquide (le bain liquide |
| -avant,arriere        | ()                             | est divisé en deux narties $1/3 - 2/3$                                       |
| La ann                | $(W/(m^3 sr))$                 | La luminance détectée expérimentalement par la pyrométrie spectrale          |
| Lann                  | (mm)                           | La largeur apparente de la zone fondue en 316L sans prendre en compte la     |
| Lupp                  | (IIIII)                        | nartie oxydée  |
| m                     | (kg)                           | La masse d'une particule de noudre   |
| N.                    | (kg)                           | Le nombre d'impulsions par couche  |
| N                     |                                | Le niveau de gris détecté par coméra   |
| Ng                    | $(m^{-3})$                     | Le donsité volumique de matière  |
| IN<br>N               | (111)                          | La defisite volumique de manere  |
| IN <sub>rpm</sub>     |                                | Le nombre de tour par minute du disque du distributeur de poudre             |
| P                     | (W)<br>(W)                     | La puissance du laser  |
| P <sub>c</sub>        | $(\mathbf{w})$                 | La puissance de consigne crete du faser puise                                |
| Pe                    | $(\mathbf{N}_1, \mathbf{N}_2)$ | Le nombre de Peciel  |
| Pg                    | $(N/m^{-})$                    | La pression de la force de gravite   |
| $P_{moy}$             | (W)                            | La puissance moyenne équivalente   |
| $P_{abs}$             | (W)                            | La puissance absorbée par la particule avant d'arrivée au bain liquide       |
| $P_{\gamma}$          | (W)                            | La pression de la force de thermocapillaire                                  |
| R/ρ                   |                                | La résistance spécifique   |
| R <sub>a</sub>        | (µm)                           | La moyenne arithmétique de rugosité  |
| R <sub>a, nf</sub>    | (µm)                           | La moyenne arithmétique de rugosité non filtré                               |
| R <sub>c</sub>        | (µm)                           | La moyenne des creux maximaux de rugosité                                    |
| R <sub>c, nf</sub>    | (µm)                           | La moyenne des creux maximaux de rugosité non filtré                         |
| Re                    |                                | Le nombre de Reynolds  |
| R <sub>m</sub>        | (%)                            | Le rendement massique pesé   |
| R <sub>p</sub>        | (µm)                           | La moyenne des pics maximaux de rugosité                                     |
| R <sub>p, nf</sub>    | (µm)                           | La moyenne des pics maximaux de rugosité non filtré                          |
| r <sub>jet</sub>      | (m)                            | Le rayon du jet de poudre  |
| r <sub>p</sub>        | (µm)                           | Le rayon du grain de poudre  |
| S <sub>p</sub>        | (m <sup>2</sup> )              | La section efficace d'un grain de poudre                                     |
| S                     | (mm <sup>2</sup> )             | La surface apparente de la zone fondue                                       |
| Shuse                 | $(m^2)$                        | La surface de sortie du fluide de la buse                                    |
| St                    | . ,                            | Le nombre de Stokes  |
| Т                     | (K)                            | La température   |
| Tf                    | (K)                            | La température de fusion   |
| Tmov                  | (K)                            | La température movenne   |
| T                     | (K)                            | La température de vaporisation   |
| Thianidua             | (K)                            | La température de liquidus   |
| - iquidus<br>Taolidus | (K)                            | La température de solidus  |
| - solidus             | (K)                            | La température de changement de structure pour le Ti-6Al-4V de a à ß         |
| -p<br>t               | (s)                            | Le temps d'accumulation de la poudre dans le bain liquide                    |
| tern (ms)             | (5)                            | Le temps d'accumulation de la porticule au contact du bain liquide           |
| ubrefund)             | (9)                            | Le compo necessarie a la rasion de la particule du contact du bain inquide   |

| t <sub>const</sub>        | (s)         | Le temps de fabrication d'une pièce   |
|---------------------------|-------------|---|
| V                         | (m/s)       | La vitesse de défilement relative de la pièce par rapport au faisceau laser |
| V <sub>const</sub>        | $(m^{3}/s)$ | La vitesse de construction  |
| $V_{\rm f}$               |             | La vitesse du fluide dans le bain liquide                                   |
| $V_{\rm f}$               |             | La vitesse fluide dans la zone fondue                                       |
| $V_{gp}$                  | (m/s)       | La vitesse de l'écoulement du gaz porteur de poudre                         |
| V <sub>p</sub>            | (m/s)       | La vitesse de la particule de poudre dans le jet                            |
| V <sub>pBL</sub>          | (m/s)       | La vitesse de la particule dans la zone fondue                              |
| Vp                        | $(m^{3})$   | Le volume d'une particule de poudre   |
| V <sub>s</sub>            | (m/s)       | La vitesse de solidification de la zone fluide                              |
| $\mathbf{W}_{\mathrm{a}}$ | (µm)        | La moyenne arithmétique de l'ondulation                                     |
| $\mathbf{W}_{\mathrm{p}}$ | (µm)        | La moyenne des creux maximaux de l'ondulation                               |

| β                                | $(K^{-1})$           | Le coefficient d'expansion thermique   |
|----------------------------------|----------------------|--|
| $\Gamma = I_0 / V$               | $(J/m^3)$            | La densité volumique d'énergie laser   |
| $\Delta H_{fusion}$              | (J/kg)               | L'enthalpie de fusion  |
| $\Delta H_{vapo}$                | (J/kg)               | L'enthalpie de vaporisation  |
| Δh                               | (mm)                 | La hauteur de la couche de matière   |
| Δl                               | (µm)                 | = 25 $\mu$ m : La largeur de la discrétisation du modèle 3D de prédiction de $\Delta$ h                    |
| Δl                               |                      | La taille des éléments   |
| $\Delta T$                       |                      | L'échauffement des particules  |
| $\Delta S/S$                     |                      | La variation relative de surface apparente de la zone fondue   |
| Δy                               | (mm)                 | La distance élémentaire  |
| $\Delta z$                       | (mm)                 | L'incrément de montée en Z programmé   |
| ε                                | (%)                  | L'émissivité de la zone fondue   |
| η                                | (Pa.s)               | La viscosité dynamique   |
| $\theta_1$                       | (°)                  | L'angle d'inclinaison de la partie haute de la zone fondue par rapport à                                   |
|                                  |                      | l'horizontale  |
| $\theta_2$                       | (°)                  | L'angle d'inclinaison de la partie basse de la zone fondue par rapport à                                   |
|                                  | ,                    | l'horizontale  |
| $\gamma = d\sigma/dT$            | (N/m <sup>′</sup> K) | Le coefficient thermocapillaire  |
| λ                                | (m)                  | La longueur d'onde   |
| $\rho_{poudre}$                  | $(kg/m^3)$           | La masse volumique de la poudre  |
| σ                                | (N/m)                | La tension superficielle de la zone fondue ou énergie de surface   |
| $\sigma_{\scriptscriptstyle SB}$ | $(W.m^{-2}.K^{-4})$  | La constante de Stéphane Boltzmann   |
| τ                                | (ms)                 | La durée d'impulsion laser   |
| τί                               | (s)                  | Le temps d'interaction laser-matière   |
|                                  | (W/m²)               | La densité de puissance laser moyenne  |
| Ø                                | (W/m²)               | La distribution de densité de puissance laser  |
| χ                                | (%)                  | La proportion de poudre non incluse dans le jet de poudre  |
| Ψ                                |                      | Le rapport des surfaces de particules réelles par rapport à des particules sphériques, à volume équivalent |

Le procédé de fabrication directe par laser permet d'élaborer des pièces 3D complexes sans moule ni outil, par la simple fusion d'une poudre statique (fusion sélective "lit de poudre") ou projetée ("Direct Metal Deposition") sous l'effet d'un rayonnement laser. Au niveau aéronautique, l'objectif est de pouvoir disposer de pièces "bonne matière" denses et résistantes, pouvant répondre à un cahier des charges de plus en plus exigeant. Si la technique de fusion sélective "lit de poudre" peut être appliquée industriellement sur les métaux et les polymères, le procédé de fabrication directe par projection laser (FDPL) est essentiellement réservé aux métaux, que ce soit pour le rechargement et la réparation de pièces endommagées, ou pour la fabrication directe d'ébauches de pièces complexes. Bien qu'attractives, ces deux techniques, et en particulier la FDPL, ont du mal à s'implanter largement au niveau industriel.

Dans ce contexte, et pour aboutir à une vraie maturité industrielle de la FDPL, on peut identifier quatre pistes de développement: (1) le contrôle de procédé, afin d'assurer des conditions thermiques et géométriques constantes au cours de la fabrication, (2) la simulation numérique multi-physique (depuis la simulation du jet de poudre et son interaction avec le laser, jusqu'aux états mécaniques et métallurgiques des structures fabriquées), (3) l'optimisation de la conception CAO et de la stratégie de construction associée (trajectoires complexes), et enfin (4) l'amélioration des états de surface qui nécessite systématiquement un usinage final important des pièces.



# Figure Intr- 1: Élaboration d'une pièce de révolution par la technique de Fabrication Directe par Projection Laser<sup>1</sup>

C'est dans ce dernier contexte que s'inscrit cette thèse, financée par le projet ANR Blanc ASPECT (<u>A</u>mélioration des états de <u>S</u>urface de <u>P</u>ièces obtenues en fabrication dir<u>ECT</u>e par laser), réalisé en partenariat avec le laboratoire LIMATB (Laboratoire d'Ingénierie des MATériaux de Bretagne) de l'Université de Bretagne

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> P.Bertrand, "Progress in laser direct manufacturing by laser metal deposition and selective laser melting"

Sud. Le projet ASPECT a pour objectif global la compréhension fine de l'origine des états de surface dégradés obtenus en FDPL, avec une double approche expérimentale (au PIMM (Procédés et Ingénierie en Mécanique et Matériaux)) et numérique (au LIMATB). Concrètement, il doit également permettre de proposer des voies d'amélioration au procédé actuel de FDPL, afin de fabriquer des pièces métalliques plus lisses, ne nécessitant pas de ré-usinage important. L'enjeu financier est donc non-négligeable, puisqu'il s'agit de limiter les étapes de parachèvement des pièces, donc d'aller au plus près de la pièce finale ("near net shape").

Cette thèse s'est donc concentrée sur le volet expérimental du projet, et a évalué concrètement l'influence d'un grand nombre de paramètres du procédé sur les états de surface résultants. En cela, le sujet est original, puisque jamais l'état de surface n'avait été considéré auparavant comme un objectif principal par les différentes études précédentes traitant du sujet. Par ailleurs, le grand nombre de paramètres envisagés doit fournir une base de données importante permettant de généraliser les résultats obtenus. Pour cela, nous avons également considéré deux matériaux largement utilisés dans l'industrie, un alliage de titane (le Ti-6Al-4V) et un acier inoxydable (le 316L). L'utilisation de ces deux matériaux doit nous permettre de resituer nos résultats par rapport à des données antérieures.

Concrètement, le mémoire de thèse est divisé en 5 chapitres :

- Le chapitre 1, essentiellement bibliographique, présente l'ensemble des éléments nécessaires à la compréhension de la thèse (interaction laser matière, procédés de fabrication additive, propriétés des zones fondues, simulation numérique du procédé de FDPL ...), et introduit la thématique des états de surface ainsi que les rares études antérieures sur le sujet;
- Le chapitre 2 présente les matériaux et leurs propriétés, les différentes moyens ou diagnostics expérimentaux mis en œuvre pour l'analyse de l'interaction laser-poudre-zone fondue (caméra rapide, caméra thermique, pyrométrie ...), ainsi que le modèle numérique 3D solide utilisé au cours de la thèse;
- Le chapitre 3, premier chapitre expérimental, s'inscrit dans la continuité de différentes études antérieures, et présente l'ensemble des résultats obtenus lors de la mise en oeuvre et l'optimisation du procédé de FDPL sur l'alliage de titane Ti-6Al-4V en régime continu. Il intègre à la fois une caractérisation fine de l'interaction poudre zone fondue, et de la thermique et de l'hydrodynamique des zones fondues, ainsi qu'une corrélation de ces données avec les états de surface résultants. Ce chapitre devrait surtout permettre de mieux comprendre les différents facteurs physiques influençant la dégradation des surfaces, mais également de dégager une fenêtre paramétrique optimale;
- Le chapitre 4 évalue, de façon originale, l'effet d'un régime laser pulsé (en régime milliseconde) sur la qualité des surfaces de Ti-6Al-4V fabriquées, et les propriétés locales des zones fondues;
- Le 5<sup>ème</sup> et dernier chapitre est consacré à la FDPL de l'acier inoxydable 316L, avec pour objectif d'évaluer l'influence de la nature et des propriétés thermo-physiques du matériau sur les états de surface obtenus.

## I.1.INTRODUCTION

Dans ce chapitre bibliographique, nous passerons en revue les différents éléments permettant d'introduire le contexte de la thèse, et de poser des bases de départ nécessaires à sa compréhension globale, en évoquant successivement : l'interaction laser-matière et les différents procédés laser, les propriétés thermo-physiques des zones fondues par laser, et enfin les techniques de fabrication additive et leur principe physique.

## I.2. GENERALITES SUR LES PROCEDES LASER

La fabrication additive fait partie des procédés de transformation des matériaux par laser, au même titre que le soudage, la découpe ou les traitements de surface.

## I.2.1.Les proprietes du rayonnement laser

Chronologiquement, le premier laser optique est mis au point en 1960 par T. Maiman dans les laboratoires de la Hughes Aircraft Company à Malibu [MAIMAN 1960], mettant ainsi en application la théorie d'A. Einstein [EINSTEIN 1917] sur la production de lumière par émission stimulée. Le mot LASER est l'acronyme de « Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation », qui après traduction signifie : amplification de lumière par émission stimulée du rayonnement laser, et les applications qui ont suivi sur les cinquante années passées, en font aujourd'hui un outil précieux dans toutes les composantes de la société. Techniquement, l'émission d'une lumière laser est basée sur deux composants principaux : (1) une cavité résonante (ou résonateur) composée d'un système de pompage, d'un milieu actif, et deux miroirs (dont un semi-réfléchissant) et (2) un amplificateur optique ...



Figure I-1 : Principe d'une cavité laser



Figure I-2 : Différents types de lasers et longueurs d'onde associées (en bleu : lasers à gaz, en noir : lasers solides)

## I.2.2.GENERALITES SUR L'INTERACTION LASER-MATIERE DANS LES METAUX ET LES EFFETS INDUITS

L'absorption du rayonnement laser dépend essentiellement de la nature du matériau éclairé (transparent ou opaque), la longueur d'onde  $\lambda$  du rayonnement, et différents facteurs tout aussi essentiels comme l'état de surface (rugosité, état d'oxydation), la température de surface, ou l'angle relatif entre la surface et le rayonnement incident. Au final, même si l'on peut tracer des graphes représentant l'absorptivité en fonction de la longueur d'onde laser pour différentes classes de métaux purs, il est difficile de prédire avec certitude l'absorptivité d'une surface métallique, à partir de données bibliographiques, et il est souvent nécessaire de déterminer cette absorptivité par la mesure directe du rayonnement réfléchi (mesures par sphères intégrantes d'Ulbricht). Sur les métaux, l'absorption de l'onde électromagnétique est généralement décrite par le modèle de collisions photons – électrons de Drude [FABBRO 2010] et se produit sur des profondeurs inférieures à 0.1  $\mu$ m. On pourra donc toujours considérer cette absorption comme superficielle, contrairement à l'absorption laser sur les polymères, qui peut intervenir sur plusieurs millimètres.

Enfin, le temps d'interaction laser-matière  $\tau_i$ , qui conditionne l'échauffement de cette dernière peut être défini de façon différente selon que l'interaction a lieu en régime continu ou pulsé. Ainsi, en régime pulsé, si V, la vitesse de défilement relative de la pièce par rapport au faisceau laser, est faible, on pourra considérer que  $\tau_i$  est égal à la durée des impulsions  $\tau$ , éventuellement multipliée par le nombre d'impulsions N<sub>i</sub> cumulées en un point de la surface à fréquence f (N<sub>i</sub> = D<sub>laser</sub>/(V.T) avec T=1/f et D<sub>laser</sub> = diamètre du faisceau). Dans le cas de l'utilisation d'un laser continu, on obtient une irradiation transitoire d'un élément de surface, en déplaçant la zone d'interaction à vitesse V sur la surface de la pièce. Si la dimension caractéristique de cette zone est D (le diamètre du faisceau) et que la vitesse de défilement est V, chaque élément de la surface est éclairé par le faisceau laser d'intensité I pendant un temps caractéristique  $\tau_i \approx D_{laser}/V$  [FABBRO 2010].

Dans ces conditions, la fusion d'une surface par laser met en jeu des cinétiques rapides, avec des vitesses de refroidissement  $V_s=dT / dt$  qui s'échelonnent entre  $10^2$  K/s et 10 K/s, voire plus en impulsions ultra-brèves (fs, as). En dessous d'une certaine durée d'impulsion (cas du micro-usinage par laser femto-seconde), les procédés laser sont dits athermiques car les longueurs caractéristiques de diffusion thermique sont quasiment indétectables avec les moyens d'analyse conventionnels. Cependant, dans la plupart des procédés plus conventionnels, l'interaction laser-matière va entraîner la formation d'une zone fondue de taille caractéristique généralement comprise entre 10 µm et 10 mm et, sur certains matériaux, d'une zone affectée thermiquement (ZAT) sous-jacente correspondant à des transformations métallurgiques à l'état solide (cas des alliages d'aluminium adoucis structuralement, cas des alliages de titane  $\alpha/\beta$  avec formation de ZAT à la limite du transus  $\beta$ )



Figure I-3 : Absorption d'un rayonnement laser par une surface métallique et grandeurs thermiques associées (gradient thermique G (K/m), vitesse de solidification Vs (m/s)) [PEYRE 2012A]

### I.2.3.Les differents procedes laser

Les lasers offrent actuellement un champ d'applications très vaste pour de nombreux secteurs industriels : l'automobile, l'aéronautique, la microélectronique, la mécanique mais aussi le secteur médical. Le laser présente également une utilité dans des opérations variées comme la découpe, le perçage, le soudage, le marquage et le traitement de surface des matériaux.

Tous ces procédés, et les régimes d'interaction associés, sont généralement regroupés dans un diagramme densité de puissance – temps d'interaction (Figure I-4).





<u>Le soudage laser</u> permet d'obtenir des cordons fins et pénétrants par l'intermédiaire d'un dépôt d'énergie en volume via les parois d'un capillaire de vapeur (le « keyhole » ou trou de serrure) formé au-delà d'une densité de puissance seuil (autour de  $10^6$  W/cm<sup>2</sup>). Il permet de réaliser des soudures d'épaisseur proche de 10 mm en une seule passe, ou de plusieurs centimètres en multi-passes, et à des vitesses bien supérieures aux procédés à l'arc. Le caractère très localisé du dépôt d'énergie laser (typiquement < 1 mm) présente également l'intérêt de limiter les distorsions des pièces soudées. Les évolutions récentes du procédé comme le « remote welding », utilisant des têtes galvanométriques, permettent d'atteindre des vitesses de soudage élevées (> 10 m/min), au risque d'entraîner des instabilités géométriques, comme le « humping ».

<u>La découpe laser</u> offre la possibilité de générer des saignées débouchantes dans les matériaux métalliques, grâce à l'éjection du métal fondu en régime keyhole, et d'un jet de gaz réactif ( $CO_2$ ,  $O_2$ ) ou non (Ar, He). La gamme d'applications est assez vaste : depuis des faibles épaisseurs (< 2 mm), la grande majorité des applications actuelles, jusqu'à des épaisseurs de plusieurs centimètres d'acier comme, par exemple, celles concernant le démantèlement des centrales nucléaires.

Par rapport aux deux procédés précédents qui peuvent être appliqués en régime continu ou pulsé, le procédé de <u>perçage laser</u> est exclusivement mis en œuvre en régime pulsé, en raison des densités de puissance élevées requises (>  $10^7$  W/cm<sup>2</sup>). Dans ces conditions, la matière est en grande partie vaporisée, et éjectée par le gaz d'assistance. On parle alors de perçage par percussion (la matière est percée en statique = cas des trous de refroidissement dans les aubages aéronautiques [SCHNEIDER 2007], ou de perçage par trépanation = le laser suit une trajectoire préprogrammée pour enlever un volume de matière beaucoup plus important que la taille du faisceau).

<u>Le marquage laser</u> correspond à l'application la plus largement répandue des procédés laser à « haute densité de puissance »... Par interaction du rayonnement laser avec la surface, il permet d'imprimer des textes ou des images sur n'importe quel type de surface, soit par ablation d'un revêtement, par réaction chimique localisée (oxydation suivie d'un changement de couleur), ou par gravure (cas des polymères) ...

Les traitements de surface par laser permettent de fonctionnaliser les surfaces afin d'y conférer des propriétés anti-corrosion et anti-usure ou d'améliorer la tenue en fatigue des composants traités. Ces traitements peuvent être mis en œuvre avec ou sans apport de matière en phase solide (trempe, nitruration), liquide (refusion, alliages et dépôts), ou après ablation (décapage) avec formation éventuelle d'un plasma (choc-laser). Ils permettent donc de modifier à loisir les états morphologiques, métallurgiques, chimiques, et mécaniques des surfaces, grâce au déplacement contrôlé d'un faisceau laser sur la zone à traiter. A titre d'exemple, le même type de laser (un laser pulsé en régime nanosecondes), peut permettre de réaliser du décapage de peinture ou d'oxyde, d'améliorer les propriétés anti-corrosion par refusion superficielle ou d'améliorer la tenue en fatigue par génération d'ondes de choc-laser [LAVISSE 2003].

Vis-à-vis des états topographiques, les lasers permettent soit de texturer les surfaces, par exemple en réalisant des cratères de hauteur contrôlée par ablation, soit de lisser les surfaces (sur verre ou métaux) par fusion de matière très superficielle (épaisseur  $< 50 \ \mu m$ ) (Figure I-5) [OSTHOLT 2009].

Enfin, les procédés de <u>fabrication additive par laser</u> permettent d'élaborer de la matière dense par fusion de poudre métallique ou polymère, et sans utilisation d'outils ou de moules. Les régimes d'interactions concernés sont proches de ceux utilisés pour les dépôts et alliages de surface (Figure I-4), c'est-à-dire des densités de puissance comprises entre 10 kW/cm<sup>2</sup> et 1 MW/cm<sup>2</sup>, et des temps d'interaction laser-matière compris entre 1 ms et 0.1 s. Ces procédés seront détaillés dans le paragraphe suivant.



Figure I-5 : Traitements de surface par laser – Lissage d'une surface métallique par fusion superficielle grâce aux tensions de surface exercées sur la couche liquide [OSTHOLT 2009]

### I.2.4. HYDRODYNAMIQUE DES ZONES FONDUES PAR LASER

Un grand nombre de procédés laser entraînent le passage à l'état liquide d'un volume réduit de matière. Les propriétés de ces zones fondues dépendent des conditions d'irradiation laser, mais également et surtout des propriétés thermo-physiques des matériaux à l'état liquide. Nous rappelons ici la signification de ces principales propriétés thermo-physiques qui sont : la viscosité dynamique  $\eta$  (Pa.s), la tension superficielle  $\sigma$  (N/m), le coefficient thermocapillaire  $\gamma = d\sigma/dT$  (N.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>), ainsi que différents paramètres adimensionnés (nombre de Marangoni, nombre de Reynolds, nombre de Nusselt).

### I.2.5. LA VISCOSITE DYNAMIQUE ET LA TENSION SUPERFICIELLE

### I.2.5.1. LA VISCOSITE DYNAMIQUE

La viscosité dynamique  $\eta$  (Pa.s) est un paramètre qui traduit le transfert moléculaire de quantité de mouvement, et qui est défini à partir du modèle de deux plaques parallèles horizontales séparées par une couche de fluide d'épaisseur h selon z. Lorsque la plaque supérieure de surface A est mise en mouvement à une vitesse V<sub>x</sub>, une force F/A par unité de surface doit être appliquée pour entretenir le mouvement telle que :

$$\frac{F}{A} = \eta \cdot \left(\frac{\partial V_x}{\partial z}\right)$$
Équation I-1

Cette viscosité est une caractéristique intrinsèque du fluide considéré et, dans le cas d'un fluide newtonien, est indépendant du gradient de vitesse (Équation I-1). Dans les matériaux métalliques fondus, elle est proche de celle de l'eau, et est généralement comprise entre  $2.10^{-3}$  Pa.s (Aluminium) et  $5.10^{-3}$  Pa.s (Fer, Titane). A titre comparatif, un polymère thermoplastique fondu présente une viscosité 1 million de fois supérieure (de l'ordre de  $10^{3}$  Pa.s).

### I.2.5.2. LA TENSION SUPERFICIELLE

<u>La tension superficielle</u>  $\sigma$  (N/m) ou énergie de surface (J/m<sup>2</sup>): des métaux et alliages liquides est un paramètre important intervenant dans de nombreux procédés d'élaboration et de mise en forme des matériaux. En

considérant un film de liquide de largeur L, la tension superficielle  $\sigma$  permet de définir la force de cohésion nécessaire pour minimiser la surface S d'une interface liquide/gaz, qui est représentée par la formule suivante :

#### $F dl = dW = 2 \sigma L dl = 2 \sigma dS$

Avec  $dS(m^2) = l$ 'accroissement de surface du liquide, dW(N.m) = le travail à fournir pour accroître la surface du liquide,  $\sigma(N/m) = la$  tension superficielle, L(m) = largeur de liquide

Le facteur 2 entre la tension de surface et la force appliquée par le fluide est dû au fait que le bilan de force se fait sur un film mince à deux faces.

Les valeurs de tension superficielle dépendent essentiellement des forces de cohésion internes (Van der Waals, liaisons ioniques ou covalentes) qui s'exercent entre les molécules d'un fluide [GUYON 2001]. Sur les fluides métalliques, les tensions superficielles élevées (en général proches de 1 N/m), sont dues aux énergies des liaisons métalliques. Ces forces de cohésion diminuant avec la température, les tensions superficielles suivent la même évolution selon :

$$\sigma(T) = \sigma(T_0) [1 - b(T - T_0)]$$
*Éq Avec* 0.01 K<sup>-1</sup> < b < 0.1 K<sup>-1</sup>

#### I.2.5.3. FORCES DE PRESSION APPLIQUEES SUR UN FLUIDE : CAS D'UNE ZONE FONDUE PAR LASER

Les fluides métalliques, et en particulier ceux induits par fusion laser, sont soumis à plusieurs forces qui conditionnent leur géométrie : des forces capillaires liées aux tensions de surface, et des forces de gravité. Si l'on considère une goutte métallique de rayon R, la pression capillaire exercée à la surface du liquide sera égale à  $P_{\gamma}(N/m^2) = 2 \sigma/R$ , et la force de gravité  $P_g(N/m^2) = \rho g h$ , avec h la hauteur de la goutte. L'importance relative des effets de gravité et de capillarité est définie par le nombre de Bond Bo =  $P_g/P_{\gamma}$ .

$$Bo = \frac{\rho g h}{2 \sigma/R} = \frac{\rho g h R}{2 \sigma}$$
Équation I-4

Dans le cas d'une zone fondue par laser en titane de hauteur 0.5 mm et de rayon de courbure R = 2 mm (typique en FDPL) et ayant une tension de surface de 1.5 N/m, un simple calcul donne Bo = 0.015, ce qui traduit la nette prédominance des effets capillaires sur les effets de gravité. Au niveau du point triple (gaz – liquide – solide), on peut définir un équilibre.

#### I.2.6.Les regimes d'ecoulement fluides

L'importance relative des écoulements diffusifs (contrôlés par la viscosité) et convectifs est définie par le nombre sans dimension de Reynolds (Re =  $V_f L \rho / \eta$ ) qui correspond au rapport entre les flux convectifs et diffusifs de quantité de mouvement. De faibles nombres de Reynolds correspondent à des effets visqueux dominants (fluides très visqueux, basses vitesses  $V_f$ ), et des nombres de Reynolds élevés traduisent des écoulements où la convection prédomine ( $V_f$  élevée, faible viscosité), et qui peuvent s'avérer turbulents. Concrètement, pour Re << 1, l'écoulement est laminaire et le fluide se comporte de façon stationnaire. Puis, à partir de Re = 1, apparaissent des vortex contrarotatifs, alors qu'au-delà de Re = 47, l'écoulement devient

#### Équation I-2

Équation I-3

turbulent et des instabilités hydrodynamiques apparaissent périodiquement dans les écoulements [GUYON 2001]. Dans le cas des fluides obtenus en fabrication additive par laser, en considérant un alliage de titane, des vitesses fluides maximales de l'ordre de  $V_f = 1$  m/s (cf paragraphe I.2.7), et des longueurs de zones fondues maximales de 5 mm, on obtient un Re = 4400. Le régime d'écoulement attendu est donc loin d'être laminaire, même si les turbulences au sein de la zone fondue ne sont généralement pas considérées dans les simulations thermo-hydrodynamiques des procédés laser.

D'autres nombres adimensionnés permettent de caractériser la nature des phénomènes de transport dans les écoulements. C'est le cas du nombre de Péclet Pe qui correspond, soit au rapport des flux de matière convectifs et diffusifs (Pe =  $V_fL/D$  avec D (m<sup>2</sup>/s) = coefficient de diffusion moléculaire), soit au rapport des flux de chaleur convectifs et diffusifs (Péclet thermique Pe =  $V_fL/a$  avec a (m<sup>2</sup>/s)= k/\rhoc\_p = diffusivité thermique).

### I.2.7. LA CONVECTION THERMOCAPILLAIRE DE MARANGONI

Différents types de convection peuvent intervenir au cœur d'un métal fondu. Ils sont essentiellement provoqués par des gradients de densité ou de tension superficielle, eux-mêmes issus de gradients de température ou de gradients de concentration chimique (cas des tensio-actifs).

Au sein d'un bain liquide métallique formé par laser, une convection naturelle est induite par les gradients de densité (donc de force d'Archimède ( $F_g$ =-g  $\rho \beta \Delta T$ ) selon l'approximation de Boussinesq [SPIEGEL 1959]) entre le centre du bain (plus chaud et moins dense) et la périphérie. En résultent des mouvements centrifuges dont la vitesse peut être estimée par [GUYON 2001] :

$$V_f = \sqrt{g \beta H \Delta T}$$

Avec H = hauteur de zone fondue (m),  $\beta$  = coefficient d'expansion thermique ( $K^{-1}$ )

Dans le cas des procédés laser avec passage à l'état liquide (gradients thermiques élevés, dimensions réduites), les vitesses fluides atteintes par convection naturelle sont cependant très faibles comparées à celles induites par les gradients de tension superficielle  $\sigma$  (N/m), eux-mêmes liés aux gradients de température au sein de la zone fondue. Ces gradients sont à l'origine de la convection thermocapillaire ou convection de Marangoni (Équation I-6) qui est très dépendante de la nature chimique des métaux fondus. Ainsi, selon le matériau considéré, et la présence éventuelle de tensio-actifs (S, P, O), la tension superficielle  $\sigma$  (N/m) peut augmenter ou diminuer en fonction de la température (Équation I-3) et par conséquent, pour un gradient thermique donné, modifier le sens des mouvements fluides (Figure I-6). L'amplitude de ces mouvements peut dépasser 1 m/s pour des conditions d'irradiation laser classiques conduisant à des gradients thermiques  $\partial T/\partial x$  élevés. Ils ont alors pour effet de modifier la forme des zones fondues, tout en homogénéisant la température. L'utilisation volontaire de tensioactifs, comme dans le procédé A-TIG, peut également permettre d'augmenter la pénétration du métal liquide en inversant le signe du coefficient thermocapillaire  $\gamma = \partial \sigma / \partial T$  [BERTHIER 2010].

$$-\eta \frac{\partial u_x}{\partial z} = \gamma \frac{\partial T}{\partial x}$$
Équation I-6

Équation I-5





## I.3. LA FABRICATION ADDITIVE PAR LASER

La fabrication additive fait partie des techniques de prototypage rapide, au même titre que les technologies d'enlèvement de matière comme l'usinage grande vitesse ou l'électro-érosion, dont nous ne parlerons pas ici. Depuis quelques années les techniques de prototypage rapide ne cessent de se développer, avec pour objectif de réaliser des modèles ou des prototypes de pièces de plus en plus complexes, avec une réduction importante des temps de réalisation et des coûts de fabrication. Cependant, depuis dix à quinze ans, et sous l'impulsion de l'industrie aéronautique, on cherche de plus en plus à élaborer de la matière dense ("bonne matière") répondant aux exigences du marché en termes de propriétés mécaniques. C'est le cas de la fabrication directe par laser (FDL) ou fabrication additive par laser (FAL), qui fait l'objet du projet ANR ASPECT et de cette thèse.

### I.3.1. Les differents procedes de fabrication additive

La fabrication additive par laser fait partie des techniques de fabrication additive (construction avec ajout de matière) qui constituent elles-mêmes l'un des volets du prototypage rapide (Figure I-7). Ces techniques ont été conçues dans la plupart des cas pour réaliser du maquettage de pièces complexes, sans souci de résistance mécanique. L'apport de matière intervient sous forme de liquide (résines liquides photosensibles = stéréo-lithographie, polymère fondu puis déposé = procédé Stratasys de dépôt de fil fondu), de poudres étalées (fusion sélective par laser SLM) ou projetées (projection laser), ou de tôles minces. Toutes les techniques de fabrication additive sont basées sur l'accumulation de couches successives 2D issues d'un tranchage CAO à partir d'un modèle géométrique 3D de la pièce initiale, et sont le plus souvent utilisées sur des polymères.

La technique d'*imprimante 3D* originale consiste à déposer, via des buses équivalentes aux buses jet d'encre, de la colle sur des couches de poudre, afin d'obtenir par empilement de ces derniers un objet 3D.



Figure I-7 : Les différentes techniques de prototypage rapide

Parmi les plus connues des techniques de fabrication additive développées ces dernières années, la <u>stéréo-lithographie</u> consiste à fabriquer des pièces par polymérisation et durcissement de résines liquides photosensibles, grâce au balayage d'un faisceau laser ultra-violet mono-spot ou double spot, ou de simples lampes ultra-violet. La qualité géométrique des pièces réalisées à partir d'un fichier CAO par empilement de couches successives est très bonne, en raison des faibles épaisseurs de couches (< 50  $\mu$ m). Son inconvénient provient de la nécessité de supporter la matière liquide avant polymérisation pour éviter qu'elle ne s'effondre, contrairement aux procédés utilisant de la matière solide (SLM, imprimante 3D).

Le procédé par dépôt de fil *FDM* (<u>Fused Deposition Modeling</u>) consiste à fondre par une buse chauffée à haute température, un fil polymère de diamètre < 0.25 mm, puis de le déposer en ligne couche par couche pour élaborer de la matière continue, grâce à la fusion partielle de la couche précédente. Cette technique, essentiellement réservées aux polymères, permet d'élaborer des pièces bonne-matière présentant des propriétés mécaniques proches de celles de pièces injectées (www.stratasys.fr).



Figure I-8 : Schéma de mise en œuvre d'une fabrication additive par fusion de matière

Pour ce qui concerne les matériaux métalliques, les techniques le plus souvent envisagées sont celles de fusion de poudres (Figure I-8). C'est le cas de la FDPL = Fabrication Directe par Projection Laser, de la fusion

sélective par laser (FSL) « lit de poudre » (Selective Laser Melting ou Selective Laser Sintering), ou de la fusion par faisceau d'électron (www.arcam.com). D'autres techniques, dérivées de la technique FDM, utilisent du dépôt de fil métallique fondu, mais ne présentent pas la flexibilité de la poudre en termes de trajectoires. Par contre, elles présentent un intérêt certain en termes de rendement matière, par rapport aux techniques de fusion de poudres.

### I.3.2. LA FUSION SELECTIVE PAR LASER (FSL)

La technique de fusion sélective par laser FSL (ou Selective Laser Melting) est directement dérivée de la stéréolithographie. A partir d'un fichier CAO, et d'un tranchage en couches 2D successives, un faisceau laser fond une poudre pré-déposée et, couche par couche, en permettant une dilution entre-couches qui assure la continuité de la matière, génère une pièce 3D. La technique peut être utilisée sur les polymères, mais est particulièrement attractive sur les matériaux métalliques car elle permet l'obtention de pièces bonne matière (densité proche de 1), présentant des bonnes propriétés mécaniques (équivalentes ou légèrement supérieures à celles obtenues en fonderie), et un bon respect des cotes.

Concrètement, les systèmes industriels de FSL sont constitués de deux bacs de poudre : un bac d'alimentation et un plateau de construction sur lequel sont fabriquées la ou les pièces. Le procédé de FSL procède selon les étapes suivantes : 1) le plateau d'alimentation ou réservoir de poudre se lève d'une certaine hauteur permettant ainsi l'étalement (par un rouleau ou un racleur) d'une épaisseur finie de poudre (autour de 0.1 mm) sur toute la surface supérieure de la zone de travail, mais également sur le plateau de construction, 2) le faisceau laser, mis en mouvement à grande vitesse (V > 0.1 m/s) par une tête galvanométrique fond la poudre étalée selon une trajectoire définie par tranchage via le fichier CAO, 3) le plateau de construction descend d'une hauteur  $h_0$  correspondant à la hauteur résiduelle des zones fondues, 4) le plateau d'alimentation remonte, et le rouleau étale une couche de poudre supplémentaire (Figure I-9).



Figure I-9 : Schéma de principe d'une machine de fusion sélective par laser FSL [HOPKINSON 2006]

Les lasers utilisés dans les machines de FSL pour matériaux métalliques sont essentiellement des lasers à fibre de bonne qualité optique, avec des diamètres de faisceau de l'ordre de 0.05 à 0.1 mm, et des puissances P de 100 W à 500 W. Dans ces conditions, l'épaisseur des parois métalliques fabriquées est généralement supérieure à 0,1-0,2 mm, car la largeur des zones fondues en cours de procédé est supérieure à 0.1-0.2 mm). Comme tous les procédés de fabrication additive, l'une des clés de la réussite est l'optimisation des trajectoires de fusion. Plusieurs stratégies sont envisageables : (1) fusion du contour puis remplissage, (2) fusion des lignes adjacentes

selon la même direction, (3) fusion des lignes adjacentes selon des directions alternées, (4) rotation de 90° de la direction de fusion entre deux couches successives etc...

L'avantage de la technique FSL est la complexité des pièces élaborées essentiellement due à l'absence de limitation dans les angles de fabrication : comme la matière fondue repose constamment sur un lit de poudre, le métal fondu ne s'effondre pas dans le vide contrairement à la technique de projection laser FDPL. Vis-à-vis de la FDPL, les états de surface sont globalement meilleurs ( $R_a$  peut descendre en dessous de 10 µm), en raison de la granulométrie des poudres métalliques utilisées (plus fines qu'en FDPL) et des hauteurs par couche réduites (< 0.1 mm contre 0.1 - 1 mm en FDPL). La technique permet d'élaborer de la matière dense, ou avec un taux de porosité contrôlée, qui peut être attractif dans certaines applications. C'est le cas de la SLM d'implants orthopédiques où la bio-intégration = colonisation des prothèses par les cellules peut être favorisée par la présence de porosités ouvertes. Actuellement, les principales applications du procédé de SLM de métaux concernent l'industrie aéronautique et le biomédical. C'est le cas des prothèses dentaires en alliages Cr-Co ou en titane [EMMELMANN 2009].

Au niveau paramétrique [YADROITSEV 2010], la difficulté consiste à trouver des domaines (P, V) stables de construction afin d'éviter en particulier, sur les premières couches d'accroche au niveau du plateau de construction, les phénomènes de « balling » (sphéroidisation de la poudre fondue sous l'effet des tensions superficielles).

Le procédé de SLM est également utilisé sur les polymères, par exemple les semi-cristallins comme le PA6 ou le PA12. On peut noter une distinction importante dans le procédé par rapport aux métaux : la poudre polymère est préchauffée (plateaux chauffants, radiants) juste en dessous de sa température de fusion, avant la fusion laser, qui n'apporte que la puissance nécessaire (quelques W en CO<sub>2</sub>), pour fondre la poudre. La raison en est simple : des fluctuations de température trop importantes entrainent des contraintes thermiques de retrait qui déforment les pièces polymères et empêchent l'établissement d'un régime stable de fabrication [KRUTH 2008]. La plupart des pièces polymères élaborées par SLM ne présentent pas des densités élevées, en raison de la viscosité élevée des polymères liquides, qui limitent la densification par soudage-coalescence des grains.



Figure I-10 : Exemples de pièces élaborées par FSL : implant dentaire en titane [EMMELMANN 2009], pièce aéronautique en polymère PA12 [KRUTH 2008]

## I.3.3. LA FABRICATION DIRECTE PAR PROJECTION LASER (FDPL)

La fabrication directe par projection laser (FDPL) est directement dérivée des traitements de surface par laser avec apport de poudre développés dans les années 70-80 comme les dépôts (laser cladding) et alliages (laser alloying). Cette technique, basée sur l'interaction entre une poudre métallique projetée, et un faisceau laser coaxial, ou non, a été développée à la fin des années 80 essentiellement pour des applications de rechargementréparation de structures métalliques comme les aubages aéronautiques. Depuis, la technique s'est élargie à la fabrication directe, avec des gammes d'application complémentaires de celles de la FSL [ZHU 2012A].

### I.3.3.1. Generalites et mise en œuvre du procede de FDPL

#### I.3.3.1.1. Généralités

Contrairement aux techniques de fusion sélective, la fabrication directe par projection laser (FDPL) utilise l'interaction entre une poudre projetée par buse et un rayonnement laser. La poudre est donc dynamique par opposition au lit de poudre statique de la FSL. Comme dans tous les autres procédés de fabrication additive, l'environnement expérimental est composé d'une commande numérique (CNC), d'un laser, de tables de déplacement (x, y, z), d'un PC de commande doté d'une CAO et d'un contrôle de procédé (Figure I-11). A titre d'information, différentes études récentes ont également étudié avec succès les possibilités de fabrication directe par fusion de fil métallique [BRANDL 2011]. Cette dernière technique présente un réel intérêt en termes de rendement (proche de 100 %), mais reste limitée par les géométries de pièces réalisables.



Figure I-11 : (a) Diagramme schématique de l'environnement expérimental du procédé FDPL, (b) Exemple de pièce élaborée en FDPL chez DMA Laser : Vis d'extrusion



Figure I-12 : Exemples de pièces fabriquées par FDPL ou rechargement laser chez DMA Laser

Dans le principe, la poudre projetée alimente un bain liquide métallique formé par l'interaction laser-substrat (Figure I-13), et entraîne la formation, à chaque passage, d'une couche de matière de hauteur  $\Delta h$ , généralement comprise entre 0.1 et 1 mm. La superposition de couches permet alors de générer une pièce 3D continue, à condition d'assurer un taux de dilution minimum (H- $\Delta h$ ) / H > 1 entre couches successives, donc que la couche (i+1) refonde au moins une partie de la couche i (H étant la hauteur apparente de la zone fondue). Des cycles thermiques de fusion-solidification rapides sont alors mis en œuvre, avec des vitesses de refroidissement à l'interface liquide/solide comprises entre 10 K/s et 10<sup>3</sup> K/s [HOFMEISTER 2001]. Au total, chaque point de la structure élaborée par FDPL est donc soumis à au moins deux cycles de fusion-solidification rapide, suivis par une augmentation progressive de la température moyenne T<sub>moy</sub> (K) en phase solide, qui peut être assimilée à un traitement thermique de recuit (Figure I-14).



Figure I-13 : (a) Vue latérale du procédé de fabrication directe par projection laser (FDPL) avec buse coaxiale : le laser génère une zone fondue dans laquelle sont injectés les grains de poudre, après interaction (laser / poudre), sur une distance d<sub>i</sub> avec le faisceau laser (b) Schématisation du procédé avec les caméras de contrôle



Figure I-14: Cycles thermiques T=f(t) calculés en un point d'un mur en Ti-6Al-4V : présence d'un pic de fusion suivis de pics de recuit, conduisant à une température moyenne  $T_{moy} = 320$  K (deux températures de transformation sont notées : le transus  $\alpha/\beta$  à 1260 K, et la transition solide-liquide à 1920 K) [HOFMEISTER 2001]

#### I.3.3.1.2. Paramètres du procédé

Différents paramètres du procédé conditionnent la fabrication additive par projection laser : des paramètres qu'on peut qualifier du 1<sup>er</sup> ordre [MAISONNEUVE 2006], et des paramètres du second ordre. Parmi ceux du 1<sup>er</sup> ordre, on peut citer :

- Le débit massique moyen de poudre  $D_m$  (g/s), et sa distribution spatiale surfacique  $D_m^*= f(x,y)$  en (g/s.m<sup>2</sup>)
- La puissance laser moyenne P (W) et sa distribution surfacique P (W/m<sup>2</sup>) = f(x,y)
- La vitesse de déplacement V (m/s) = vitesse relative laser / substrat
- Le diamètre du faisceau laser  $d_{laser}(m) = 2r_{laser}(m)$  et celui du jet de poudre  $d_{jet}(m)$  au niveau de la zone d'interaction.

Ces paramètres, et certains autres combinés, comme la densité de puissance laser I (W/m<sup>2</sup>) = P / ( $\pi r_{laser}^2$ ) ou la densité volumique d'énergie  $\Gamma$  (J/m<sup>3</sup>) = I/V, conditionnent à eux seuls l'interaction laser – poudre – zone fondue et la croissance des couches. Cependant, d'autres paramètres jouent un rôle non négligeable. C'est le cas :

- Des propriétés de la poudre, et en particulier de son aptitude à l'écoulement, la morphologie des grains (sphérique ou non), et sa distribution de taille. Les grains de la poudre projetée sont distribués selon un histogramme de taille ( $\% = f(d_{poudre}(\mu m))$  qui conditionne à la fois la forme des jets et la rugosité des surfaces;
- De l'utilisation ou non d'un temps de pause  $t_p$  (s) entre couches, permettant d'éviter les dérives thermiques, en particulier lorsqu'on travaille avec des longueurs L (m) et des hauteurs  $\Delta h$  de couches réduites, qui favorisent l'apparition de dissymétries thermiques;
- Des propriétés du jet (gaz vecteur + poudre), et de la vitesse  $V_{Ar}$  (m/s) de l'écoulement;
- De la protection gazeuse : enceinte contrôlée (machine Optomec Lens 450) ou protection locale avec débit gazeux (m<sup>3</sup>/s) variable;
- Des conditions de défocalisation du faisceau laser par rapport au jet de poudre. Des études récentes sur le sujet ont montré qu'une défocalisation laser négative (point focal laser au-dessous du substrat) permettait de stabiliser la croissance des couches [YAKOVLEV 2005] et [MAISONNEUVE 2006] ;
- De la distance d'interaction d<sub>i</sub> laser-poudre sur laquelle le rayonnement interagit directement avec les grains de poudre projetés.

A tous ces paramètres du procédé, il convient d'ajouter :

- ceux liés aux propriétés thermo-physiques de la poudre et du substrat à l'état solide : conductivité thermique k (W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>), chaleur massique  $c_p$  (J.Kg<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>), ou à l'état liquide (viscosité dynamique  $\eta$  (Pa.s), tensions superficielles  $\sigma$  (N/m), coefficient thermocapillaire  $\gamma=d\sigma/dT$  (N.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>));
- Ceux liés aux propriétés des zones fondues (surface d'interaction jet de poudre / zone fondue).

Tous ces paramètres vont fortement conditionner l'histoire thermique et la géométrie de la pièce fabriquée. L'ensemble des paramètres d'entrée et de sortie associés au procédé sont résumés en Tableau I-1.

| Paramètres d'entrée   | Paramètres de sortie  |
|---|---|
| 1 <sup>er</sup> ordre   | Critères géométriques   |
| <b>P</b> : puissance laser (W)                                | H : hauteur apparente de la zone fondue ZF (mm)   |
| <i>V</i> : vitesse de balayage (mm/min)                       | L : longueur apparente de la ZF (mm)  |
| <i>Dm</i> : débit de poudre (g/min)                           | e : épaisseur du mur et largeur de la ZF (mm)   |
| 1 <sup>er</sup> ordre (régime pulsé) :                        | $\Delta h$ : hauteur ajoutée par couche   |
| <b>f</b> : fréquence laser                                    | S : surface apparente de la ZF (mm <sup>2</sup> )   |
| $\tau$ : durée d'impulsion                                    |   |
| $P_c$ : puissance crête                                       | Critères d'état de surface :  |
| 2 <sup>ième</sup> ordre                                       | Oxydation superficielle : (plaque d'oxyde)  |
| <i>DefocL</i> : défocalisation laser (mm)                     | Rugosité globale (non filtré) (R <sub>a, nf</sub> , R <sub>p, nf</sub> , R <sub>t, nf</sub> ) |
| <b>DefocP</b> : défocalisation poudre (mm)                    | Micro-rugosité (granulométrie) (R <sub>a</sub> , R <sub>p</sub> , R <sub>t</sub> ) et         |
| <b>D</b> <sub>laser</sub> : diamètre faisceau laser (mm)      | ondulation $(W_a, W_p, W_t)$  |
| $\mathbf{t}_{\mathbf{p}}$ : temps de pause entre deux couches |   |
| <b>r</b> <sub>jet</sub> : rayon faisceau poudre (mm)          | Métallurgie   |
| $W_d$ : distance de travail (mm)                              | Phases cristallographiques, microstructure, défauts   |
| <b>d</b> <sub>i</sub> : distance d'interaction laser-poudre   | Propriétés mécaniques   |
| $\Delta z$ : incrément de montée en Z (mm)                    | Micro et macro-dureté Vickers, contraintes  |
| Dp: débit gaz porteur poudre = 5,5 l/min                      | résiduelles, propriétés mécaniques statiques et   |
| Dg1: débit gaz protecteur interne = 2 l/min                   | cycliques   |
| Dg2: débit gaz protecteur externe = 20 l/min                  | Critères économiques  |
| Caractéristiques de la poudre                                 | <b>Rm</b> : rendement massique pesé (%)   |
| Type de buse  | t <sub>const</sub> : temps de fabrication   |
| Nature du gaz porteur et protecteur                           | V <sub>const</sub> :vitesse de construction   |

#### Tableau I-1 : Récapitulatif des paramètres d'entrée et de sortie du procédé de projection laser

### I.3.3.2. MODELISATION PHYSIQUE DU PROCEDE DE FDPL

La modélisation multi-physique du procédé de FDPL, qui fait l'objet d'un nombre croissant de publications, peut être séparée en plusieurs sous-problèmes :

- (1) le calcul de l'écoulement diphasique gaz vecteur / poudre, et de l'interaction poudre laser;
- (2) le calcul morphologique thermique et thermo-hydrodynamique de la fabrication additive, et du comportement des zones fondues ;
- (3) le calcul métallurgique et mécanique des structures fabriquées.

Ces modélisations permettent de bien comprendre l'influence de la plupart des paramètres « procédé » sur les conditions de projection de la poudre et de construction de la matière métallique.

I.3.3.2.1. La projection de poudre, l'écoulement diphasique et l'interaction laser- poudre

Différents auteurs ont proposé des modèles analytiques ou numériques pour prédire la forme des jets de poudre, et l'interaction avec le faisceau laser. On peut ainsi citer :

- pour les modèles analytiques : [LEMOINE 1993], [FU 2002], [NETO 2002], [LIU 2005B],
   [LIU 2005A], [PINKERTON 2007], [PARTES 2009], [YANG 2009], [YANG 2006A], [YANG 2006B]
   [KOVALEVA 2011B] et[TABERNERO 2012]
- pour les modèles numériques : [LIN 1999B], [PAN 2005], [LI 2007], [ZEKOVIC 2007], [WEN 2009],
   [IBARRA-MEDINA 2010], [KOVALEV 2011], [TABERNERO 2010] et [ZHU 2011]

L'utilisation de codes numériques adaptés aux calculs de dynamique des fluides a permis à différents auteurs de calculer la forme et l'écoulement diphasique des grains de poudre + gaz vecteur + jets de gaz périphériques pour

des configurations de buses coaxiales [WEN 2009] ou hors axe [ZEKOVIC 2007], et en considérant les dimensions précises des buses.

[JOUVARD 1997B] a mis en place un modèle analytique simplifié pour calculer la température de la particule avant l'arrivée à la ZF (zone fondue), et qui considère que toutes les particules sont à la même température.

Un modèle 3D de jet de poudre hors-axe sans interaction avec le laser, et sans interaction inter-particules, a été développé sur le code Fluent par [ZEKOVIC 2007], en ajoutant un modèle d'écoulement turbulent aux équations de conservation de la masse et de la quantité de mouvement (Navier Stokes). Ce modèle permet de décrire le comportement du jet depuis sa sortie de la buse jusqu'à son interaction avec le substrat solide ou la zone fondue. En sortant de la buse, l'écoulement gaz-poudre décélère peu à peu sans changer de direction jusqu'à la zone de concentration maximale, en forme de sablier (bien reproduite par le modèle). Lors de l'arrivée du jet diphasique au niveau du substrat, la poudre rebondit (substrat solide) ou est absorbée (zone fondue), réduisant la densité de poudre au-dessus de la zone fondue (Figure I-15).

Plus récemment, toujours en configuration coaxiale, le modèle de [WEN 2009] permet de calculer à la fois la forme du jet de poudre, et la température des grains issue de l'interaction laser-matière au sein du jet, dans le cadre d'une poudre de stellite (alliage base cobalt). Le mouvement des particules au sein du fluide est défini par un coefficient d'entraînement, dépendant du nombre de Reynolds Re, et du rapport d'aspect  $\Psi$  des particules par rapport à une référence sphérique ( $\Psi$  = rapport des surfaces de particules réelles par rapport à des particules sphériques, à volume équivalent). L'interaction particule – jet de gaz est considérée à travers le nombre de Stokes St qui caractérise l'aptitude d'un grain de poudre à réagir à des changements rapides d'écoulement gazeux. Ainsi, un grain de poudre plus lourd réagira moins à des fluctuations d'écoulement gazeux qu'un grain léger. Au final, pour les poudres considérées dans [WEN 2009], St > 1, et les grains de poudre sont suffisamment gros pour ne pas subir de fluctuations chaotiques dans le jet.

$$St = \frac{1}{18} \cdot \gamma_d^2 \cdot \gamma_\rho. Re$$
  
Avec  $\gamma_d^2 = d_{\text{poudre}}/d_{\text{iet}}$  et  $\gamma_\rho = \rho_{\text{poudre}}/\rho_{\text{gaz}}$ 



Figure I-15 : Interaction d'un jet de poudre hors-axe avec une paroi d'épaisseur finie (a) solide avec ricochets de la poudre (b) liquide avec absorption de la poudre et réduction de la concentration massique au-dessus du mur [ZEKOVIC 2007]

Dans [QI 2006], à partir d'un modèle analytique simplifié, les auteurs aboutissent à une expression de l'échauffement des particules en fonction de la distance d'interaction laser-matière d<sub>i</sub> et du diamètre des particules d<sub>grain</sub>. Le jet de poudre est modélisé par une concentration volumique  $N(m^{-3}) = N_{max} exp(-2r^2/r_{jet}^2)$ , et

l'atténuation du laser à travers le jet, par une fonction de Beer-Lambert  $I(r,l) = I_0(r,l) exp(-\sigma_{poudre}.N.l)$  avec  $\sigma_{\text{grain}} =$  surface projetée d'une particule et l (m) = longueur axiale de propagation. Au final, l'échauffement  $\Delta T$  des particules absorbant le rayonnement laser est calculé par l'équation bilan suivante :

I (r, l) 
$$\alpha_{\text{poudre}} \pi r_{\text{poudre}}^2 \cdot \frac{d_i}{V_p} = \frac{4}{3} \cdot \pi r_{\text{poudre}}^3 \cdot \rho_{\text{poudre}} \cdot c_p \cdot \Delta T$$
 Équation I-8

Avec  $r_p$ ,  $V_p$  et  $\rho_{poudre}$  = rayon, vitesse et densité d'un grain de poudre



Figure I-16 : (a) Simulation numérique (Fluent) de la focalisation d'un jet de poudre de stellite ( $D_m = 3 \text{ g/min}$ ), (b) mesures de température des particules au niveau du plan focal poudre par caméra thermique [WEN 2009]

D'autres auteurs ont également, après validation expérimentale de la forme des jets de poudre et de la concentration volumique N (kg/m<sup>3</sup>) en particules dans le jet, calculé numériquement l'échauffement des particules lors de leur temps de vol au contact du faisceau laser [WEN 2009]. Si les particules ont globalement la même vitesse entre la sortie de buse et le substrat, leur distance de parcours, donc leur temps d'interaction avec le faisceau laser diverge assez nettement. Les températures des particules se situent donc dans une large gamme, selon que leur trajectoire est centrale par rapport au faisceau laser, ou plutôt périphérique (Figure I-16 (b)), et aussi selon leur diamètre qui est intégré dans les modèles sous forme d'une distribution quasi-Gaussienne.

#### I.3.3.2.2. Les modèles morphologiques et thermiques solides

Un très grand nombre de modèles analytiques ou numériques de « cladding » (dépôt de matière par fusion de poudre projetée) a été proposé depuis le début des années 90 [HOADLEY 1992] et [PICASSO 1994B], afin de prédire la géométrie des couches projetées, mais également les champs de température, avec ou sans prise en compte du comportement fluide du matériau.

Au niveau numérique, l'apport de matière (la formation des couches) peut être pris en compte par différentes méthodes dans le cadre de la fabrication directe :

- l'activation itérative de blocs d'éléments solides de taille pré-définie [LABUDOVIC 2003] [WANG 2008];
- l'utilisation de fonctions créneaux de conductivité k(x,y,z,t) permettant de simuler l'évolution d'un front de matière dont les dimensions (hauteur-largeur) sont pré-définies [PEYRE 2008];

- l'utilisation d'une fonction de niveau level-set permettant de simuler le mouvement des interfaces dans un maillage fixe à une vitesse dépendant du débit massique local  $D_m^*$  (g.s<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>) [QI 2006] [WEN 2010];
- l'utilisation d'un maillage mobile ou formalisme ALE (Arbitraire Lagrangien Eulérien) permettant de déplacer une frontière libre en fonction d'un débit massique local;
- l'utilisation d'une fonction de niveau « level-set », permettant de déplacer une frontière mobile au sein d'un maillage fixe, en intégrant la contribution du débit massique surfacique.

[FRENK 1997] a travaillé sur un modèle simple pour prendre en compte l'atténuation du laser par le jet de poudre, et ainsi corriger l'énergie apportée par le laser à l'interface de la ZF.

[HOADLEY 1992] s'est contenté d'un modèle de conduction thermique simple pour déterminer les champs de température, et il montre que la hauteur de la couche  $\Delta$ h augmente avec l'énergie linéique et que plus la vitesse est faible plus le temps de stabilisation de la température du substrat est longue. [PICASSO 1994B] a utilisé un modèle qui, à partir de la hauteur par couche voulue, donne la vitesse et le débit nécessaire à puissance constante.

[JOUVARD 1997A] ont travaillé sur un modèle analytique qui détermine la température du substrat, en tenant compte de : l'énergie absorbée par la poudre, l'énergie absorbée par le substrat et l'atténuation du faisceau laser par le jet de poudre.

Un peu plus tard, des évolutions dans les simulations du procédé ont été faites et des modèles thermiques de prédiction de géométrie sont apparus.

La prédiction des géométries des couches formées a déjà été effectuée avec des modèles simplifiés de couplage poudre / zone fondue [TOYSERKANI 2003] et [FATHI 2006], puis plus récemment, grâce à une approche couplant une simulation numérique des tailles de zones fondues, avec un modèle analytique simplifié considérant l'apport de matière local  $D_m^*$  (g.s<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>) [PEYRE 2008], donc la distribution réelle de poudre projetée. Le modèle utilise une équation d'accumulation locale de poudre  $\Delta h_{ij}$  en chaque élément (i,j) de la zone fondue, dépendante de la longueur de chaque élément  $\Delta l$ , et de la vitesse de déplacement V (Tableau I-2). Dans un second temps, on fait la somme des contributions élémentaires sur toute la zone fondue, ce qui permet de calculer une hauteur moyenne  $\Delta h$ . Ce modèle présente l'intérêt de considérer la distribution locale de poudre, contrairement à un modèle antérieur [TOYSERKANI 2003] qui, avec une formulation quasi-similaire considérait un débit massique moyen (Tableau I-2). Dans tous les cas, on considère un temps d'accumulation de la poudre dans la zone fondue qui dépend du rapport entre la longueur de zone fondue et la vitesse V.

| [TOYSERKANI 2003]  | [Peyre 2008]                                       |
|--|--|
| $\Delta h = \frac{D_{m}^{0} \cdot \Delta t}{\rho \cdot A_{ZF/JP}}$ | $\Delta h_{ij} = \frac{D_m * .\Delta l}{\rho . V}$ |

 $D_m^{\ 0}(kg.s^{-1}.m^2) = d\acute{e}bit$  massique surfacique moyen,  $D_m^*(kg.m^{-2}.s^{-1}) = d\acute{e}bit$  massique surfacique local,  $\Delta l(m) = taille$  des éléments de zone fondue discrétisés,  $\rho = masse$  volumique de la poudre  $(kg.m^{-3})$ ,  $A_{ZF/JP} = Surface$  d'interaction zone fondue – jet de poudre  $(m^2)$ , V(m/s) = vitesse d'avancée,  $\Delta h = hauteur$  par couche moyenne (m),  $\Delta h_{ij} = contribution locale à la$ hauteur par couche <math>(m)

#### Tableau I-2 : Modèles analytiques de calcul des hauteurs par couche en FDPL

[KUMAR 2012] a développé un modèle 2D transverse pour comparer l'évolution de la hauteur par couche  $\Delta h$  en fonction de l'énergie linéique (vitesse de balayage et puissance) ainsi que sa distribution spatiale pour un mur en

Inconel® 625 fabriqué sur un substrat en 316L. Ils montrent alors : (1) qu'à faible vitesse et à cause de la diminution de l'énergie linéique et de la masse linéique, les zones fondues ainsi que les dimensions résiduelles du mur sont plus faibles, (2) quand on utilise une distribution laser mixte, (une distribution laser presque plate au centre de la tache laser et des bords lissés [KUMARA 2008] et [MORVILLE 2012A]), les couches déposées deviennent plus larges et moins épaisses.

Plus récemment, un modèle simplifié, appliqué à un acier inoxydable 316L, [CHEIKH 2012] a également permis, en considérant la zone fondue comme un disque plus ou moins enfoncé dans le substrat, de reproduire l'évolution de la première couche de matière en fonction des paramètres (P, V, D<sub>m</sub>).

Au final, les différentes études numériques « solides », souvent réalisées sur des codes de calcul industriels (ANSYS, ABAQUS, COMSOL), permettent de calculer la température en tout point du massif en construction au cours du temps T=f(x,y,z,t). Ceux-ci sont correctement validés par l'expérience (mesures de température par thermocouples, ou évolutions des tailles des zones fondues). Elles permettent alors d'envisager des calculs thermo-mécaniques [LONGUET 2006].



Figure I-17 : Modèle thermique-morphologique de calcul des dimensions des parois en FDPL [PEYRE 2008] : (a) calcul éléments finis (EF) des limites des zones fondues, (b) solution transitoire du champ 3D de température (alliage Ti-6Al-4V, 400 W – 0.4 m/min)

#### I.3.3.2.3. Les modèles thermo-métallurgiques et thermo-mécaniques

Connaissant l'historique thermique en chaque point de la structure, il est possible d'appliquer des modèles métallurgiques et mécaniques plus ou moins couplés permettant de calculer :

- la microstructure des grains (colonnaire ou équiaxe) ou des dendrites (espacements interdendritiques) et leur évolution locale avec les paramètres du procédé, via le calcul des données thermiques locales (gradient thermique G (K/m), vitesse de solidification V<sub>s</sub> (m/s)) à proximité du front de solidification. C'est le cas de [BONTHA 2006B] qui a établi des cartographies de microstructures pour le Ti-6Al-4V permettant d'associer un type de grain à un couple de paramètres (G/V<sub>s</sub>) (Figure I-18). C'est également le cas de [YIN 2010], qui grâce à la résolution couplée de l'équation de la chaleur et de l'équation de conservation de la masse (du soluté) entre les phases liquide et solide, aboutit à une prédiction des tailles de dendrites sur un acier Fe - 0.16C.
- les déformations et contraintes résiduelles résultant de l'opération de FDPL. Ainsi [LONGUET 2006] a utilisé un modèle viscoplastique complexe, intégrant les transformations de

phase (solide => liquide et  $\alpha => \beta$ ) du titane, et permettant le calcul des contraintes induites sur un mur fabriqué par une cinquantaine de couches de FDPL.

Différentes comparaisons de résultats numériques et expérimentaux ([MANVATKAR 2011] et [AHSAN 2011]), montrent que des calculs thermo-métallurgiques solides donnent des vitesses de refroidissement trop importantes, donc une microstructure plus fine par rapport à la réalité (effet de l'hydrodynamique du bain liquide BL).

Rares sont les approches numériques permettant de calculer complètement le procédé en intégrant toutes ses composantes (interaction laser-poudre, apport de matière, thermique, hydrodynamique, métallurgie, mécanique). De telles approches numériques sont actuellement limitées, pour les modèles 3D, à une ou deux couches de matière, et sur des géométries simplifiées de type mur. De même, aucune approche numérique n'a traité de l'influence de l'hydrodynamique des zones fondues sur les états de surface des murs construits.



Figure I-18 : Cartographies de microstructure pour le Ti-6Al-4V : les grains équiaxes sont obtenus pour des rapports G/V<sub>s</sub> (V<sub>s</sub> est noté R dans cette étude) faibles contrairement aux grains colonnaires [BONTHA 2006A]

#### I.3.3.2.4. Apport des simulations thermo-hydrodynamiques

La prise en compte des aspects thermo-hydrodynamiques dans la simulation des procédés de fusion laser est essentielle à la fois dans la prédiction des géométries des couches formées (largeur et hauteur par couche), mais également dans celle de la thermique locale (autour et dans la ZF). Plusieurs publications ont ainsi étudié l'influence des mouvements fluides sur la forme de la zone fondue métallique [CHANDE 1984], [CHAN 1988], [BABU 1990], [PICASSO 1991], [BERJEZA 1998], [EHLEN 1998], [EHLEN 2003] et [WINKLER 1998]. La compréhension de tels phénomènes est d'une importance primordiale pour le procédé FDPL, puisque les mouvements fluides déterminent la forme du bain liquide, les gradients thermiques, la métallurgie de la pièce, ainsi que la stabilité du procédé et donc la forme finale de l'objet [BECKERMANN 1988], [BECKERMANN 1996]
et [TAKATANI 2000]. La raison en est simple : les gradients thermiques très importants induits par la formation d'une ZF de dimension réduite (1 - 5 mm), entraînent l'établissement d'une convection thermocapillaire intense (de type Marangoni) qui homogénéise les champs de température en zone fondue, mais peut modifier fortement la largeur et la profondeur des ZF (en particulier pour la valeur absolue des coefficients  $d\sigma/dT$  (N.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>) élevés).

Le premier modèle thermo-hydraulique du procédé de fabrication a été proposé en 1994 par [PICASSO 1994A] à partir d'un modèle thermique antérieur [HOADLEY 1992]. [PICASSO 1994A] confirme la déformation significative du substrat par les effets de Marangoni pour les faibles vitesses d'avancée. Plus tard, [HAN 2004] a proposé un modèle thermo-hydraulique de rechargement d'acier 304L, et a montré que pour une vitesse d'avancée faible (V=0.76 m/min), l'arrivée de la poudre dans le bain liquide perturbe les mouvements fluides et les fluctuations de celui-ci.

D'autre études paramétriques ont eu pour but d'optimiser le procédé, comme le modèle de [CHOI 2005] qui a déterminé un intervalle de puissance optimal délimité par la puissance minimale pour créer une zone fondue (ZF), et la puissance maximale au-dessus de laquelle le bain liquide devient instable et la construction non homogène.

[HE 2007] a fait un modèle 3D qui traite la diffusion des espèces chimiques (carbone d'un substrat en acier H13) sous l'effet des mouvements thermocapillaires lors du dépôt de deux couches côte à côte. [KUMAR 2009] a également montré qu'un coefficient thermocapillaire négatif entraîne des bains liquides peu profonds en FDPL, contrairement à un coefficient thermocapillaire positif qui tend à rétracter le bain liquide et à l'approfondir. Dans le même registre, on peut également citer [MOKADEM 2004] qui a étudié l'effet du signe du coefficient thermocapillaire dans un modèle 3D monocouche.

[KONG 2010] a présenté un modèle hydrodynamique multicouche (2D) dans lequel il étudie la distribution de température dans le mur et il explique aussi les bosses formées sur les côtés du mur qui sont dues à une température plus élevée dans ces zones.

Parmi les rares qui ont fait un modèle thermohydraulique 3D et multicouche à la fois, on cite [WEN 2011] qui a travaillé sur un substrat en acier 1018 et une poudre 316L + TiC. Le but du travail était de comprendre le comportement des particules TiC dans la zone fondue et ils ont conclu que grâce aux mouvements de Marangoni, les particules de TiC sont réparties d'une façon homogène et donnent donc de meilleures propriétés mécaniques au substrat.

Dans le cadre du projet ASPECT, la thèse de S. Morville [MORVILLE 2012A] a réalisé les simulations numériques 2D multicouches et 3D monocouche du procédé de FDPL en y intégrant systématiquement les aspects thermo-hydrauliques, et en particulier la convection de Marangoni. Nous nous réfèrerons régulièrement aux résultats numériques de ces travaux, afin de les confronter à nos résultats expérimentaux.

Enfin, beaucoup d'autres études se sont intéressées aux aspects métallurgiques et aux calculs des contraintes comme [LABUDOVIC 2003], [GHOSH 2005], [ALIMARDANI 2007] et [ALIMARDANI 2010], des aspects mécaniques [MALINOV 2001], [MALINOV 2000], [KELLY 2004B], [KELLY 2004A], [GUO 2005], [BONTHA 2006B], [JULIEN 2008], [FOROOZMEHR 2009], [KUMAR 2009], [ROY 2006], [KUMAR 2006], [THIVILLON 2009] et [NOVICHENKO 2011]



Figure I-19 : Modèle thermo-hydrodynamique 3D de la FDPL appliqué à la fabrication de trois couches de composite 316L – TiC [WEN 2011].

## I.4. CONTEXTE DE LA THESE : LES PROBLEMES D'ETATS DE SURFACE EN FABRICATION DIRECTE PAR PROJECTION LASER

## I.4.1. RESULTATS ANTERIEURS

Rares sont les études qui ont traité spécifiquement des problèmes d'états de surface induits par les procédés de fabrication directe. Un certain nombre d'études [MAISONNEUVE 2006] et [PINKERTON 2003] ont pris la peine de quantifier les rugosités des surfaces élaborées, mais sans véritable souci de compréhension ou d'optimisation des états de surface. A partir des études antérieures, on peut néanmoins rappeler un certain nombre de données concernant la variation des états de surface avec les paramètres du procédé, qui permettront de mieux situer les objectifs de cette thèse.

Globalement, si on considère les deux procédés de fabrication directe par laser : la fusion sélective (FSL) et la projection laser (FDPL), c'est le premier des deux qui est censé conduire aux meilleurs états de surface, la FDPL étant généralement considérée comme un procédé plus " grossier " destiné à élaborer des ébauches de pièces, obligatoirement ré-usinées dans une étape finale de parachèvement.

Ainsi, [MAISONNEUVE 2006] met en évidence des rugosités arithmétiques  $R_a$  minimales de l'ordre de 15 µm en FDPL et de l'ordre de 10 µm en FSL, avec des poudres de Ti-6Al-4V. Cette différence est attribuée au diamètre des grains de poudre, 2 fois plus petit en FSL (environ 20 µm contre 40 µm en FDPL), et à la hauteur  $\Delta h$  des couches formées, inférieure à 100 µm en FSL, soit 2 à 10 fois plus faible qu'en FDPL. Les meilleurs états de surface sont en moyenne obtenus pour les couches les plus fines, correspondant à des débits massiques faibles et des vitesses V élevées. A paramètres équivalents, elle met également en évidence de meilleurs états de surface sur l'Inconel 718 (base Nickel) après FDPL, sans réelle explication physique.

## I.4.1.1. EFFET DES PARAMETRES PROCEDES SUR LES ETATS DE SURFACE

Différentes études indiquent que plus les vitesses sont importantes, plus le bain liquide est stable, et meilleurs sont les états de surface. Mais, quand la vitesse augmente, il est cependant nécessaire de maintenir un certain niveau de température pour atteindre la température de changement de phase et maintenir cet état de fusion. La puissance laser est donc augmentée avec la vitesse de déplacement pour satisfaire cette condition. A travers ces différentes constatations, [ALIMARDANI 2012] montre qu'une puissance laser et une vitesse de déplacement élevées avec un dépôt de matière faible (faible  $D_m$ ) donnent forcément un bon état de surface. Cette étude reste néanmoins qualitative, l'évolution de l'état de surface n'étant pas mesurée et le comportement des zones fondues pas étudié.

Dans ce même contexte, [HOADLEY 1991] a également constaté qu'à faible vitesse (V=0.2 m/s), la trace laissée par l'avancée du bain liquide ( $\approx$  bandes de solidification) est plus marquée. Il explique ce résultat par l'effet de la vitesse de refroidissement (l'avancée du front de solidification) et l'instabilité de la zone fondue. Une autre étude [SYED 2005] confirme ce résultat (état de surface s'améliore avec l'augmentation de V) mais l'explique autrement : quand la vitesse est faible, l'apport de matière devient plus important et moins régulier, ce qui perturbe les gradients thermiques et affecte la stabilité de l'écoulement thermocapillaire.

Une autre étude [PINKERTON 2005] a montré que de meilleurs états de surface sont obtenus pour des débits massiques linéiques  $D_m/V$  faibles mais sans donner d'explication physique.

[PI 2011] explique que les principaux défauts de surface sont dus à l'hétérogénéité de la distribution de chaleur dans la pièce, et que cela peut être amélioré en appliquant une stratégie de construction à vitesse variable pour des dépôts côte à côte.

## I.4.1.2. INFLUENCE DE LA POSITION DU PLAN FOCAL POUDRE (PFP) ET DU PLAN FOCAL LASER (PFL)

Dans [MAISONNEUVE 2008], une étude de l'influence de la position du travail (en dessous, au-dessus ou au niveau du plan focal poudre (PFP)) a été faite pour améliorer le rendement massique, la stabilité du procédé et l'état de surface. Cette étude montre logiquement que la position optimale consiste à travailler : (1) soit au niveau du plan focal poudre (PFP), afin de réduire au maximum le diamètre du jet, (2) soit légèrement en dessus afin de créer une auto régulation du procédé permettant de repositionner le substrat au niveau du plan focal poudre (PFP), pour un plan de travail laser fixe.



Figure I-20 : FDPL en régime coaxial. Position des points focaux du laser (PFL) et du jet de poudre (PFP)

Cette notion d'auto régulation du procédé a aussi fait l'objet de l'étude de [YAKOVLEV 2005]. Selon lui, lorsqu'on positionne le substrat en dessous du PFP, les particules interagissent plus longtemps avec le laser avant d'arriver au bain liquide. L'intensité globale absorbée par la matière devient donc plus importante, ce qui augmente la quantité de matière fondue, crée une instabilité du procédé et détériore les états de surface. Travailler au-dessus du PFP permet de diminuer la quantité de matière fondue injectée dans le bain liquide, diminue les hauteurs par couche  $\Delta h$  et améliore l'état de surface. Ces interprétations ne sont pas complètement convaincantes car le volume total fondu n'est pas censé varier avec la position du PFP.

[ZHU 2012B] et [PI 2011] ont confirmé cet effet de la position du substrat par rapport au PFP vis-à-vis de l'état de surface d'un acier 316L, et ont mis en évidence une amélioration de l'état de surface des murs quand le substrat est au-dessus du PFP.

[YAKOVLEV 2005] et [ZHU 2012B] ont également étudié l'effet de la position du PFL (plan focal laser) sur l'état de surface et ont trouvé deux résultats contradictoires : (1) [YAKOVLEV 2005] montre que le substrat doit être au-dessus du PFP et du PFL (le plan focal laser doit être sous la surface de construction) pour avoir un meilleur état de surface et pour forcer l'auto régulation de  $\Delta$ h) (2) [ZHU 2012B] montre que le substrat doit être au-dessus du PFP mais en dessous du PFL (le plan focal laser doit être dans l'espace de la poudre projetée) pour avoir un meilleur état de surface.

## I.4.1.3. EFFET DE LA HAUTEUR PAR COUCHE SUR LES ETATS DE SURFACE (CLADDING)

La hauteur par couche a un effet direct sur les états de surface obtenus en régime de cladding. Une couche présente une ondulation, associée à un rayon de courbure. Plus la hauteur par couche est réduite et le rayon de courbure est petit, plus l'état de surface est favorable.

Dans ce contexte, [KULKARNI 1996], [MAJHI 1999] et [ZHANG 2007] ont publié des travaux dans lesquels ils envisagent différents moyens pour réduire les hauteurs par couche  $\Delta$ h. [ZHANG 2007] explique ce résultat par un modèle géométrique simple (Figure I-21 (d)) et montre expérimentalement que les hauteurs par couche augmentent avec la puissance laser, le débit massique, l'inverse du diamètre du spot et l'inverse de la vitesse de

balayage. [ZHANG 2007] montre aussi que plus les passes de construction sont rapprochées, plus l'état de surface s'améliore Figure I-21 (a, b, c).



Figure I-21 : Etats de surface en fonction des largeurs de dépôt par couche (a) e = 2.1 mm (b) e = 1.7 mm (c) e = 1.3 mm (d) Schéma explicatif de l'effet de la distance entre les couches sur la rugosité des pièces construites [ZHANG 2007]

## I.4.1.4. EFFET DES PARTICULES SUR LES ETATS DE SURFACE

Il est évident que l'état (solide ou liquide) et la taille des particules influent sur les états de surface (la microrugosité R due à l'effet des agglomérations de particules). Quelques études ont été menées pour comprendre la trajectoire des particules, leurs interactions avec le laser et leurs possibilités de contribuer au mauvais état de surface des pièces fabriquées par FDPL. Dans ce contexte [PICASSO 1994A] a considéré que la particule contribue à la rugosité : (1) quand elle arrive partiellement ou complétement fondue et se colle sur le substrat solide, (2) quand elle arrive à l'état solide dans le bain liquide, mais, qu'elle ne fond pas pendant son temps de parcours dans le bain liquide.

[TAN 2012] a montré qu'il est possible de réduire la rugosité liée aux particules agglomérées en augmentant leurs vitesses. Cette étude expérimentale et qualitative montre qu'en travaillant à débit de gaz porteur plus important, donc à vitesse de particules supérieure, les particules ont moins de chance de se coller sur le substrat solide.

## I.4.1.5.INFLUENCE DU CONTROLE DE PROCEDE SUR LES ETATS DE SURFACE

[LIU 2004] a prouvé que l'utilisation d'un système de contrôle de procédé permet d'améliorer considérablement les états de surface. En effet, la boucle de régulation fait en continu, une acquisition de la distance de travail, de la hauteur par couche et du volume de bain liquide. Une fois ces informations enregistrées, une mise à jour en temps réel de la vitesse de balayage est effectuée, ce qui permet une meilleure stabilité du bain liquide et des dimensions du mur fabriqué, et donc assure de meilleurs états de surface.

[MAZUMDER 2000] a comparé la fabrication d'un cylindre creux par FDPL, avec et sans boucle de contrôle sur la valeur de  $\Delta$ h. Ils obtiennent alors un cylindre beaucoup plus lisse et stable avec la boucle de contrôle.

### I.4.1.6. EFFET DU REGIME PULSE SUR LES ETATS DE SURFACE

L'utilisation du régime pulsé dans la FDPL est un concept assez récent. Récemment [SHAH 2010] a montré l'intérêt d'un régime pulsé sur les états de surface obtenus avec une poudre d'Inconel® 718 et un substrat Ti-6Al-4V. Cette étude montre une amélioration de la stabilité de l'état de surface avec le régime pulsé avec un débit massique de poudre élevé, qui permet de stabiliser la zone fondue.

Dans une étude antérieure [PINKERTON 2003] montre une amélioration très modérée des états de surface lors de l'utilisation d'un régime pulsé (durée d'impulsion 20 ms) sur l'alliage 316L, qu'il explique essentiellement par une réduction des hauteurs par couche. Dans un même registre, [YAKOVLEV 2005] montre l'intérêt d'un éclairement laser Nd :YAG pulsé (P=80 W,  $d_{laser}$ =200  $\mu$ m,  $\tau_{laser}$ =0.7 ms) par rapport à un laser CO<sub>2</sub> quasicontinu (P=90 W,  $d_{laser}$ =120  $\mu$ m), pour améliorer les états de surface et ce, à hauteur de couche  $\Delta$ h quasiment équivalente (autour de 70  $\mu$ m). L'explication avancée concerne la hauteur réduite des zones fondues générées lors de chaque impulsion, et la limitation du nombre de particules partiellement fondues. Cette explication est reprise par [ALIMARDANI 2012] en considérant la FDPL d'un acier inoxydable 303L. Il montre alors que, à puissance identique, des vitesses élevées conduisant à des couches fines, conduisent à de meilleurs états de surface (Figure I-22).

Enfin, différentes résultats du CNRC (Canada) semblent indiquer la possibilité d'obtenir une diminution significative des rugosités par l'utilisation d'un régime pulsé [XUE 2011]. Des valeurs de Ra proches de 2 µm sont mentionnées sur des aciers à outils ou des superalliages base-nickel (Figure I-23), mais les conditions précises de mise en œuvre du procédé de FDPL ne sont pas précisées.

Tous ces résultats permettent de se faire une idée globale des conditions d'optimisation des états de surface, mais sans une étude systématique de l'influence des paramètres procédé, des propriétés des zones fondues, et des propriétés des matériaux. Par ailleurs, beaucoup d'autres paramètres n'ont jamais été considérés comme potentiellement influents (distribution de puissance du laser, nature du gaz vecteur, pourcentage d'oxygène localement ...). Enfin, la recherche d'un état de surface optimum n'a jamais été un véritable objectif, comparé à l'optimisation de la microstructure ou du comportement mécanique. C'est dans ce contexte général que s'inscrit notre étude.



Figure I-22 : Etats de surface obtenus sur 303L par FDPL (Dm= 2 g/min, P = 320 W) [ALIMARDANI 2012] – Influence de la vitesse V



Figure I-23 : Exemples de pièces élaborées par FDPL en régime pulsé : (a) insert conique en In625, (b) rechargement d'aubes de turbine en In718 avant et après sablage ( $R_a=2.7 \mu m$ ) [XUE 2011]

## I.5. BILAN ET OBJECTIFS DE LA THESE

Cette revue bibliographique a permis de mettre en évidence un manque de compréhension globale des mécanismes physiques conditionnant les états de surface des pièces élaborées par FDPL. Certains paramètres sont cependant reconnus comme bénéfiques vis-à-vis des états de surface, comme la réduction des hauteurs par couche  $\Delta h$ , ou l'utilisation de poudres plus fines. Différents auteurs ont également montré avec plus ou moins de succès l'intérêt d'utiliser un régime pulsé, sans donner d'explication physique. Il manque donc une connaissance globale des causes du mauvais état de surface.

A partir de cet état de l'art, nous nous sommes fixés les objectifs scientifiques suivants :

- Identifier précisément l'influence d'une large gamme de paramètres du procédé sur les états de surface obtenus en régime continu, et évaluer l'influence de la taille et de la forme des zones fondues vis-à-vis des paramètres morphologiques. Dans cette partie, nous étudierons par exemple, outre l'influence des paramètres du 1<sup>er</sup> ordre (P, V, D<sub>m</sub>), celle de la distribution de puissance du faisceau laser (uniforme ou gaussien), de la protection gazeuse, et de la granulométrie des poudres;
- 2) Etudier spécifiquement l'apport d'un régime laser pulsé, et comprendre les mécanismes physiques à l'origine de modifications éventuelles des paramètres de rugosité;
- 3) Etudier l'influence de la nature du matériau projeté vis-à-vis des états de surface afin d'identifier les propriétés thermo-physiques pertinentes qui conditionnent la qualité des surface. Deux matériaux d'usage courant ont été choisis : l'alliage de titane Ti-6Al-4V et l'acier inoxydable 316L.

Ces trois objectifs passent par la mise en œuvre d'instrumentations dédiées (caméras rapides, caméras thermiques, pyromètre...) permettant de caractériser l'interaction laser / poudre / zone fondue, afin de pouvoir expliquer l'origine des topographies de surface après solidification. Ils passent également par la confrontation des résultats expérimentaux avec des simulations numériques thermo-hydrauliques. Ces dernières ont été réalisées par S. Morville du LIMATB dans sa thèse, et dans le cadre collaboratif du projet ANR ASPECT. D'autres simulations seront réalisées avec un modèle thermique 3D solide récent. Nous utiliserons un certain nombre de ces simulations pour valider nos résultats et nos hypothèses.

# CHAPITRE II : CONDITIONS EXPERIMENTALES ET MATERIAUX UTILISES

## II.1. INTRODUCTION

Dans ce chapitre, nous présentons les techniques expérimentales mises en œuvre au cours de cette thèse ainsi que les deux matériaux utilisés, l'alliage de titane Ti-6Al-4V et l'acier inoxydable 316L, en présentant différentes caractérisations réalisées autour du procédé (faisceau laser, jet de poudre) et sur les matériaux projetés (analyse de la poudre).

## II.2. MISE EN ŒUVRE DU PROCEDE DE FDPL

## II.2.1. PRESENTATION DU POSTE EXPERIMENTAL

Au cours de cette étude, nous avons utilisé deux postes expérimentaux de FDPL :

- un poste instrumenté LIMOGES Précision composé d'une commande numérique qui pilote un système de déplacement trois axes, (x,y,z), d'une protection locale d'Argon de la pièce en cours de fabrication, via la buse de projection à laquelle nous avons ajouté deux buses de protections locales dirigées parallèlement aux deux côtés du bain liquide. La plupart des expériences ont été réalisées sur ce poste.

Les principaux composants du poste de travail Limoges Précision sont :

- Le distributeur de poudre ;
- La buse de poudre coaxiale ;
- La tête optique (collimation + focalisation) ;
- Le système de déplacement (x,y,z) et sa commande numérique MMI ;
- Les différentes instrumentations autour du procédé (caméra rapide, caméra thermique ...).

- une machine de projection OPTOMEC LENS 450<sup>2</sup> composée d'une enceinte d'Argon, dotée d'un contrôle précis du taux d'oxygène. Un nombre limité d'expériences ont été réalisées sur ce poste afin d'évaluer l'influence de la protection gazeuse vis-à-vis des états de surface. Des taux d'oxygène de 20 ppm, 200 ppm et 500 ppm ont été mis en œuvre lors des essais.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Merci à P. Aubry et T. Malot du STAMP – Arts et Métiers pour la mise à disposition de la machine OPTOMEC, et leur aide dans la réalisation des expériences



Figure II-1 : Machine OPTOMEC LENS 450



Figure II-2 : (a) Poste instrumenté limoges Précision (1) protection locale du substrat (2) buse (3) caméra rapide (4) table de déplacement x,y (5) distributeur de poudre (b) distributeur de poudre TWIN 10C de Sulzer Metco

## II.2.1.1. Le distributeur de poudre

Le distributeur de poudre TWIN10C permet la projection de poudres de granulométrie comprise entre 2  $\mu$ m et 200  $\mu$ m à l'aide d'un gaz porteur (argon qui est le plus utilisé, Hélium, Azote...) et d'un plateau rotatif rainuré contenant la poudre. Par ailleurs, le TWIN10C est constitué de deux bacs de poudre, qui peuvent être utilisés individuellement ou simultanément.

Bien que le débit massique moyen  $D_m$  dépende essentiellement du plateau de dosage (taille de la rainure) et de sa vitesse de rotation, un étalonnage est primordial avant toute série de manipulations car différents facteurs annexes peuvent modifier (limiter) la valeur de débit massique. C'est le cas de :

- La température et l'hygrométrie ambiante ;
- La qualité de la poudre : les poudres <u>étuvées</u> et sphériques ont une meilleure coulabilité que les poudres non sphériques, et l'histogramme de taille de la poudre (% total = f(diamètre)) modifie le taux de remplissage des rainures ;
- o le débit du gaz porteur, à un degré moindre.

Lors des expériences réalisées, les différents paramètres suivants : qualité de poudre, débit de gaz porteur et taille de la rainure du plateau ont été fixés, et seule la vitesse de rotation du plateau a été utilisée pour changer le débit massique.

L'étalonnage du distributeur de poudre consiste à tracer la courbe  $D_m=f(N_{rpm})$ , avec  $N_{rpm}$  le nombre de tour par minute du disque rainuré. Les résultats de l'étalonnage sont présentés dans (Annexe – 1).

### II.2.1.2. LES BUSES DE PROJECTION

La buse est une pièce importante dans le poste expérimental de FDPL. Elle est responsable de la forme du jet de poudre et de la position du plan focale poudre PFP. Celle-ci permet d'avoir un jet convergent puis divergent autour de l'axe de la buse.



#### Figure II-3 : Schématisation du poste expérimental

Deux types de buses de projection coaxiales en laiton, ont été utilisés au cours de cette thèse. Dans chaque cas, le faisceau laser et le jet de poudre sont coaxiaux selon l'axe Z, et la poudre est transportée, par le gaz vecteur (essentiellement de l'Argon), entre deux cônes concentriques. Chaque buse possède trois entrées de gaz : (1) le gaz vecteur de la poudre, (2) le gaz central de protection des optiques : dans certaines conditions, ce gaz peut avoir un effet sur la position du plan focal poudre PFP (il allonge le jet de poudre), et sur la distance d'interaction laser-poudre d<sub>i</sub>, (3) le gaz périphérique de protection anti-oxydation (Figure II-3) (Figure II-4). Seule la géométrie des cônes (angles d'inclinaison) diffère entre les deux buses utilisées, ainsi que le nombre de conduits d'entrée de poudre (3 entrées de poudre sur la buse 1, une seule sur la buse 2).



Figure II-4 : Présentation de la buse N°2 (a) Vue de dessous, (b) Différents éléments de la buse, (c) vue en coupe

Si la buse 2 a été utilisée majoritairement au cours de cette thèse (Figure II-4), la caractérisation du jet de poudre a montré que la distribution de poudre  $D_m^*$  (g.s<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>) = f(x,y) était presque la même pour les deux buses (cf paragraphe 1.2.2).

Les différents débits de gaz (majoritairement Argon) utilisés lors des essais (Figure II-4), sont restés inchangés durant toute la thèse, ainsi que les vitesses fluides calculées à partir des différentes sections de sortie de la buse (Vgp= $D_p/S$ ). Le débit du gaz vecteur a été optimisé à partir de deux critères : (1) être suffisamment élevé pour entraîner la poudre et éviter l'obstruction du système de projection et (2) rester modéré pour ne pas déformer la zone fondue en cours de projection.

|                                       | Débit gaz D <sub>p</sub><br>(1/min) | Surfaces de sortie S<br>(m <sup>2</sup> ) | Vitesse V <sub>gp</sub><br>(m/s) |
|---------------------------------------|-------------------------------------|---|----------------------------------|
| Gaz vecteur de la poudre              | 5                                   | 0,016.10 <sup>-3</sup>                    | 5                                |
| Gaz central (protection des optiques) | 2/4                                 | 0,078.10 <sup>-3</sup>                    | 0,43                             |
| Gaz périphérique anti-oxydation       | 18                                  | 2,45.10-3                                 | 0,12                             |

#### Tableau II-1 : Débits des différents gaz en sortie de buse et vitesses fluides associées

Nous avons travaillé avec deux débits de gaz central différents, afin de décaler la position du plan focal poudre et ainsi modifier les distances d'interaction laser/poudre ( $d_i=1 \text{ mm et } d_i=3 \text{ mm}$ ). La distance  $d_i$  la plus importante a été obtenue avec le débit de gaz central le plus important qui permet d'allonger le jet de poudre en augmentant la distance de travail  $W_d$  entre le plan focal poudre et la sortie de buse (de  $W_d=4 \text{ mm à } W_d=9 \text{ mm}$ ).

### II.2.1.3. POSITIONNEMENT FAISCEAU LASER / JET DE POUDRE

Les essais de fabrication directe ont été réalisés avec différentes tailles de faisceau laser et différentes distributions spatiales (uniforme "top-hat" ou quasi-Gaussienne), correspondant à différentes conditions d'interaction avec le jet de poudre. Les trois configurations utilisées sont représentées en Figure II-5.

A partir d'une sortie de fibre optique de 0.4 mm ou 0.6 mm, le faisceau laser est transporté jusqu'à la tête optique composée d'une lentille de collimation et d'une lentille de focalisation. L'image de la sortie de la fibre optique se trouve donc au point focal de la lentille de collimation, avec un facteur de grandissement égal au

rapport entre les distances focales  $f_{\text{focalisation}} / f_{\text{collimation}}$ . Par exemple, dans le cas c) de la Figure II-5, la taille du faisceau laser au point focal est égale à 600 µm x (300 mm / 100 mm) = 1800 µm. Par ailleurs, le faisceau présente une distribution homogène au point focal (comme en sortie de fibre optique), mais cette distribution se dégrade et tend vers une distribution gaussienne avec la défocalisation (Figure II-5 (a))

Durant toute la thèse, nous avons choisi de positionner le substrat au niveau du plan focal poudre (PFP), pour disposer d'un diamètre de jet minimum et pour optimiser le rendement massique de la poudre. Par contre, le plan focal du faisceau laser (PFL) a été positionné soit au niveau du PFP (cas des distributions de faisceau uniformes b) et c)), soit en dessous du PFP, afin de disposer d'un faisceau laser Gaussien défocalisé (cas (a)).

Concrètement, lors de la plupart des essais, la distance de travail  $W_d$  entre le bas de la buse et le substrat (Figure II-5 (a)) était de l'ordre de 4 mm.



Figure II-5 : chemin optique du laser (a) configuration optique pour un laser gaussien de 1.2 mm (G1.2) (b) chemin optique pour un laser uniforme de 1.2 mm (TH1.2) (c) chemin optique pour un laser uniforme de 1.8 mm (TH1.8)

## II.2.1.4. MISE EN ŒUVRE DES ESSAIS

Sur le poste de travail, nous disposons d'une commande numérique avec une interface Aerotech qui permet :

- de gérer la construction des pièces (déplacement de la table (x, y) sur laquelle est positionnée le substrat, et de l'ensemble tête optique + buse selon l'axe z) ;
- de commander le laser, et le jet de poudre, et de synchroniser les différents instruments de contrôle ;
- de déclencher les diagnostics (caméra thermique, caméra rapide).

Les essais ont consisté à fabriquer des murs de l'ordre de 40 mm de longueur, sur des hauteurs variables, en utilisant une trajectoire alternée (on change de direction entre chaque couche) et en utilisant un temps de pause  $t_p$  (en général 10 s) entre chaque couche pour limiter les dérives thermiques et géométriques. Lors de chaque couche, la commande numérique permet de déplacer le mur en construction par rapport à l'ensemble buse + tête optique à une vitesse V et de remonter la buse selon z d'une valeur  $\Delta z$ , la plus proche possible de la hauteur réelle  $\Delta h$  des couches.

Un exemple de programme de contrôle en code G et en algorithmique avec les différentes étapes qui le constituent est présenté en (Annexe -2).

Les principales conditions expérimentales utilisées lors de ces essais sont présentées ci-dessous (Tableau II-2).

Outre ces différents paramètres expérimentaux, dont nous évaluerons les effets sur les états de surface, nous étudierons également l'influence d'un grand nombre de facteurs comme :

- les conditions de protection gazeuse : nature du gaz de protection (Ar, He), taux d'O<sub>2</sub> local ;
- la distribution spatiale du faisceau laser (uniforme ou quasi-Gaussien);
- le régime d'interaction laser-matière (continu ou pulsé) ;
- la nature du matériau projeté (un alliage de titane et un acier inoxydable) ;
- etc...

| Débit massique | Vitesse     | Diamètre de | Puissance laser | Temps de                 | Longueur des |
|----------------|-------------|-------------|-----------------|--------------------------|--------------|
| $D_m$ (g/min)  | d'avancée V | faisceau    | P (W)           | pause t <sub>p</sub> (s) | murs (mm)    |
|                | (m/min)     | (mm)        |                 | •                        |              |
| 1 à 4          | 0,1 à 0,6   | 1,2 et 1,8  | 320 à 600       | 10-20                    | 40-50        |

Tableau II-2 : Conditions expérimentales utilisées au cours de la thèse (P (W) puissance laser utilisée en régime continu)

## II.2.2. CARACTERISATION DU FAISCEAU LASER ET DU JET DE POUDRE

L'optimisation de l'opération de fabrication directe par projection de poudre passe par une bonne connaissance des deux facteurs essentiels à sa mise en œuvre : le faisceau laser, et le jet de poudre. Nous présentons ici les différentes caractérisations réalisées sur le laser et le jet de poudre, en incluant également la caractérisation de la poudre elle-même pour les deux matériaux considérés.

## II.2.2.1. CARACTERISATION DU FAISCEAU LASER

## II.2.2.1.1. Généralités

Durant toute la thèse un laser Yb:YAG (1.03  $\mu$ m) a été utilisé. Il s'agit d'un laser à disque TRUMPF TruDisk 10002 de puissance maximale comprise entre 320 W et 10000 W, et qui peut émettre de la lumière en régime continu ou pulsé, dans des fibres optiques de diamètres 0,2 mm, 0,4 mm ou 0,6 mm. Ce laser présente une bonne qualité optique (divergence = 8 mm/mrad), et une bonne stabilité de la puissance nominale ( $\approx 1$  %).

Un nombre limité d'essais a également été réalisé sur la machine OPTOMEClens 450 avec un laser Nd :YAG TRUMPH HL3006, délivrant 3 kW de puissance maximale dans une fibre optique de 600 µm.

En régime pulsé, le laser peut délivrer des impulsions de durée minimale de l'ordre de 0.3 ms, et de durée maximale de 20 - 30 ms. Cette durée est limitée par la fréquence f (par exemple : pour une fréquence de 100 Hz la durée d'impulsion maximale est de 9.3 ms ce qui correspond à un rapport cyclique de 93%). On définit alors un rapport cyclique "dc" ("Duty Cycle") correspondant à la durée de l'impulsion laser  $\tau_{laser}$  divisée par la période T = 1/f (**Figure** II-6). A partir de ce rapport cyclique, on peut également définir une puissance moyenne équivalente P<sub>moy</sub><sup>eq</sup> égale au produit du rapport cyclique par la puissance de consigne crête P<sub>c</sub> Équation II-2.

### $P_{moy} = P_c.dc$

## Équation II-2



Les conditions expérimentales utilisées en régime pulsé sont résumées en Tableau II-3.



| Paramètres | P (W)          | f (Hz)           | $\tau_{laser}$ (ms) |
|------------|----------------|------------------|---------------------|
| Valeurs    | 320 W à 2000 W | 40, 60 et 100 Hz | 0.5 ms à 15 ms      |

#### Tableau II-3 : Conditions expérimentales utilisées en régime pulsé

#### II.2.2.1.2. Analyse du faisceau laser

Afin de caractériser le faisceau laser, nous avons utilisé un analyseur industriel Primes, qui a permis de déterminer la puissance de sortie, la caustique du laser (son diamètre en fonction du niveau de défocalisation (Figure II-7)) et sa distribution spatiale.



Figure II-7 : Caustique du faisceau laser à  $1/e^2$  de la hauteur totale de la gaussienne pour une fibre optique de 400  $\mu m$ 

Ainsi, dans la configuration de la (Figure II-5 (a)), avec une défocalisation de 4.5 mm (à 4.5 mm au-dessus du plan focal laser Defoc<sub>L</sub>=-4.5 mm), le faisceau laser ne présente pas une distribution  $P(x,y)=P_0$  uniforme comme

en sortie de fibre optique. L'analyseur de faisceau nous donne alors la distribution spatiale de la Figure II-8, pour le plan focal laser PFP et le plan défocalisé de 4.5 mm (d'autres résultats importants sur le faisceau laser seront présentés dans (Annexe - 3)). Les résultats obtenus par l'analyseur de faisceau sont par la suite traités (Figure II-9 (a))



Figure II-8 : (a) Distribution 3D du faisceau laser dans le plan défocalisé de -4.5 mm (b) distribution 3D du faisceau laser au plan focal laser



Figure II-9 : (a) Distribution spatiale de densité de puissance faisceau laser pour P = 500W (analyse de faisceau) et représentation analytique (b) Puissance réelle en sortie de tête laser (analyse calorimétrique)

Par ailleurs, l'analyse calorimétrique montre que la puissance laser transmise en sortie de tête laser est inférieure d'environ 4 % à la puissance de consigne du laser, en raison des différentes pertes sur les composants optiques de la tête laser (Figure II-9 (b)).

En considérant le faisceau laser comme axisymétrique, on peut alors représenter la distribution de puissance expérimentale par une fonction analytique quasi-gaussienne de la forme (Figure II-9 (a)) :

$$\phi = \phi_{max} \cdot e^{-5\left(\frac{x^2}{r_{laser}^2} + \frac{y^2}{r_{laser}^2}\right)}$$

Équation II-3

Enfin, en régime pulsé, une analyse par photodiode couplée à un oscillateur rapide a permis de mettre en évidence des fronts de montée des impulsions 0.5 ms, et des impulsions quasi-rectangulaires (Figure II-10).



Figure II-10 : Analyse par photodiode d'un train d'impulsions laser (f = 100 Hz,  $\tau_{laser}$  = 2 ms)

#### II.2.2.2. CARACTERISATION DES POUDRES ET DES JETS DE POUDRE

Le jet de poudre, sa stabilité, sa distribution spatiale et les propriétés intrinsèques de la poudre sont des facteurs déterminants par rapport à l'interaction laser – poudre – zone fondue, et par conséquent vis-à-vis des propriétés des pièces fabriquées en FDPL et de leurs états de surface. Nous les avons donc caractérisés avec attention.

II.2.2.2.1. Analyse de la poudre

#### II.2.2.2.1.1. Poudre de Ti-6Al-4V

La poudre de Ti-6Al-4V utilisée est sphérique et a été élaborée par atomisation gazeuse. D'après le fournisseur (TLS Technik), sa répartition granulométrique est centrée entre 45  $\mu$ m et 75  $\mu$ m. Une étude au MEB (Microscope électronique à balayage) a été réalisée sur des lits de poudre représentatifs, afin de vérifier statistiquement la granulométrie de la poudre utilisée par mesure des diamètres sur un grand nombre de grains (environ 70). L'histogramme obtenu (Figure II-11) est centré sur un diamètre moyen de 50  $\mu$ m, avec environ 5 % des diamètres en dehors de l'intervalle [10  $\mu$ m - 79  $\mu$ m] [GHARBI 2011A].



Figure II-11 : (a) Répartition granulométrique de la poudre Ti-6Al-4V TLS 45 - 75 µm obtenue par (b) analyse MEB des particules [GHARBI 2011A]

La poudre utilisée lors des expériences de FDPL a été systématiquement étuvée pendant au moins 24h à 80 °C avant utilisation, afin d'éliminer l'humidité adsorbée sur les particules, ce qui permet d'améliorer la coulabilité de la poudre et de disposer d'un débit massique régulier lors de la projection.

Aucune analyse quantitative de la coulabilité de la poudre selon [KOVALEV 2011] n'a été réalisée, mais un contrôle de débit massique a été réalisé régulièrement (2-3 fois par jour) au cours des campagnes d'expériences.

### II.2.2.2.1.2. Poudres de 316L

Les expériences de FDPL ont été réalisées avec différents types de poudre de 316L en raison de nombreux problèmes intervenus en cours de la mise en œuvre du procédé (états de surface dégradés, zone fondues perturbées, croute solide au-dessus du bain liquide...). Des contaminations chimiques se sont avérées particulièrement prononcées sur la plupart des poudres utilisées, ce qui semble être un problème récurrent sur le 316L comme l'a montré une étude industrielle récente sur le sujet [BOISSELIER 2011]. Une étude chimique et statistique a été faite sur les différents types de poudre et est présentée en détail en (Annexe – 4).

Au final, trois types de poudres de 316L ont été utilisées (Figure II-12) :

- Poudre TLS Technik25-45 μm ou 45–75 μm, lot n°0347/1/1
- Poudre AMSR lot n°3439
- Poudre SULZER-METCO lot n°W79581



Figure II-12 : Poudre de l'alliage 316L étudiée

Suite à ces problèmes de fabrication, nous avons réalisé une analyse chimique par EDS-MEB sur les différents lots de poudre 316L dont nous disposions, et en particulier sur les poudres TLS et AMSR (poudres sphériques atomisées sous argon) et Sulzer-Metco (SM) (poudre non sphérique atomisée sous jet d'eau). Comme sur le Ti-6Al-4V, la distribution granulométrique des lots de poudre a été évaluée au MEB par mesure de diamètres sur un nombre de grains représentatif.

La poudre TLS 45-75, présente dans les récipients de stockage, parait plus sombre et présente de gros agglomérats de grains, même après tamisage à 100  $\mu$ m. L'analyse morphologique au MEB indique qu'elle est majoritairement sphérique, avec un diamètre moyen proche de 40  $\mu$ m, mais contenant des particules visiblement contaminées et quelques particules non sphériques (Figure II-13). L'analyse chimique de la poudre contaminée indique la présence d'aluminium (50 %) et d'oxygène (20% massique) sur la plupart des particules, et sur les particules « non-contaminées » des taux de Cr et Ni souvent non conformes aux attentes. Cette poudre a donc été éliminée de nos essais.



Figure II-13 : (a) la poudre TLS 45-75 µm et la présence d'agglomérat noir (b) particule contaminée (c) grain non sphérique

La poudre AMSR s'est avérée également contaminée avec un taux d'oxygène important (5 - 6 %) sur des agglomérats de grains de poudre, et la présence de nombreux grains non sphériques coalescés lors de l'atomisation.

La poudre SM 45 - 75  $\mu$ m est une poudre atomisée sous eau. Comme les grains ne sont pas sphériques, nous avons choisi de mesurer la plus grande longueur du grain pour déterminer l'histogramme de distribution de la poudre. L'histogramme, assez étalé, est centré autour d'une longueur maximale de l'ordre de 100  $\mu$ m, et le rapport d'aspect moyen (longueur/largeur) est compris entre 1,3 et 3.

L'analyse chimique par EDS de la poudre nous permet de retrouver la teneur massique attendue pour un acier inoxydable 316L : 16.5 % Cr, 11.4 % Ni, 2.1 % Mo, 2 % Si avec des teneurs < 0.5 % en Al, Mn. Donc cette poudre a été finalement choisie pour élaborer des murs en 316L, malgré sa géométrie non sphérique à priori défavorable en termes de coulabilité.



Figure II-14 : (a) photo MEB des grains de poudre SM et (b) Répartition granulométrique de la poudre 316L SM (longueur maximale des grains) 45 - 75 µm (analyse MEB)

#### II.2.2.2.2. Caractérisation des jets de poudre

La taille du jet de poudre et sa distribution spatiale ont une grande influence sur l'interaction avec le bain liquide métallique et sur le rendement de l'interaction (masse fondue / masse projetée). Dans ce qui suit, nous avons donc caractérisé les jets de poudre de Ti-6Al-4V et 316L par deux méthodes : la méthode du trou déplacé et l'analyse d'image du jet de poudre éclairé par laser.

#### II.2.2.2.2.1. Le jet de poudreTi-6Al-4V

La poudre utilisée de Ti-6Al-4V (paragraphe II.4.1) est projetée par la buse coaxiale dans un faisceau de poudre de rayon apparent  $r_{jet}=2 \text{ mm }+/-0,2 \text{ mm}$  au niveau du point focal poudre (PFP), lequel est situé à une distance  $W_d = 6 \text{ mm }+/-0,1 \text{ mm}$  de la sortie de la buse de projection. Le plan focal poudre (PFP) est défini comme la zone où la distribution de poudre est la plus homogène et la plus concentrée (Figure II-16 (a)).

#### Méthode 1 : La méthode du trou déplacé

Dans cette méthode simple et originale, la distribution spatiale de la poudre projetée est mesurée par sa pesée à travers un trou de 0.3 mm, percé par laser, pendant une durée d'une minute (Figure II-15). En répétant l'opération pour différents positionnement relatifs (x,y) du trou sous le jet de poudre, nous pouvons alors tracer le débit surfacique de poudre  $D_m^*$  (g.s<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>) en fonction de (x,y). Sur Ti-6Al-4V, les résultats sont présentés en Figure II-16.



Figure II-15 : (a) Forme du jet de poudre et détermination du niveau du PFP (b) illustration schématique de la méthode du trou déplacé (c) Principe de la mesure locale du débit de poudre

La distribution spatiale du jet de poudre peut alors être approximée numériquement par une fonction quasigaussienne de la forme :

$$D_m^*(g, s^{-1}, m^{-2}) = n. D_m^0. \exp\left(-\frac{n(x^2 + y^2)}{r_{jet}^2}\right)$$
 Équation II-4

Avec  $D_m^*$ : débit massique surfacique local,  $D_m^0 = \frac{D_m}{s}$ : débit massique surfacique moyen (g.s<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>),  $D_m$  est le débit massique moyen,  $r_{jet}(m)$ : le rayon du jet de poudre

La meilleure adéquation avec l'expérience est obtenue pour une valeur n = 5, ce qui donne l'équation de distribution de poudre suivante :

$$D_m^*(g.s^{-1}.m^{-2}) = 5.\frac{D_m}{(\pi r_{jet}^2)} \exp\left(-\frac{5(x^2+y^2)}{r_{jet}^2}\right) \operatorname{avec} r = 2 mm$$
Équation II-5

Durant la détermination de la distribution de poudre par la méthode du trou déplacé, nous nous sommes arrêtés à 2 mm du centre du jet. Or, certaines particules qui ne sont pas comprises dans le jet seront donc négligées. Par ailleurs, le trou ayant un diamètre de 300 µm, il peut y avoir des rebonds de particules au niveau de ces bords, ce qui diminue les débits locaux mesurés. [PEYRE 2011] [PEYRE 2012B]



Figure II-16 : Analyse de la distribution spatiale de débit massique du jet de poudre par la méthode du trou déplacé (a) distribution 3D expérimentale, (b) approximation par une quasi-gaussienne ( $D_m=1g/min$ )

#### Méthode n°2 : Analyse d'image du jet de poudre éclairé par laser

Les méthodes d'étude du jet de poudre par traitement d'image ont commencé à être connues depuis les années 1990 [LIN 1999A] et [PINKERTON 2007]. Ces modèles sont basés sur le même principe : une lumière éclaire un plan du jet de poudre et une caméra capte la distribution de l'intensité de lumière dans ce plan.

Le dispositif utilisé pour déterminer la distribution 3D de la poudre<sup>3</sup> a été réalisé avec une diode laser He-Ne de longueur d'onde 630 nm. Cette source laser est mise en forme par une lentille cylindrique pour avoir une lumière plane rectangulaire de 20 mm de large et 200  $\mu$ m de haut avec une distribution laser uniforme. Cette lumière laser traverse verticalement le nuage de poudre et une caméra CMOS, dotée d'un filtre passe bande interférométrique à 630 nm, capte l'image du plan éclairé. Cette caméra permet donc de prendre des images de sections horizontales du jet de poudre grâce à un miroir réflectif placé à 45° et une plaque en verre qui protège le dispositif optique de la poudre. On peut alors reconstituer une image 3D du jet de poudre en assemblant les images des différents plans du jet de poudre, depuis la sortie de buse jusqu'à un plan situé 12 mm en dessous.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Merci à P.Aubry et R. Mezari du STAMP – Arts et Métiers pour le prêt du système de mesure



Figure II-17 : (a) Dispositif d'analyse de la distribution spatiale du jet de poudre par éclairement laser (b) Schéma du dispositif

Concrètement : (1) les mesures plan à plan ont été faites tous les 0.5 mm, (2) pour chaque plan, nous enregistrons 100 images, qui sont traitées (moyennées) sous MATLAB, (3) les analyses ont été faites sur Ti-6Al-4V (granulométrie 25 - 45  $\mu$ m et 45 - 75  $\mu$ m) et 316L (poudre SM) pour des débits massiques variant de 1 g/min à 4,5 g/min.



Figure II-18 : (a) Caustique du jet de poudre (b) Distribution 2D (x, z) du jet de poudre obtenue par l'analyse d'image éclairée par laser

D'après la **Figure** II-18, nous remarquons que la localisation du PFP (la caustique du jet de poudre) se situe à 6 mm de la sortie de buse avec un diamètre à  $1/e^2$  de 2,67 mm. La formulation analytique permettant de reproduire ce débit massique est de type quasi-gaussien  $D_m^* = n^*D_m^{-0*}exp(nx^2/r_{jet}^2)$ , et son identification donne un résultat très proche de celui trouvé par la méthode du trou (Figure II-19).



Figure II-19 : (a) Distribution du jet de poudre au plan focal poudre obtenue par traitement d'image, (b) comparaison des deux méthodes de mesure et approximation analytique

#### II.2.2.2.2.2. Le jet de poudre en 316L

Pour la poudre 316L, la distribution du jet a été déterminée uniquement par traitement d'image. Nous avons trouvé que la position du PFP se situe légèrement au-dessus de celui du Ti-6Al-4V (PFP = 5.5 mm) à cause de la différence de forme des grains (poudre 316L non sphérique) et la différence de densité. Ce résultat confirme cependant la tendance obtenue par des simulations numériques d'écoulement de poudre réalisées par [MORVILLE 2012A] qui indiquent un PFP plus haut pour le matériau le plus dense. Dans le cas du 316L (Figure II-20), la formulation analytique permettant de représenter au mieux le jet de poudre est légèrement différente de celle obtenue sur Ti-6Al-4V (en (exp (-9  $x^2/r^2)$ ) au lieu de (exp (-5 $x^2/r^2$ ))).



Figure II-20 : (a) Caustique du jet de poudre 316L (b) Distribution 2D (x, z) du jet de poudre obtenue par l'analyse d'image éclairée par laser



Figure II-21 : Distribution du jet de poudre au plan focale poudre PFP avec la méthode de traitement d'images, la méthode du trou déplacé et leurs approximations analytiques

### II.2.2.2.3. Analyse du taux d'oxygène sous le jet de poudre

Les essais de FDPL ont été essentiellement réalisés avec une protection gazeuse locale, via le gaz vecteur de la poudre, et différents jets périphériques. Afin de pouvoir quantifier le taux d'O<sub>2</sub> local au niveau des zones fondues, et de comparer les résultats à ceux obtenus sous protection globale (machine OPTOMEC avec des pourcentages d'O<sub>2</sub> de 20 ppm, 200 ppm et 500 ppm), nous avons utilisé un analyseur de traces d'oxygène (ZRA II MP de ARELCO). Le dispositif expérimental mis en place utilise une sonde de 1 mm de diamètre, positionnée au niveau du plan focal poudre, et déplacée par incréments de 0.25 mm sous la buse de projection. Cette dernière ne projetant pas la poudre, mais uniquement le gaz vecteur de poudre et les gaz périphériques de protection.

Les résultats mettent en évidence que :

(1) le taux d'oxygène est au minimum entre -0,75 et 0,75 mm du centre du bain liquide (dans le plan (x, y) avec un taux d'oxygène presque constant de 0,55 % d'oxygène (5000 ppm) environ au centre du bain liquide

(2) les bords du bain liquide sont moins protégés que le centre du bain liquide (si on considère un bain liquide de 2 mm de large, les bords du bain liquide sont à 0,9 % d'O<sub>2</sub> et le centre du bain liquide à 0,55 % d'O<sub>2</sub>)

(3) le gaz de protection latérale de la buse, conçu pour diminuer l'oxydation dans le bain liquide au cours de la construction, a un effet mitigé sur l'amélioration du taux d'oxygène dans le bain liquide. En effet : (a) le taux d'oxygène moyenné sur 10 mm de part et d'autre du centre, avec la présence du gaz latéral, est nettement inférieur à son équivalent sans le gaz de protection latéral du cône (b) le taux d'oxygène local au centre du bain liquide (à 0,75 mm de part et d'autre du centre) augmente avec la présence du gaz latéral. Ainsi le gaz de protection latéral a un effet global d'amélioration du taux d'oxygène moyen mais le dégrade localement au centre du bain liquide (Figure II-22).

On remarque également selon les résultats du taux d'oxygène dans la zone de construction, que l'hélium donne un environnement beaucoup plus pauvre en oxygène que l'argon. Une explication possible à ce résultat est que l'hélium est un gaz plus léger que l'Argon, qui entraine moins le gaz atmosphérique dans le jet de poudre, donc limite le taux d'oxygène local.



Figure II-22 : Analyse de traces d'oxygène sous la buse de projection (D<sub>p</sub>=5 l/min)

#### II.2.2.2.4. Analyse de la vitesse des grains de poudre

Nous avons également étudié les vitesses des particules de la poudre Ti-6Al-4V par le suivi de la trajectoire d'une particule entre deux images successives prises par caméra rapide (à 2 kHz et 4 kHz). La vitesse de particule est alors le rapport entre la distance parcourue et le temps entre deux images successives. Nos résultats montrent que la vitesse d'une particule dépend essentiellement de la vitesse du gaz(Ar) porteur de la poudre et que, sur la gamme de tailles de grains utilisée, cette vitesse varie peu avec la taille de la particule. Par contre, on observe une nette différence entre la vitesse théorique du gaz porteur en sortie de buse (débit/section => $V_{gp} = \frac{D_p}{S_{buse}} \times \frac{10^{-3}}{60}$ où :  $D_p$ [l/min] est le débit volumique du gaz porteur de poudre et  $S_{buse}[m^2]$  la surface de sortie du fluide.) et les vitesses des poudres mesurées par caméra rapide (Tableau II-4). Cette différence peut s'expliquer par la distance de travail (les vitesses des particules sont estimées à 4 mm de la sortie de la buse, alors que l'estimation théorique est basée sur la section de sortie).

| A  | titre | comparatif, | le   | modèle   | numérique    | d'écoulement    | diphasique   | particules-gaz  | porteur   | développé   | sous   |
|----|-------|-------------|------|----------|--------------|-----------------|--------------|-----------------|-----------|-------------|--------|
| C  | OMSC  | OL [MORVILI | LE 2 | 2012A] r | nontre que l | es valeurs trou | vées expérir | nentalement, co | oïncident | avec les va | aleurs |
| nu | mériq | jues.       |      |          |              |                 |              |                 |           |             |        |

| Débit du gaz porteur de    | Vitesse théorique du gaz | Vitesse moyenne d'une | Vitesse moyenne       |
|----------------------------|--------------------------|-----------------------|-----------------------|
| poudre (consigne)( $D_p$ ) | porteur de poudre (m/s)  | particule (m/s)       | d'une particule (m/s) |
| (l/min)                    |                          | (expérimentalement)   | (numériquement)       |
| 4                          | 4,8                      | 1,6 +/- 0,2           | 1,4 à 1,6             |
| 6                          | 7,2                      | 2,1 +/- 0,1           | 1,8 à 2,1             |

| Tableau II-4 : Vitesse des particules (Ti-6Al-4V | ) en fonction du débit du gaz porteur de poudre |
|--|---|
|--|---|

Il apparaît nettement qu'avec un faible débit de gaz porteur  $D_p=2$  l/min, l'écoulement périphérique perturbe la coaxialité du jet de poudre. Dans [MORVILLE 2012A], avec le modèle hydrodynamique du jet de poudre et avec la géométrie complète de la buse, on remarque bien que le jet de poudre n'est pas homogène en concentration : on voit qu'il s'agit plutôt de quatre jets distincts.

### II.2.2.3. Analyse de la zone d'interaction laser – matiere par camera rapide

Outre l'analyse des vitesses des grains de poudre (cf paragraphe précédent), l'utilisation de caméras rapides nous a permis de caractériser : (1) l'hydrodynamique des bains liquides (sens et vitesse des mouvements fluides, stabilité du bain liquide (BL) dans le temps), (2) les dimensions des bains liquides, (3) l'interaction poudre métallique - bain liquide. Ces différentes analyses doivent nous permettre de mieux comprendre la formation des états de surface en fonction des paramètres du procédé.

Pour cela, nous avons donc utilisé les différentes caméras suivantes :

- Des caméras rapides C-Mos de fréquence maximale 4 kHz ou 100 kHz (FastCam PHOTRON), utilisées avec des fréquences d'acquisition comprises entre 2 kHz et 5 kHz. Dans ces conditions, un éclairage par halogène de la zone de fusion a été mis en œuvre afin de permettre l'utilisation de fréquences élevées. Différents angles d'analyse ont été utilisés pour mieux visualiser le comportement des zones fondues en cours de procédé ;
- Deux caméras PHOTRON C-Mos 10 KHz synchrones (une en vision latérale, et une en vision coaxiale) : ces caméras ont été utilisées à la fois pour visualiser la zone d'interaction bain liquide poudre, et pour caractériser les températures en zone fondue (cf paragraphe suivant)

Le positionnement de ces caméras par rapport à la zone d'interaction et à la construction des murs est présenté ci-dessous.





## II.2.2.4. ANALYSE THERMIQUE DU PROCEDE DE FDPL

### II.2.2.4.1.Généralités

Les mesures thermiques réalisées au cours de cette thèse ont plusieurs objectifs : (1) valider le modèle numérique développé par S. Morville à Lorient dans le cadre du projet ASPECT [MORVILLE 2012A], (2) comparer les distributions de température en zone fondue pour les différentes conditions expérimentales et en tirer des conclusions sur les mouvements fluides associés, (3) évaluer la stabilité du procédé.

Différents types de mesures thermiques ont donc été réalisés autour du procédé de FDPL :

- Des mesures par thermocouples de type K (de diamètre 125 µm) soudés en deux points du substrat. Ces mesures ont permis également d'étalonner la caméra thermique ;
- Des analyses par caméra thermique FLIR SC4000 (2-4 μm de bande spectrale, température mesurée supérieure à 350 °C) de la distribution de température dans le solide (= dans le mur et le substrat sous-jacent). Une émissivité ε = 0.4 +/- 0.05 a pu être identifiée pour les murs en Ti-6Al-4V par comparaison avec les mesures par thermocouples.
- Des mesures par pyrométrie optique en zone fondue, avec une vue coaxiale et latérale des bains liquides métalliques.

### II.2.2.4.2. Mesures de température en zone fondue

Une méthode originale de pyrométrie optique développée par M. Muller dans sa thèse [MULLER 2012] a été utilisée pour évaluer les distributions 2D de température T=f(x, y) en zone fondue. Cette technique est basée sur l'utilisation de deux techniques de pyrométrie optique différentes (pyrométrie spectrale et pyrométrie 2D à bande spectrale) (Figure II-24 (b)), qui ont été étalonnées en utilisant comme référence la luminance du niobium et du vanadium à leur point de fusion, dont l'émissivité est connue et donnée dans [CEZAIRLIYAN 1992], [MCCLURE 1997] et [POTTLACHER 2007].

Un spectromètre (pyrométrie spectrale), utilisé dans la gamme de longueurs d'onde 500 - 700 nm à une fréquence 500 Hz et pendant un temps d'intégration de 1 ms, permet de mesurer simultanément et indépendamment la température T et l'émissivité  $\varepsilon$ . Un système de deux lentilles (distances focales 20 mm et 12 mm) permet d'injecter l'image de la zone observée de diamètre 0.56 mm dans une fibre de 1 mm de diamètre reliée au spectromètre. La technique, décrite dans [MULLER 2012], ne fait aucune hypothèse forte sur l'émissivité du corps et ne nécessite aucune connaissance préalable de cette émissivité.

Une caméra (Pyrométrie 2D à bande spectrale) PHOTRON Cmos, utilisée avec une gamme de fréquence comprise entre 250 et 2000 Hz et un temps d'obturation de 0.5 à 2 ms est ensuite étalonnée de manière à pouvoir déterminer la luminance en chaque point du bain liquide. Cette luminance permet, en supposant l'émissivité de la zone observée comprise entre 0,3 et 0,4 pour le Ti-6Al-4V (déterminée par pyrométrie spectrale), de déduire la température avec une incertitude de l'ordre de 90 K, 75 K et 100 K respectivement pour 2100 K, 2600 K et 3300 K.

Les deux méthodes seront détaillées plus précisément dans le chapitre III.

$$L_{\lambda,B}(\lambda,T) = \frac{2hc^2}{\lambda^5} \frac{1}{\left(\exp(\frac{hc}{k_b\lambda T}) - 1\right)}$$
Équation II-6

Avec : h : la constante de Planck, c : la célérité de la lumière,  $k_b$  : la constante de Boltzmann,  $\lambda$  : la longueur d'onde et T : la température



Figure II-24 : Dispositif expérimental de pyrométrie optique (a) schéma (b) photo du montage

## II.3. TECHNIQUES UTILISEES POUR L'ANALYSE DES MURS ELABORES PAR FDPL

## II.3.1. ANALYSE MACROGRAPHIQUE DES SURFACES

Afin de disposer de macrographies des échantillons permettant d'avoir une première idée sur la qualité des surfaces fabriquées (rugosité, état d'oxydation), et comme les échantillons ont été construits volontairement à partir de substrats minces (épaisseur 2 mm), nous avons pu photographier les échantillons élaborés au scanner (résolution 1600 dpi), ce qui nous a permis d'avoir à la fois une bonne résolution, et une bonne netteté. Un exemple d'image scannée est présenté en Figure II-25.



Figure II-25 : Exemple d'image-scanner d'un mur élaboré par FDPL

## II.3.2. CARACTERISATIONS GEOMETRIQUES DES SURFACES PAR PROFILOMETRIE A STYLET

La caractérisation des états de surface obtenus par FDPL joue donc un rôle essentiel dans notre étude. Toutes les surfaces des murs élaborés ont été caractérisées grâce à un profilomètre VEECO Dektak150 à contact (Figure II-26), en réalisant des scannings avec des stylets de 2.5  $\mu$ m ou 12  $\mu$ m de rayon de courbure, et des forces comprises entre 0.1 mg et 10 mg. La reproduction de scans 2D décalés d'une longueur  $\Delta y$  de l'ordre de 10 à 30  $\mu$ m permet alors de reconstituer un profil 3D de la surface. Toutes les analyses ont été réalisées avec un axe principal de scanning perpendiculaire à la direction de propagation du laser par rapport au substrat, c'est-à-dire perpendiculairement aux ménisques latéraux (Figure II-28).



Figure II-26 : Profilomètre Dektak 150 à stylet

Les surfaces des murs verticaux élaborés par FDPL (Figure II-28) présentent deux niveaux d'hétérogénéité géométrique : une ondulation périodique, dont la période  $T_{profil}$  est directement liée à la hauteur des couches  $\Delta h$ , et un niveau plus microscopique lié à d'autres facteurs comme : les agglomérats de particules non ou partiellement fondues, les bandes de solidification ou les fluctuations des zones fondues en cours de procédé.

Ces deux échelles sont bien visibles sur un profil 3D (Figure II-27). Nous avons donc distingué :

- un niveau de rugosité macroscopique, correspondant aux ménisques latéraux périodiques, et quantifié par un paramètre d'ondulation W (ondulation arithmétique W<sub>a</sub> ou amplitude d'ondulation pic – valeur moyenne W<sub>p</sub>) (Figure II-29)
- un niveau de rugosité microscopique caractérisé par des paramètres de rugosité R<sub>a</sub> et R<sub>p</sub>

A partir d'un profil scanné brut hauteur-z = f(distance-x), et après nivellement automatique de la ligne de base, on applique un filtre spatial (cut-off= valeur de la période seuil de l'ondulation et la micro rugosité) sur le profil initial avec comme valeur seuil une période choisie égale à 90 µm. Ce cut-off se situe entre la taille maximale des particules (75 µm), et la hauteur minimale des couches formées (environ 100 µm). Il permet ainsi de séparer les contributions " macroscopiques " et " microscopiques " de la rugosité à partir des données initiales non filtrées  $R_a^{nf}$  et  $R_p^{nf}$ .



Figure II-27 : Cartographie 3D d'un mur obtenu par fabrication directe par projection laser : mise en évidence d'une ondulation périodique et d'une rugosité microscopique (400 W – 0,2 m /min – 2 g/min)



Figure II-28 : Courbe de niveau obtenue par profilomètrie 2D : à partir de la courbe "brute" z = f(x)- Après filtrage, on obtient les deux courbes suivantes : rugosité R=f(x) et ondulation W=f(x)



Figure II-29 : Courbe explicative des grandeurs de rugosités [CRETEIL 2012]

#### L : Longueur de base du profil moyen

 $\mathbf{R}_{\mathbf{p}}$ : Profondeur moyenne de rugosité. Moyenne arithmétique des valeurs de l'ordonnée y de tous les points du profil sur la longueur de base L.

 $\mathbf{R}_{a}$ : Écart moyen arithmétique. Moyenne arithmétique des valeurs absolues de l'ordonnée y' (entre chaque point de la courbe et l'axe Ox').

$$R_{a} = \frac{1}{L} \int_{0}^{L} |y'| dx$$

$$R_{p} = \frac{1}{L} \int_{0}^{L} y dx$$
Équation II-7
Équation II-8

Les mêmes formules sont utilisées pour W<sub>a</sub> et W<sub>p</sub> appliquées sur le profil filtré de W (Figure II-28).

Dans les chapitres expérimentaux, nous présenterons à la fois des valeurs de rugosité non filtrées, pouvant être comparées à des études antérieures sur le sujet, et des valeurs filtrées qui permettent d'étudier spécifiquement et de mieux identifier l'influence des paramètres du procédé.

## II.3.3. ANALYSE DES ECHANTILLONS FABRIQUES PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE

Certains échantillons ont été analysés par microscopie électronique à balayage (MEB) avec plusieurs objectifs : (1) qualifier la topographie des surface en caractérisant les modes d'agglomérations des particules de poudre ou leur localisation vis-à-vis des ménisques, (2) caractériser la composition chimique locale par spectrométrie X à dispersion d'énergie (EDS), que ce soit sur les grains de poudre avant projection, ou sur des coupes métallurgiques des murs.

Le MEB Hitachi 4800 du PIMM a été utilisé pour l'observation des échantillons avant et/ou après attaque chimique à la fois en électrons rétrodiffusés (analyse topographique) et en électrons secondaires (mise en évidence de contrastes chimiques), avec des tensions d'accélération de l'ordre de 10 kV à 15 kV et des intensités de l'ordre de 10  $\mu$ A. Lors de l'analyse chimique EDS, on analyse l'émission des rayons X résultant de l'irradiation de la cible par le faisceau d'électrons. Les spectres obtenus sont caractéristiques des éléments constituant l'échantillon. L'émission se produit dans un volume appelé "poire d'interaction" de dimensions de l'ordre du  $\mu$ m<sup>3</sup>. Des informations quantitatives sur la proportion des éléments présents sont fournies par la comparaison des intensités relatives des pics d'émission après étalonnage préalable de l'appareil sur des échantillons purs.



Figure II-30 : MEB Hitachi 4800 du PIMM et spectromètre EDS

## II.3.4. ANALYSE METALLOGRAPHIQUE DES ECHANTILLONS FABRIQUES

Si l'objectif principal de l'étude est la compréhension de l'origine des états de surface en FDPL et leur amélioration, il nous a également paru important d'évaluer l'état métallurgique des matériaux élaborés afin de vérifier s'il était favorable à une utilisation industrielle, mais également afin de pouvoir disposer de données précises sur les microstructures de solidification, et en particulier sur la forme des zones fondues.

Pour cela, les murs élaborés ont suivi la procédure de préparation métallographique suivante :

- Micro-tronçonnage (Struers : Discotom-6 (Spindle Speed : 2850 RPM 50 Hz, 3420 RPM 60 Hz)) à vitesse d'avance réduite (0.2 mm/s) pour obtenir des coupes transverses ;
- Enrobage dans de la résine conductrice (pour analyse MEB) ou non ;
- Polissage sur une polisseuse automatique Struers (Tegrapol-31), avec des papiers SiC depuis le grade 320 jusqu'au grade 2400, puis avec des suspensions diamantées 6 µm et 1 µm pour Ti-6Al-4V ;
- Attaque chimique au réactif de Kroll (5 ml  $HNO_3 + 5$  ml HF pour 100 ml d'H<sub>2</sub>O) sur Ti-6Al-4V, et au réactif de Villela sur acier inoxydable.

La plupart des analyses métallographiques ont été réalisées sur Ti-6Al-4V et sur des coupes transverses. D'autres ont été effectuées sur des coupes longitudinales, ou sur l'acier inoxydable 316L.

## II.4. Les materiaux de l'etude

Nous avons choisi dans cette thèse de travailler sur deux matériaux : (1) un alliage de titane Ti-6Al-4V (2) un acier inoxydable 316L, pour plusieurs raisons :

- Les deux matériaux considérés, 316L et Ti-6Al-4V ont une large gamme d'utilisation dans différents secteurs industriels et des propriétés thermo-physiques assez bien connues, même en fonction de la température
- Ils ont fait l'objet de différentes publications récentes en FDL
- Ils présentent des propriétés thermo-physiques en partie différentes (la masse volumique ρ, la diffusivité a = k/ρCp), ce qui doit nous permettre d'envisager un effet spécifique des propriétés du matériau vis-à-vis de la formation des états de surface.

Les données de la littérature concernant les propriétés thermo-physiques des matériaux en fonction de la température sont beaucoup moins précises, surtout en ce qui concerne les propriétés des matériaux liquides : chaleur spécifique Cp et conductivité k, mais également et surtout la viscosité  $\eta$  (Pa.s), la tension superficielle  $\sigma$  (N.m<sup>-1</sup>), et le coefficient thermocapillaire  $\gamma = d\sigma/dT$  qui représente l'évolution de la tension superficielle avec la température, et conditionne l'amplitude et le sens des mouvements fluides dans les zones fondues.

## II.4.1. PROPRIETES DU TI-6AL-4V (TA6V)

## II.4.1.1. GENERALITES

Le titane pur est un métal léger largement utilisé dans le milieu aéronautique [BOYER 1996] (premiers étages des moteurs d'avion = aubes fan) et biomédical [TEXIER 2005] (prothèses de hanches ...), dont la densité ( $\rho = 4,4 \text{ g/cm}^3$ ) [GELAS 1976] est comprise entre celle de l'aluminium et celle de l'acier. En outre, il possède un point de fusion élevé ( $T_f = 1670 \text{ °C}$ ) ce qui permet son utilisation à haute température. La spécificité des alliages

de titane tient essentiellement à leur bonne résistance spécifique  $R/\rho$  par rapport aux autres matériaux métalliques.



Figure II-31 : Structure cristallographique du titane pur

Au niveau cristallographique, le titane pur a une structure  $\alpha$  ou  $\alpha/\beta$  en dessous de T $\beta$  (transus  $\beta$  et  $\alpha$ ) et beta audelà. T $_{\beta}$  varie selon les sources : T $_{\beta}$  = 882 °C [MAISONNEUVE 2008], T $_{\beta}$ = 947–950 °C [MILLS 2002] [BOIVINEAU 2006] et T $_{\beta}$ =1000 °C [ROBERT 2007].

L'alliage Ti6Al4V possède une structure biphasée  $\alpha/\beta$  avec comme composition nominale en masse : 6% d'aluminium et 4% de vanadium pour presque 90% de Titane (Tableau II-5). Dans l'alliage, l'aluminium stabilise la phase  $\alpha$  et améliore la résistance mécanique à chaud et la tenue au fluage. En revanche, il a tendance à nuire à la plasticité à chaud et à froid. Le vanadium est un composé  $\beta$ -gène qui réduit la tendance à la fragilisation des alliages riches en aluminium. Par contre, il peut abaisser la tenue à l'oxydation de l'alliage pour des teneurs élevés (> 10-15 %). 15 % en masse de vanadium est nécessaire pour stabiliser totalement la phase  $\beta$  métastable par trempe, laquelle est alors susceptible de durcir par revenu. A l'état naturel, le Ti-6Al-4V est un matériau électro-chimiquement passif, c'est-à-dire qu'il est recouvert d'une fine couche (quelques nm) d'oxyde de titane TiO<sub>2</sub> qui l'isole du milieu environnant.

| élément | Al        | V         | Ti           | Fe          | 0           | С           | Ν           | Н            |
|---------|-----------|-----------|--------------|-------------|-------------|-------------|-------------|--------------|
| % en    | 5.5 - 6.5 | 3.5 - 4.5 | $\approx 90$ | $\leq 0.25$ | $\leq 0.13$ | $\leq 0.08$ | $\leq 0.05$ | $\leq$ 0.012 |
| masse   |           |           |              |             |             |             |             |              |

Tableau II-5 : Composition de l'alliage Ti-6Al-4V selon la norme ASTM F136 [ROBERT 2007]

### II.4.1.2. PROPRIETES THERMO-PHYSIQUES DU TI-6AL-4V

Les propriétés physiques et mécaniques du Ti-6Al-4V trouvées dans la littérature (Tableau II-6) sont assez différentes (Tableau II-6). Cette différence s'explique par le fait que les matériaux sont chimiquement différents, bien qu'ils répondent aux exigences de la norme qui définit l'alliage de titane Ti-6Al-4V. Le tableau présente des valeurs moyennes de ces propriétés à température ambiante.

| $\rho$ (kg/m <sup>3</sup> )            | T <sub>solidus</sub> (K)                       | T <sub>liquidus</sub> (K)                      | T <sub>vap</sub><br>(K)  | $\Delta H_{fusion}$<br>(J.kg <sup>-1</sup> )                                 | $\Delta H_{vapo}$<br>(J.kg <sup>-1</sup> )      | Cp<br>(J.kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> ) | $K (W.m^{-1}.K^{-1})$ |
|--|--|--|--|--|---|--|-----------------------|
| 4424 <sup>d</sup><br>4470 <sup>e</sup> | 1875 <sup>f,g,k,h,1</sup><br>1923 <sup>b</sup> | 1928 <sup>f,g,k,h,l</sup><br>1948 <sup>b</sup> | 3533 <sup>k</sup><br>3315 <sup>h</sup><br>3285 <sup>b</sup><br>3600 <sup>a</sup> | 2,9.10 <sup>5f,g,k,</sup><br>3,7.10 <sup>5i,c,d</sup><br>4.10 <sup>5 j</sup> | 8,8.10 <sup>6i,j</sup><br>9,83.10 <sup>6k</sup> | 535 <sup>k, b</sup>                          | 5 <sup>e</sup>        |
| ()                                     |  |  | 00001(1)   |  | 00001()515                                      | 0010 1/0                                     | E 1 0 0 0 0 1         |

(a) [Kelly 2004A](b)[Robert 2007] (c)[Peyre 2008](d) [MAISONNEUVE 2008](e)[MORVILLE 2012A](f) [ANCA 2009] (g) [BOIVINEAU 2006] (h) [RAI 2009] (i) [JOUVARD 2001] (j)[MEDALE 2008] (k)[MILLS 2002](l)[S. MISHRA 2005]

#### Tableau II-6 : Propriétés thermo-physiques du Ti-6Al-4V

Une caractérisation des paramètres thermo-physiques (masse volumique, diffusivité thermique et chaleur massique) de l'alliage Ti-6Al-4V, utilisé dans notre étude, a été faite au laboratoire LIMATB de Lorient sur un mur élaboré par FDPL au PIMM. Plus de détails sur les méthodes de mesure sont disponibles dans [MORVILLE 2012A]. Quelques résultats de ces mesures sont présentés dans ce qui suit, et comparés à des données de la littérature.

#### II.4.1.2.1. Mesures des propriétés thermiques des poudres utilisées

La diffusivité thermique caractérise la capacité d'un milieu à propager une variation de température d'un point à un autre. Cette propriété a été évaluée par méthode flash à l'aide du diffusivimètre Netzsch<sup>®</sup> LFA 457/2/G. Via deux mesures de diffusivité thermique (sur l'échantillon Ti-6Al-4V et un échantillon de référence), on peut également accéder à l'évolution de la chaleur spécifique en fonction de la température. La Figure II-32 regroupe les résultats obtenus par rapport aux données de la littérature.



Figure II-32 : (a) Diffusivité thermique a (m²/s) (b) chaleur spécifique C<sub>p</sub> du Ti-6Al-4V [MORVILLE 2012A]

Selon la Figure II-32, la diffusivité thermique et la chaleur spécifique de l'alliage Ti-6Al-4V entre 20 °C et 1000 C peuvent être exprimées par les équations suivantes :

| $a(T) = 2,92.10^{-9}T + 2,64.10^{-6}$ | Équation II-9  |
|---------------------------------------|----------------|
| Avec T [°C] et a $[m^2/s]$            |                |
| $c_p(T) = 0,172T + 564$               | Équation II-10 |
| Avec T [°C] et a $[m^2/s]$            |                |

Connaissant la masse volumique, la chaleur massique et la diffusivité thermique, on peut alors calculer la conductivité thermique de l'alliage Ti-6Al-4V entre 20°C et 1000°C (Équation II-11).

$$k(T) = a(T) \cdot \rho(T) \cdot c_p(T) = 1,12.10^{-2}T + 6,17$$
 Équation II-11



Figure II-33 : Conductivité thermique de l'alliage Ti-6Al-4V fonction de la température selon différentes sources de la littérature et selon les mesures de LIMATB [MORVILLE 2012A]

#### II.4.1.2.2. Propriétés à l'état liquide

La connaissance des propriétés des métaux à l'état liquide (tension superficielle, viscosité) est primordiale dans la compréhension du comportement des zones fondues par laser. Cependant, la détermination de ces propriétés est une opération complexe. Différentes données existent sur le Ti-6Al-4V, sur une plage limitée de température, qui indiquent une diminution modérée de la tension superficielle  $\sigma$  avec la température (entre 1,6 N/m et 1,3 N/m) [WUNDERLICH 2005] et [SCHNEIDER 2002]. La pente de cette courbe,  $\gamma = d\sigma/dT$ , est le coefficient thermocapillaire, qui est de l'ordre de  $\gamma = -2,7.10^{-4}$  N.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup> selon [WESTERBERG 1998], [RAI 2009], [S. MISHRA 2005] et [MENG 2010] autour de la température de fusion (avec le phénomène de surfusion). Par contre, aucun résultat bibliographique ne mentionne la variation de  $\gamma$  avec le taux d'O<sub>2</sub> dans le métal liquide.





La viscosité dynamique  $\eta$  (Pa.s) du Ti-6Al-4V liquide varie entre 5.10<sup>-3</sup> Pa.s et 2.10<sup>-3</sup> Pa.s (Figure II-35) en fonction de la température, mais dépend beaucoup du degré d'oxydation. Ainsi [WUNDERLICH 2005] ont montré que la viscosité dynamique augmentait d'un facteur deux avec un taux d'oxygène élevé. Une viscosité dynamique de l'ordre de 4.10<sup>-3</sup> Pa.s sera considérée pour le Ti-6Al-4V liquide.



Figure II-35 : Viscosité dynamique de l'alliage Ti-6Al-4V fonction de la température et du taux d'oxygène selon la littérature

### II.4.1.2.3. Influence de l'oxygène sur les propriétés mécaniques du Ti-6Al-4V

Le titane est très réactif vis à vis des milieux oxydants car l'oxygène possède une grande affinité avec le titane : l'énergie de liaison Ti-O est comparable à celle de la liaison Ti-Ti [LIU 1988]. L'oxygène a, en effet, une solubilité élevée dans les alliages de titane [ROBERT 2007]. L'oxygène dissous dans les alliages de titane a une influence sur la composition et la proportion de leurs phases ainsi que sur leurs propriétés mécaniques [KAHVECI 1986], [PITT 2004], [GAO 2007] et [LEE 1990]. Des concentrations élevées, entraînent une fragilisation du matériau. Cependant, des concentrations contrôlées en oxygène sont un moyen d'atteindre des résistances élevées [KAHVECI 1986].

L'oxygène modifie également les propriétés de mise en forme du Ti-6Al-4V [PRASAD 2001]. Sous une exposition à l'air et à haute température, les alliages de titane tendent à former par diffusion de l'oxygène une couche en surface de quelques microns composée uniquement de phase  $\alpha$  très riche en oxygène, connue sous le nom de  $\alpha$ -case [PATANKAR 2001], [PITT 2004], [SERAPHIN 1965] et [BROIHANNE 1995]. La formation de cette couche intervient pour des teneurs en oxygène relativement élevées et son épaisseur est dépendante du temps et de la température d'exposition à l'oxygène de l'air. Cette couche de phase  $\alpha$  très riche en oxygène est fragilisante et très abrasive. Elle fait chuter les propriétés en fatigue car elle est le siège de sites d'amorçage de fissures [PATANKAR 2001] et [PITT 2004].
## II.4.2. PROPRIETES DE L'ACIER INOXYDABLE 316L

#### II.4.2.1. GENERALITES

L'acier 316L (Fe 16 à 19 % Cr 12 à 15 % Ni 2 à 3 % Mo) est un acier inoxydable austénitique ( $\gamma$  de structure CFC) utilisé dans tous les secteurs, et en particulier dans le milieu nucléaire, pour sa bonne résistance à la corrosion aqueuse, sa bonne soudabilité et ses bonnes propriétés mécaniques (résistance à rupture + allongement à rupture). Il est recouvert d'une couche passive de quelques nm d'épaisseur composée de Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + Cr(OH)<sub>3</sub> qui l'isole des milieux agressifs. Son faible taux de carbone (le «L» signifie « Low carbon » : < 0.1 % C) lui permet d'être insensible aux phénomènes de dé-chromisation aux joints de grain par formation de carbures de chrome. On peut également y trouver du soufre et du phosphore avec des quantités respectivement limitées à 0,03 % et 0,04 % en masse [DEPRADEUX 2003].

| Fe   | С           | Si  | Mn  | Cr   | Ni   | Мо  | Ν    |
|------|-------------|-----|-----|------|------|-----|------|
| Bal. | 0,03<br>max | 0,3 | 1,7 | 17,5 | 14,5 | 2,7 | 0,07 |

 Tableau II-7 : Composition chimique de l'acier inoxydable 316L en pourcentage massique (Wilthan et al., 2007)

#### II.4.2.2. *PROPRIETES THERMO-PHYSIQUES*

Les propriétés thermo-physiques moyennes du 316L relevées dans la littérature présentent une variation non négligeable. Les valeurs moyennes les plus représentatives sont présentées en Tableau II-8.

| $\rho$ (kg/m <sup>3</sup> ) | T <sub>solidus</sub> (K)   | T <sub>liquidus</sub> (K)   | T <sub>vap</sub><br>(K)                | $\Delta H_{fusion}$<br>(J.kg <sup>-1</sup> ) | $\Delta H_{vapo}$<br>(J.kg <sup>-1</sup> ) | Cp<br>(J.kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> ) | $K (W.m^{-1}.K^{-1})$ |
|-----------------------------|--|---|--|--|--|--|-----------------------|
| 7900                        | 1647 <sup>a, b,c,d</sup><br>1670 <sup>e</sup><br>1701 <sup>f</sup> | 1703 <sup>g,</sup><br>1730 <sup>e</sup><br>1765 <sup>a, b,d,m</sup> | 3090 <sup>g</sup><br>3013 <sup>1</sup> | $2,7.10^{5}$ g,a,h<br>$3.10^{5}$ d,f,c       | 7,45.10 <sup>6 g</sup>                     | 460 <sup>f,e,k,h</sup>                       | 12                    |

<sup>(</sup>a) [WEN 2010] (b) [ZHAO 2011] (c) [DEN BOSCH 2009](d) [PINKERTON 2004] (e) [KIM 1975](Kim, 1975) (f)[WILTHAN 2008] (g) [WALTAR 1981](h)[CARBONI 2002] (i)[JOUVARD 2001] (j) [MEDALE 2008] (k)[MILLS 2002] (l) [TOMASHCHUK 2011] (m)[SCHMIDT-HOHAGEN 2006]

#### Tableau II-8 : Propriétés thermo-physiques du 316L

#### II.4.2.2.1. Propriétés thermiques à l'état solide

L'évolution des données thermo-physiques ( $C_p$ , k) du 316L avec la température est présentée en Figure II-36, selon différentes sources bibliographiques. Ces données sont relativement peu dispersées par rapport à celles du Ti-6Al-4V.



Figure II-36 : (a) Chaleur massique (b) Conductivité thermique de l'acier 316L en fonction de la température selon différentes sources de la littérature [MORVILLE 2012A]

#### II.4.2.2.2. Propriétés à l'état liquide

La viscosité dynamique du 316L, selon différentes sources de la littérature et à la T= 2500 K, et de l'ordre de :  $\eta$ =6.10<sup>-3</sup> Pa.s,  $\eta$ =2,2.10<sup>-3</sup> Pa.s, 5.10<sup>-3</sup> Pa.s successivement selon [ZHAO 2011], [MILLS 2002] et [TOMASHCHUK 2011]. Cette viscosité est légèrement inférieure à celle du Ti-6A1-4V.

Dans le cas du 316L, le taux d'oxygène au sein de la zone fondue, ou le pourcentage de soufre dans le matériau de base (à quelques ppm près) ont une influence déterminante sur les coefficients thermocapillaires  $\gamma_T$ , et la forme des zones fondues [MILLS 2002] et [SAHOO 1988]. Le fer pur, constituant essentiel du 316L, présente une évolution linéaire décroissante de la tension de surface en fonction de la température donc un coefficient thermocapillaire  $\gamma_T = d\sigma/dT$  toujours négatif. En présence de soufre S, la tension superficielle  $\sigma$  évolue paraboliquement (croit puis décroit) en fonction de la température (Figure II-38) (en moyenne elle est de 1.7 N.m<sup>-1</sup>). Le coefficient thermocapillaire évolue donc en fonction de la température et change de signe (initialement positif puis négatif) à une température critique. Cette température critique de changement de signe du coefficient thermocapillaire, dépend du taux de soufre et du taux d'oxygène [SAHOO 1988].



Figure II-37 : Viscosité de l'acier 316L fonction de la température selon différentes sources de la littérature [MORVILLE 2012A]



Figure II-38 : Tension superficielle de l'acier 316L fonction de la température [MORVILLE 2012A]

Figure II-39 : Coefficient thermocapillaire de l'acier 316L fonction de la température

### II.5. LE MODELE NUMERIQUE UTILISE

Nous avons utilisé au cours de cette thèse un modèle numérique de fabrication directe par laser développé dans le cadre du projet ANR Profil [PEYRE 2008]. Ce modèle thermique solide a été implanté sur le code par éléments finis COMSOL Multiphysics<sup>TM</sup> et permet de calculer les distributions 3D de température lors de la construction multi-couches d'une géométrie simple de type mur. Il nous a permis de vérifier un certain nombre d'hypothèses et de résultats expérimentaux présentés dans cette thèse.

Les principales hypothèses du modèle sont les suivantes :

- Dans la configuration retenue, nous imposons la géométrie finale des murs, c'est-à-dire la hauteur par couche Δh (éventuellement évolutive), la largeur des murs e, et la longueur de fabrication. Les géométries considérées sont parallélépipédiques et on considère un plan de symétrie passant par le centre du mur, ce qui permet de ne considérer que la moitié de la géométrie (Figure II-40);
- L'ajout de matière est représenté par une fonction créneau de conductivité thermique κ (x, y, z, t) (Équation II-14) qui permet de simuler une interface entre de la matière fabriquée (conductivité thermique égale à k(T)) et de la matière en attente de fabrication (de l'air, de conductivité thermique proche de 0 W/m.K);
- Le dépôt source utilise la distribution spatiale de puissance laser identifiée expérimentalement, multipliée par une absorptivité A, qu'on considère indépendante de la température, et qui est le seul paramètre ajustable. La vitesse de fabrication est intégrée dans l'équation du dépôt source sous forme d'un changement d'origine (x-V.t);
- Les conditions aux limites intègrent (Équation II-13)) des pertes sur les surfaces libres par convection naturelle (avec un facteur h=10 W/m<sup>2</sup>.K) et par rayonnement (en considérant une émissivité ε fixée par défaut à 0.5);
- 5) Les propriétés thermo-physiques non linéaires (=f(T)) des matériaux ont été considérées. Au-delà de la température de fusion du matériau, nous avons considéré une augmentation artificielle (d'un

facteur 4) de la conductivité thermique k(T), permettant de simuler l'homogénéisation de la température en zone fondue par les effets convectifs.



Figure II-40 : Modèle géométrique 3D implanté sur COMSOL Multiphysics

Dans ces conditions, COMSOL Multiphysics résout l'équation de la chaleur en condition instationnaire (Équation II-12) et permet d'accéder aux dimensions des zones fondues et au cycle thermique T=f(t) en tout point du massif considéré. Certaines simulations ont également été réalisées en condition quasi-stationnaire (dépôt source statique, maillage fixe et vitesse imposée à la matière en entrée et sortie de massif) afin de calculer les contours de la zone fondue en condition de simple fusion de surface, sans apport de matière.

À titre d'exemple, pour un modèle géométrique à 15 couches maillées par 58788 éléments linéaires continus, le calcul thermique réalisé sur un PC de bureau disposant d'un processeur quatre cœurs et de 8 Go de RAM prend environ quinze minutes par couche.

$$\rho.C_{p}.\frac{\partial T}{\partial t} - \nabla.(k.\nabla T) = 0$$
 Équation II-12

$$-k(\nabla T.n) = \phi_0 - h_{conv} \cdot (T - T_0) - \varepsilon \cdot \sigma_{SB} \cdot (T^4 - T_0^4)$$
Équation II-13

avec  $h_{conv}$ : coefficient de convection = 10 W/m<sup>2</sup>/K,  $\varepsilon$ : émissivité,  $\sigma_{SB}$ : coefficient de Stefan-Boltzmann = 5.67.10<sup>-8</sup> W/m<sup>2</sup>/K<sup>4</sup>,  $T_0$ : température ambiante = 293 K,  $\phi_0$ : densité de puissance laser (appliquée sur la surface d'irradiation) = par exemple  $\phi_0$ =A.P/S<sub>0</sub> dans le cas d'un dépôt laser uniforme sur une surface S<sub>0</sub>

$$\kappa(T, t, x, z) = k(T) \cdot \left(1 - flc2hs(x - x_0 - V.t, x_{scale}) \cdot (1 - flc2hs(z - z_0, z_{scale}))\right)$$
Équation II-14

Avec flc2hs = Fonction créneau,  $x_{scale}$ ,  $z_{scale}$  : intervalles de transition,  $x_0$ ,  $z_0$  : positions initiales, V : vitesse de défilement (m/s), k(T) : conductivité thermique

# II.6. CONCLUSIONS

Ce chapitre était consacré à la présentation des nombreuses techniques expérimentales utilisées à la fois pour :

- mettre en œuvre le procédé de FDPL : caractérisation du jet de poudre, du faisceau laser et du taux d'oxygène au niveau de la zone d'interaction ;

- caractériser le procédé : étude de l'interaction laser – poudre – zone fondue et de l'hydrodynamique des zones fondues par caméra rapide, analyse des champs de température par pyrométrie ;

- mais également pour caractériser les structures finales : états de surface, états métallurgiques.

Pour ce qui concerne l'étude des surfaces, une approche spécifique a été retenue et présentée, qui consiste à séparer les différentes contributions en réalisant un filtrage des profils topographiques par l'intermédiaire d'un filtre spatial "cut-off".

Le chapitre a également permis d'introduire les deux matériaux utilisés et leurs propriétés thermo-physiques, ce qui a permis de justifier leur choix.

Enfin, le modèle numérique utilisé ponctuellement dans la thèse est brièvement présenté.

# CHAPITRE III : FABRICATION DIRECTE PAR PROJECTION LASER DU TI-6AL-4V EN REGIME CONTINU

## III.1. INTRODUCTION

Ce premier chapitre expérimental présente les études réalisées autour de l'élaboration de murs par interaction laser-poudre en régime continu, en balayant une large gamme de conditions expérimentales. Le chapitre est séparé en quatre sous-parties distinctes : (1) l'étude de l'interaction laser – poudre – bain liquide métallique, (2) l'analyse des hauteurs par couche et du rendement massique pour les différentes conditions utilisées, (3) l'étude des états de surface résultants, (4) la présentation d'un modèle analytique de calcul des états de surface. Tous les résultats présentés concernent l'alliage de titane Ti-6Al-4V et un éclairement laser P=f(t) continu. Un chapitre spécifique sera spécifiquement dédié à l'acier inoxydable 316L, afin de pouvoir évaluer l'effet de la nature du matériau sur la formation des états de surface.

# III.2. ETUDE DE L'INTERACTION POUDRE / LASER / BAIN LIQUIDE (BL)

Cette première partie décrit les conditions d'interaction laser – poudre – zone fondue conduisant à la formation des murs métalliques et des états de surface, en se basant sur différents diagnostics expérimentaux et des modèles plus ou moins simplifiés, à commencer par un modèle de couplage laser-poudre permettant de prédire l'état de la matière projetée.

#### III.2.1.CALCUL DE LA TEMPERATURE DES POUDRES PROJETEES

Plusieurs modèles dans la littérature ont étudié l'échauffement par laser des particules dans le jet de poudre pour le procédé de FDPL : [LIN 1999A], [LIN 1999B], [KOVALEVA 2011A], [PINKERTON 2007], [LIU 2005B], [PEYRE 2008] et [QI 2006].

Avant d'interagir avec la zone fondue et de contribuer à la croissance des couches de matière, le jet de poudre interagit coaxialement avec le faisceau laser (**Figure** III-1) sur une certaine distance d'interaction d<sub>i</sub>. L'échauffement résultant peut conduire ou non à la fusion de la poudre projetée et avoir une incidence non négligeable sur la stabilité du procédé et la qualité des états de surface. La mesure de la température des grains de poudre projetée n'étant pas possible avec les systèmes dont nous disposions (manque de résolution spatiale de la caméra thermique + petites particules sphériques dont l'émissivité varie avec l'angle de courbure), nous avons utilisé un modèle numérique simplifié pour calculer ces distributions de température. Dans un second temps (paragraphe III.4.4.1), nous étudierons l'influence de l'état de la poudre projetée (solide ou liquide) sur la qualité des états de surface.

Pour nos conditions expérimentales, la prévision des températures est basée sur le modèle de Qi [QI 2006] décrit en (Annexe – 5). Nous avons implanté ce modèle dans un programme sur Excel nous permettant de calculer, pour différents types de poudres ( $\rho$ ,  $C_p$ ), différentes granulométries ( $r_p$ ) et différentes distances d'interaction laser matière (d<sub>i</sub>), l'échauffement  $\Delta T$  d'un grain de poudre avant son arrivée dans le bain liquide (Équation III-1) en fonction de sa position x (mm) par rapport à l'axe du faisceau laser. Ce modèle est basé sur le temps d'échauffement d<sub>i</sub>/V<sub>p</sub> d'une particule projetée à vitesse V<sub>p</sub> et considère l'effet d'écrantage entre particules à travers une formulation de type Beer-Lambert (1-exp(-SNd<sub>i</sub>)). Toutefois, en raison du débit massique réduit des jets de poudre utilisés (1 g/min à 3 g/min) qui limite les distances inter-particules au cœur du jet (autour de 900 µm pour D<sub>m</sub>=2 g/min (Annexe – 6) à la sortie de buse), ce terme d'écrantage reste limité. Par contre, les dissipations thermiques de type convectives des particules chauffées lors de leur temps de vol dans le fluide porteur (Argon) ne sont pas considérées.

$$\Delta T_p = A \cdot \frac{d_i}{m_p C_p \cdot V_p} \cdot S_p(m^2) \cdot \emptyset(W/m^2) \cdot (1 - \exp(-S_p \cdot N_p \cdot d_i))$$
Équation III-1

Avec A : absorptivité de la poudre ( $\approx 0.38$ ),  $r_p$  : rayon du grain de poudre (22.5 µm à 37.5 µm),  $V_p$  : vitesse de la poudre (1.5 m/s estimée par caméra rapide); Ø : densité de puissance laser (W/m<sup>2</sup>),  $N_p$  : densité volumique de poudre (m<sup>-3</sup>),  $S_p$  : section efficace d'un grain de poudre (m<sup>2</sup>),  $d_i$  : distance d'interaction poudre-laser



Figure III-1: Configuration du jet de poudre pour les distances d'interaction  $d_i$ = 1 mm et  $d_i$ = 3 mm, correspondant à des distances de travail buse-substrat  $W_d$  = 4 mm et 9 mm

Pour les calculs, nous avons considéré : (1) deux distances d'interaction laser - jet de poudre ( $d_i = 1 \text{ mm}$  et  $d_i = 3 \text{ mm}$ ) correspondant à deux configurations expérimentales distinctes (**Figure III-1**), (2) les granulométries limites des poudres (45 µm à 75 µm) et (3) les gammes de puissances réellement utilisées (400 W et 500 W). Par ailleurs, le modèle considère les distributions réelles de densité de puissance laser  $\emptyset$  (W/m<sup>2</sup>) = f(x,y) et de débit massique surfacique D<sub>m</sub> = f(x,y) identifiées expérimentalement et présentées dans le chapitre II.

Les résultats des calculs (**Figure** III-2) montrent que pour la faible distance d'interaction  $d_i = 1$  mm, la température des grains de poudre est toujours inférieure à la température de fusion de Ti-6Al-4V (T<sub>f</sub> = 1640°C) pour toutes les poudres de diamètre supérieur à 45 µm. Donc dans cette configuration, qui correspond aux conditions de projection les plus souvent utilisées lors de cette thèse (distance de travail  $W_d = 4$  mm), la poudre interagit peu avec le faisceau laser et arrive à l'état solide au niveau du bain liquide. Ce résultat est en partie vérifié par l'observation des particules arrivant dans les zones fondues (caméra rapide). Par conséquent, les particules fondent uniquement au contact du bain liquide.

Pour la distance d'interaction  $d_i = 3$  mm, et des particules de 45 µm de diamètre, seules celles situées à moins de 0.3 mm du centre du faisceau passent à l'état liquide. En considérant une zone fondue de 2 mm de largeur moyenne, et en intégrant la courbe de débit massique entre -0.3 mm et + 0.3 mm, on peut estimer le pourcentage de particules fondues avant d'arriver dans le bain liquide à environ 20 %. Pour des particules de 75 µm, environ 12 % des particules projetées dans le bain liquide (celles situées à moins de 0.2 mm du centre du faisceau) sont fondues avant d'arriver au contact.

Au final, ce modèle montre bien que, aux hypothèses simplificatrices près, l'augmentation de distance d'interaction permet de passer d'une configuration pour laquelle les poudres ne fondent qu'au contact du bain liquide, à une configuration pour laquelle, jusqu'à 20 % de ces particules peuvent être fondues lors de leur temps de vol. A titre comparatif, la modélisation numérique du jet de poudre coaxial, décrivant l'écoulement diphasique Argon porteur / nuage de poudre proposé par S.Morville (Figure III-3), indique des températures moyennes des grains de poudre (autour de 2500 K) assez proches de celles calculées par notre modèle pour d<sub>i</sub> = 1 mm.



Figure III-2 : Température de grains de poudre de diamètre 45 μm à 75 μm pour deux distances d'interaction di (P = 400 W)





#### **III.2.2.** EVOLUTION DES DIMENSIONS APPARENTES DE LA ZONE FONDUE

La détermination par caméra rapide et mesure post-mortem des dimensions apparentes des zones fondues (hauteur H, largeur e, longueur L) et de leur évolution en fonction des paramètres du procédé est une information importante qui conditionne, à la fois, la stabilité géométrique des zones fondues ZF et les conditions d'interaction avec le jet de poudre. Dans ce qui suit, nous avons étudié l'évolution de ces dimensions en fonction de différents paramètres du procédé.

# III.2.2.1.INFLUENCE DES PARAMETRES DU PREMIER ORDRE (P, V, DM) - CAS D'UNE DISTRIBUTION GAUSSIENNE

La **Figure** III-4 représente l'évolution des tailles de zones fondues en fonction de la puissance laser à vitesse constante (a, b, c, d) et en fonction de la vitesse à puissance constante (e, f, g). Dans les deux cas, les paramètres L et H augmentent avec l'énergie linéique P/V (J/m), à taille de faisceau équivalente (d = 1.3 mm Gaussien). Par ailleurs, la puissance ne modifie pas la hauteur de matière apportée par le jet de poudre ou la hauteur par couche  $\Delta h$ , au contraire de la vitesse V (une augmentation de vitesse diminue le temps d'accumulation L/V de la poudre dans la zone fondue). Nous reviendrons au paragraphe III.3 sur l'évolution des valeurs  $\Delta h$ . Si on compare ces clichés, obtenus par visualisation latérale, à une coupe métallographique transverse (Figure III-5), on s'aperçoit cependant que la hauteur latérale apparente peut être assez différente de la hauteur au centre de la couche, en raison de phénomènes convectifs que nous évoquerons plus loin, et qui d'après la forme de la zone fondue, sont centrifuges.



Figure III-4 : Evolution des dimensions des bains liquides en fonction de la puissance à vitesse constante V=0.4 m/min (a, b, c, d), et en fonction de la vitesse (e, f, g) à P=320 W (éclairement Gaussien 1.2 mm, Dm=1 g/min)

Les dimensions (L, H, e) de l'ensemble des murs élaborés sur Ti-6Al-4V en régime continu avec irradiation Gaussienne (diamètre 1.2 mm) sont présentées en **Figure** III-6. Chaque mesure correspond à un mur unique sur lequel ont été réalisées au moins 3 mesures. Les mesures présentées ont été déterminées par caméra rapide (H et L) et au pied à coulisse (largeur e). Dans le premier cas (caméra), l'erreur sur la mesure a été estimée à 5 % (imprécision sur la distinction des contours de la zone fondue, fluctuation de la taille de zone fondue en cours de

procédé). Pour les mesures de largeur de la zone fondue (ZF) (on considère la largeur du mur comme égale à la largeur de la zone fondue, ce qui a été confirmé par des analyses par caméra dans l'axe de propagation du faisceau), les mesures au pied à coulisse sont perturbées par la présence plus ou moins prononcée d'agglomérats, et les variations de largeur du mur. L'incertitude sur la largeur e fluctue donc avec la rugosité et varie entre 5 et 10 %.



Figure III-5 : Etude dimensionnelle d'une zone fondue lors du procédé FDPL et sur Ti-6Al-4V (500 W – 0.4 m/min) (a) vue latérale par caméra rapide en cours de procédé (b) par analyse métallographique sur coupe transverse du mur solidifié

Globalement, les résultats obtenus sont logiques et montrent une augmentation des largeurs e (entre 1.9 mm et 3.5 mm) et des longueurs L (1.9 mm à 3.7 mm) de zones fondues avec P et 1/V, donc avec l'énergie linéique P/V (J/m). L'augmentation (modérée) du débit massique de 1 g/min à 2 g/min a peu d'effets sur la surface externe de la zone fondue, l'écrantage du faisceau laser par le nuage de poudre étant quasiment négligeable. A ce sujet, des expériences calorimétriques récentes (on mesure la puissance transmise à travers quelques mm de hauteur de jet de poudre) ont permis de mettre en évidence une très faible absorption (ou diffusion) du laser (de 5 à 10 %) par un jet de poudre Ti-6Al-4V à débit massique réduit ( $D_m < 3$  g/min), ce qui confirme les résultats obtenus [PEYRE 2008]. Simultanément, on observe une tendance à l'augmentation de la hauteur apparente fondue H avec le débit massique  $D_m$ . Cette évolution, même modérée, parait difficilement explicable pour la raison évoquée ci-dessus, mais gagnerait à être confirmée pour des débits massiques supérieurs.

A titre comparatif, des simulations thermiques solides ont été réalisées sur COMSOL Multiphysics<sup>TM</sup> afin d'évaluer les variations des dimensions extérieures (e, L) d'une zone fondue crée sur une plaquette en Ti-6Al-4V, sous irradiation laser Gaussienne. Les résultats présentés ci-dessous (**Figure** III-7) montrent un, relativement bon accord avec l'ordre de grandeur des tailles des zones fondues réelles. Cependant, l'augmentation de la puissance P(W), dans les simulations numériques, augmente les dimensions apparentes de la zone fondue d'une façon moins marquée que dans la réalité. En effet, la non-prise en compte des mécanismes convectifs, et en particulier des écoulements centrifuges de Marangoni sur Ti-6Al-4V, peut expliquer ce résultat. Nous reviendrons plus loin sur l'influence de ces convections [MORVILLE 2011A], [MORVILLE 2012F], [MORVILLE 2012E], [MORVILLE 2012C] et [MORVILLE 2011B].



Figure III-6 : Influence des paramètres du procédé (P, V,  $D_m$ ) sur les dimensions apparentes des zones fondues (hauteur H, longueur L et largeur e)



Figure III-7 : Comparaison des résultats expérimentaux avec une simulation numérique stationnaire 3D solide (chauffage d'un mur par faisceau laser Gaussien, V = 0.2 m/min, Dm = 1 g/min, absorptivité = 0.4)

#### III.2.2.2. INFLUENCE DE LA DISTRIBUTION SPATIALE DE PUISSANCE

A notre connaissance, aucune étude antérieure n'a concerné l'influence de la distribution spatiale de puissance laser, vis à vis de la géométrie des murs élaborés en FDPL. Des essais comparatifs ont été réalisés avec des distributions de puissance uniformes (« top-hat ») sur des diamètres laser de 1.2 mm et 1.8 mm (TH1.2 et TH1.8), afin d'évaluer leur effet vis-à-vis des dimensions et des formes de zones fondues, puis des états de surface qui en résultent. Des analyses de faisceau n'ayant pu être faites sur les 2 configurations top-hat, nous représentons en Figure III-9, les distributions de puissance théoriques au point focal. On remarque que la puissance au centre de la tache laser gaussienne de 1.2 mm de diamètre (G1.2) est environ 5 fois plus importante que celle du TH1.2 et de 9 à 10 fois plus importante que celle du TH1.8. Cette distribution, très variable d'un régime à l'autre, doit donner des distributions de température variables, des comportements fluides différents, et est censée entraîner des variations dimensionnelles.

En moyenne, les résultats obtenus (Figure III-8) mettent en évidence : (1) des dimensions de bains liquides maximales dans le cas de l'irradiation top-hat 1.2 mm (TH1.2), en particulier à faible vitesse (V=0.1 m/min) et à puissance élevée, (2) des dimensions minimales dans le cas de l'irradiation Gaussienne. Ces variations sont particulièrement marquées pour ce qui concerne la largeur e des murs élaborés (variable à +/- 30 % près), directement dépendante des mouvements de Marangoni (centrifuges sur le Ti-6Al-4V - Figure III-5 (b)). De tels résultats ne sont pas forcément attendus au vu des distributions d'intensité (Figure III-9), qui sembleraient indiquer des gradients thermiques plus prononcés en distribution Gaussienne. Cependant, si l'on compare la largeur des zones fondues (de 2 mm à 3.8 mm) avec la taille du dépôt d'énergie laser, on peut penser que le gradient thermique en bord de zone irradiée (plus prononcé pour le G1.2) a un effet important sur les mouvements fluides. L'analyse des gradients thermiques en zone fondue (ZF) sera présentée au paragraphe III.2.3.2.2. Enfin, les valeurs de hauteurs apparentes H varient assez peu (+/- 5 %) avec la distribution spatiale d'éclairement laser.

L'évolution des dimensions des bains liquides et de leurs formes dépend essentiellement de l'énergie linéique P/V (J/m) reçue par le mur (paragraphe III.2.2.1) et des mouvements fluides dans le bain liquide qui résultent de (1) l'effet des forces thermocapillaires (Marangoni) liées au gradient thermique dans le bain liquide, (2) l'effet des forces de gravité exercées sur la zone fondue. Si l'on calcule le rapport entre les deux contributions (1) la force de gravité :  $P_g = \rho.g.H$  et (2) la force thermocapillaire  $P_{\gamma} = 2.\gamma/R$ , on peut calculer le nombre de Bond Bo =  $[\rho.g.H]/[2.\gamma/R]$  qui indique la prédominance de l'une ou l'autre des forces. Sur du titane liquide, le nombre de Bond Bo << 0.2, ce qui indique que l'effet capillaire est toujours dominant par rapport à l'effet de la gravité sur un alliage Ti-6Al-4V, même pour des éclairements laser homogènes.



Figure III-8 : Influence de la distribution de puissance laser (uniforme ou gaussienne) sur les dimensions apparentes des zones fondues avec H = hauteur, L = l ongueur et e = largeur (G1.2 = Gaussien 1.2 mm, TH1.2 = top-hat 1.2 mm, TH1.8=top-hat 1.8 mm)



Figure III-9 : Distribution spatiale de densité de puissance laser pour une puissance moyenne P=500 W et pour trois types de distributions : Gaussienne de diamètre 1.2 mm (Gauss 1.2), uniforme de diamètre 1.2 mm (TH1.2) et uniforme de diamètre 1.8 mm (TH1.8)

#### III.2.2.3.COMPARAISON DES DIMENSIONS DES BAINS LIQUIDES OBTENUES EXPERIMENTALEMENT ET NUMERIQUEMENT

La différence entre les tailles de la zone fondue obtenues expérimentalement, pour les trois types d'éclairement laser et celles calculées par un modèle numérique thermique solide (**Figure** III-10), confirme que les dimensions du bain liquide ne peuvent pas être estimées sans prise en compte des mouvements de convection, et en particulier de la convection thermocapillaire directement liée aux gradients de température en zone fondue. Ainsi, expérimentalement, l'éclairement TH1.2 est celui qui entraîne les zones fondues les plus larges (**Figure** III-7) alors que numériquement, il s'agit de l'éclairement TH1.8.





#### **III.2.3.***COMPORTEMENT ET PROPRIETES DES ZONES FONDUES*

En nous appuyant sur des analyses vidéo par caméra rapide, nous nous intéressons ici au comportement des zones fondues en Ti-6Al-4V, à la fois à travers :

(1) leur interaction avec les particules projetées qui conditionne la présence ou non de particules agglomérées en surface des murs ;

(2) leur distribution spatiale de température, et les mouvements hydrodynamiques associés, qui influent sur les géométries finales des murs.

En préambule de ces études, nous avons également utilisé la caméra rapide afin d'évaluer un débit de gaz vecteur optimal pour l'ensemble de nos essais. Le débit du gaz porteur de poudre a été optimisé selon deux critères : (1) pouvoir entraîner toute la poudre sans boucher la buse de projection, (2) ne pas déformer la surface de la zone fondue (ZF). Nous avons ainsi choisi une valeur de 4 L/min, représentant une vitesse fluide théorique en sortie de buse de 2,5 m/s, comme débit optimum pour la buse (Figure III-11).



Figure III-11 : Optimisation du débit du gaz vecteur de poudre à partir de la déformation de la ZF. Un débit de 4 l/min permet d'assurer un débit régulier sans déformer la surface de la ZF

#### III.2.3.1.*INTERACTION JET DE POUDRE – SUBSTRAT ET HYDRODYNAMIQUE DES ZONES* FONDUES

Les analyses par caméra rapide nous fournissent différentes informations intéressantes parmi lesquelles: (1) les différents types de comportement des particules arrivant dans la zone fondue (ZF), (2) les mouvements hydrodynamiques des zones fondues à travers l'étude du déplacement des particules en surface de bain liquide.

#### *III.2.3.1.1.Comportement des particules dans la zone fondue*

Les vidéos de l'interaction poudre-ZF (**Figure** III-12) montrent qu'un grain de poudre projeté arrivant à proximité de la ZF a différentes options :

- (1) il fond quasi-instantanément au contact de la zone fondue;
- (2) il ne pénètre pas complètement dans la zone fondue, reste en surface, et se déplace sous l'effet de la convection thermocapillaire avec deux évolutions possibles : (a) il finit par fondre (b) il débouche

partiellement fondu à l'arrière de la zone fondue, et se retrouve sous forme de particule agglomérée à la surface du mur ;

- (3) il rebondit sur la zone fondue et ne participe pas à la croissance des couches. On considère que quelques pourcents seulement des particules projetées dans la zone fondue vont rebondir. Ce phénomène de ricochet est favorisé par les vitesses fluides importantes en zone fondue;
- (4) il s'agglomère directement sur le substrat solide, sans interagir avec la zone fondue. ;
- (5) il n'interagit ni avec le bain liquide ni avec le substrat (cas des particules situées en extrêmepériphérie du jet de poudre).

Si l'on considère le comportement des particules arrivant dans la zone fondue, il s'avère que la majorité de ces particules fondent instantanément (particule n°3 de **Figure** III-12, ou se déplacent pendant quelques ms dans le bain liquide avant de fondre (particules n° 1 et 2). A titre indicatif, le temps théorique de fusion d'une particule de 60  $\mu$ m de diamètre moyen, au contact d'un bain fondu de 1930 K au minimum est de l'ordre de t=0,24 ms<sup>4</sup>. L'ordre de grandeur des temps nécessaires à la fusion de la particule au contact du bain liquide théorique (t<sub>fpBL</sub>= 0.24 ms) et les temps de parcours moyens dans la zone fondue (1 à 4 ms) sont donc assez proches.

Cela peut expliquer que les particules les plus volumineuses (diamètre 100  $\mu$ m) interagissant avec l'arrière de la zone fondue ne soient pas complètement fondues (exemple : particule n°2 dans la **Figure** III-13). D'autres hypothèses permettent également d'expliquer une fusion incomplète, comme l'existence d'une couche d'oxyde en suspension à la surface du bain liquide, et/ou les tensions de surface associées qui ne permettent pas à la particule de pénétrer complètement dans la zone fondue.

Les particules qui ne fondent que partiellement dans la zone fondue (par exemple, les plus grosses d'entre elles = particule n° 2 de la **Figure** III-13) et débouchent à l'arrière de la zone fondue peuvent, sous certaines conditions, se retrouver agglomérées sur les parois latérales finales des murs. Tout dépend de la hauteur à laquelle débouche la particule par rapport à la hauteur totale de la zone fondue. Si la hauteur de débouché de la particule est inférieure à  $\Delta h$  (le cas h<sub>1</sub> de la Figure III-14), la particule ne sera pas refondue par le bain liquide de la couche suivante (i+1), restera agglomérée à la surface du mur et contribuera au mauvais état de surface de ce dernier. Sinon (cas h<sub>2</sub> de la Figure III-14), la particule émergente en couche i sera refondue par le passage du bain liquide de la couche (i+1). Par conséquent, la densité de particules agglomérées résiduelles diminue logiquement lorsque  $\Delta h/H$  diminue.

Enfin, les particules qui s'agglomèrent directement sur le substrat solide et qui contribuent très largement aux mauvais états de surface, n'ont pas pu être visualisées par caméra rapide.

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup>Ce temps est calculé en considérant la diffusion de la chaleur à travers une particule de poudre<sup>4</sup> :  $e = 2\sqrt{a.t}$ , donc  $t = \frac{e^2}{4a}$ , avec  $a = \frac{\lambda}{\rho C_p}$  : diffusivité thermique, e : la distance parcourue par la chaleur = le rayon de la particule). Le calcul du temps de fusion est basé sur des hypothèses simplificatrices : (1) la particule est complètement immergée en ZF, (2) on considère un rayon moyen de particule de l'ordre de 30 µm, (3) on considère une température homogène en ZF.



Figure III-12 : Séquence d'images (f = 3 kHz) mettant en évidence le mouvement de particules à la surface de la ZF. Les particules n°s 1, 2 et 5 sont transportées par la ZF et fondent au bout de : t1=4.6 ms, t2=0.66 ms et t5= 0.33 ms. La particule n° 3 fond instantanément (t3< 0,33 ms). La particule n°4 se déplace vers l'avant du bain liquide et s'agglomère à l'interface solide-liquide, mais sera fondue par l'avancée de la ZF. Dans tous les cas, les vitesses de déplacement des particules sont proches de 0.5 m/s, et leur déplacement est centrifuge



Figure III-13 : séquence d'images (f = 3 kHz) décrivant le mouvement des particules en surface de ZF. La particule n°1 projetée au centre du bain liquide fond presque instantanément (0.33 ms). La grosse particule n°2 ne fond pas complètement lors de son transport par la ZF, et s'agglomère au bas du bain liquide. Elle se retrouvera comme agglomérat à la surface du mur solidifié contrairement aux particules n°3 et 4 qui seront refondues par les couches ultérieures.



Figure III-14 : (a) Interaction particule-zone fondue : une particule qui émerge à l'état solide (partiellement fondue) à l'arrière du bain liquide de la couche i sera refondue par le bain liquide de la couche (i+1) lorsque  $h > \Delta h$ , et restera agglomérée sur les parois lorsque  $h < \Delta h$ , (b) description schématique des mouvements fluides en zone fondue

III.2.3.1.2.Analyse des vitesses de particules à la surface du bain liquide - Mouvements hydrodynamiques en zone fondue

Différents types de mouvements fluides sont observés dans les zones fondues :

(1) des mouvements centrifuges (mouvements 1 en Figure III-14 (b)). Ces mouvements sont attribués aux gradients de température et de tension superficielle entre le cœur et le bord de la zone fondue (convection de Marangoni). Dans le cas du Ti-6Al-4V, le coefficient  $\gamma_T$  (N.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>) étant négatif, ces mouvements sont centrifuges (de la partie chaude vers la partie froide de la zone fondue), ce qui est confirmé par l'ensemble des observations expérimentales. Une approximation de ces vitesses a été effectuée grâce au suivi de la trajectoire d'une particule en surface du bain liquide.

(2) des mouvements latéraux quasi-périodiques orientés vers l'arrière du bain liquide (mouvements 2 en Figure III-14 (b)). Ces mouvements peuvent être émis depuis l'avant par un " pincement " de la zone fondue (entre le front solide/liquide et la zone d'interaction laser-matière), ou peuvent être dus à des micro-accélérations de la table de déplacement, ce qui expliquerait leur caractère périodique. Dans les deux cas (centrifuges ou vers l'arrière), les mouvements fluides présentent des vitesses  $V_{1 BL}$  très supérieures à la vitesse relative laser par rapport au substrat V.

L'étude des vitesses des particules transportées à la surface du bain liquide peut nous renseigner sur l'amplitude des mouvements de convection en zone fondue. Dans la plupart des cas, les particules se déplacent selon un mouvement centrifuge par rapport au centre de la zone fondue. Si l'on considère l'exemple de la particule n°1 de la **Figure** III-12, cette particule parcourant 0.9 mm en 1.66 ms, sa vitesse dans le fluide est donc estimée à  $V_{pBL} = 0.54$  m/s. Une analyse de la vitesse de déplacement de ces particules a donc été menée sur un nombre représentatif de particules, et pour différents paramètres procédé (Figure III-15).

Globalement, la courbe de  $V_{pBL}$  en fonction de P et V (Figure III-15) ne met pas en évidence une influence nette des paramètres du procédé vis-à-vis des vitesses fluides  $V_f$  en zone fondue. Dans tous les cas, on identifie des valeurs de vitesses proches de 0.5 m/s, quelles que soient la puissance, la vitesse, ou la taille des particules considérées (non identifiable expérimentalement). De même, l'utilisation de différentes distributions de puissance (Gaussienne ou uniforme) ne semblent pas avoir d'effet significatif sur les vitesses des particules.



Figure III-15 : Influence de la puissance P et la vitesse V sur les vitesses des particules transportées en surface de zone fondue : (a)  $V_{pBL} = f(P)$  pour V = 0.4 m/min (b)  $V_{pBL} = f(V)$  pour P=250 W ( $D_m = 2$  g/min)

Ces valeurs peuvent être comparées aux vitesses moyennes  $V_f \approx 1$  m/s déterminées par simulation numérique [MORVILLE 2012A] en surface du bain liquide. Les différences peuvent venir des propriétés thermo-physiques des zones fondues prises en compte dans les simulations et des simplifications associées (bain liquide homogène, pas de couche d'oxyde en suspension...).

#### III.2.3.1.3.Aspect des particules agglomérées

Globalement, on observe une tendance à la localisation des particules dans le creux des ménisques latéraux, c'est-à-dire dans les parties inférieures des zones fondues (**Figure** III-16). Suivant l'état du substrat (solide ou liquide) et de la particule projetée, la forme des agglomérats varie, ce qui est confirmé par une analyse MEB des surfaces.



Figure III-16 : Etat de surface (MEB) d'un mur élaboré avec P=320 W, V=0.2 m/min et Dm=1g/min. Les particules agglomérées sont essentiellement localisées dans les parties inférieures des couches

On peut alors émettre les hypothèses suivantes : (1) lorsque la particule a interagi avec la zone fondue et a été partiellement fondue, la surface de contact particule-substrat est importante et la particule apparait comme plus étalée et enfoncée dans le mur (particules partiellement fondues), (2) lorsque la particule s'est incrustée directement sur les parois solides, la forme de la particule reste sphérique et la surface de contact est réduite. On voit alors apparaître un phénomène de "necking" (formation d'un "cou" entre la particule et le substrat), avec une fusion très localisée à l'interface mur-particule.

Enfin, l'étalement de la particule sur le mur est favorisé par une température élevée ou un passage à l'état liquide avant l'arrivée en zone fondue. En certains endroits de la surface, répartis de façon aléatoire, on peut retrouver des agglomérats de plusieurs particules partiellement fondues. Ces agglomérats sont plus nombreux à faible puissance laser, c'est-à-dire pour des largeurs de zones fondues réduites (Figure III-18). Dans ce cas (à faible e), le débit massique surfacique local (g.s<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>) en vis-à-vis de la paroi latérale augmente, ce qui contribue à augmenter le nombre de particules impactant la surface.

Au final, on peut établir un diagramme de synthèse des différents types d'interaction particules-substrat (Figure III-17).



Figure III-17 : Interaction poudre – ZF- substrat : Différents modes d'agglomérations des particules



Figure III-18 : Types d'agglomérations de poudre (a) particules agglomérées à l'état solide et liquide (b) agglomérat de plusieurs particules (faible puissance laser)

#### **III.2.3.2.** *DETERMINATION DES TEMPERATURES DANS LES ZONES FONDUES*

Ce paragraphe est consacré à la détermination des champs de température T=(x,y) dans les zones fondues, avec pour objectif principal une évaluation des températures maximales et des gradients thermiques  $\partial T/\partial x$  à l'origine des mouvements convectifs, et des géométries de murs qui en résultent. Indirectement, les champs de température en ZF vont également conditionner la composition chimique (phénomènes de vaporisation éventuels d'éléments d'alliage), les états de surface des murs fabriqués (qui sont directement fonction de la géométrie des bords de zones fondues), et les microstructures (l'orientation des grains métallurgiques).

#### III.2.3.2.1. Etude des températures en zone fondue par caméra thermique FLIR

La température et sa distribution dans les bains liquides déterminent : (1) les mouvements hydrodynamiques 3D du bain liquide, (2) la forme et les dimensions du bain liquide : qui sont la résultante directe de la quantité d'énergie acquise et de sa distribution ainsi que l'hydrodynamique des bains liquides (3) les états de surface à travers la taille et la forme des bains liquides, (4) la composition chimique à travers des risques éventuels d'évaporation, (5) la microstructure des murs fabriqués (l'orientation et la forme des grains dépend essentiellement des gradients thermiques et de la vitesse de refroidissement). Ces différents facteurs et leurs évolutions en fonction des paramètres du procédé (P, V,  $D_m$ ) seront étudiés plus en détail dans la suite du chapitre.

Pour déterminer la température dans le bain liquide, nous avons tout d'abord utilisé une caméra thermique FLIR SC4000, dotée d'un capteur InSb de 320 x 240 pixels, permettant de travailler dans la bande spectrale  $\lambda = 2$ -4 µm (Figure III-19), à des fréquences d'acquisition maximales de l'ordre de 100 Hz. Dans toutes les mesures effectuées, la caméra thermique a été positionnée à 90° par rapport au bord latéral des substrats.

Afin d'identifier une émissivité moyenne  $\varepsilon$  du substrat (avec le dispositif présenté en **Figure** III-19) sur la gamme de température du procédé, nous avons calibré cette émissivité par une mesure comparée de la température dans le substrat en deux points avec la caméra thermique et des thermocouples de type K. Concrètement, nous avons soudé les thermocouples par décharge capacitive à 1,5 mm du haut du substrat et à respectivement 10 et 18 mm du bord (contrôle de la position des thermocouples par loupe binoculaire). Nous avons ensuite enregistré simultanément la courbe d'évolution de la température par thermocouple et de la

luminance par caméra IR. Le meilleur accord thermocouple / caméra IR (**Figure** III-20) est alors obtenu pour une émissivité  $\varepsilon$ =0.6, qui permet de reproduire correctement l'ensemble du cycle thermique en phase solide, que ce soit dans le substrat, ou dans les couches de matière ajoutées.



Figure III-19 : Dispositifs utilisés pour le calibrage de l'émissivité de la caméra thermique (caméra IR + thermocouples de type K de 125 µm de diamètre)



Figure III-20 : Calibration de l'émissivité de la caméra thermique par thermocouple - Evolution de la température à 1.5 mm du bas du substrat et à 18 mm du côté latéral : (a) avec des thermocouples de type K (b) avec la caméra IR et une émissivité de  $\epsilon$ =0.6 (400 W - 0.4m/min – 1 g/min)

Cependant, les cartographies 2D obtenues par la caméra thermique (**Figure** III-21) n'ont pas permis de déterminer précisément les températures en zone fondue pour plusieurs raisons :

- La résolution spatiale de la caméra thermique est trop limitée dans les conditions utilisées (1 pixel =  $200 \ \mu$ m) ce qui ne permet pas d'évaluer les gradients de température dans le bain liquide.
- La fréquence d'acquisition limitée (< 100 Hz pleine fenêtre), a posé un problème pour l'étude du régime pulsé (cf chapitre suivant)
- Une émissivité fixe est considérée sur toute la fenêtre d'analyse et pendant toute la période d'acquisition. Or, une nette transition d'émissivité apparaît à l'interface ZF/solide.

En conclusion, la caméra thermique a permis de déterminer avec une bonne précision la température dans le solide (mur construit et substrat) une fois l'émissivité calibrée par thermocouple. Par contre, en raison d'une méconnaissance de l'émissivité du métal liquide (supposée être inférieure à celle du solide) et de résolutions spatiales et temporelles limitées, l'étude des distributions de température en zone fondue n'a pas été satisfaisante.



Figure III-21 : Champ de température mesuré par caméra thermique IR (SC4000). Le changement brusque de température apparente en bord de la zone fondue est dû à une chute d'émissivité du Ti-6Al-4V à l'état liquide

#### III.2.3.2.2.Etude thermique par pyrométrie 2D et spectrale

Deux techniques de pyrométrie optique différentes (pyrométrie spectrale et pyrométrie 2D à bande spectrale) ont été utilisées afin de mesurer la distribution de température dans les bains liquides. Ces deux méthodes originales et complémentaires, développées dans le cadre de la thèse de [MULLER 2013] (**Figure** III-22), sont basées sur la loi de Planck : (1) la pyrométrie par spectroscopie permet de déterminer la température et l'émissivité  $\varepsilon$  dans le bain liquide sur un diamètre représentatif (de 560 µm), (2) La pyrométrie 2D utilisant des caméras rapides calibrées permet de déterminer la distribution de température T=f(x,y) dans tout le bain liquide.

Globalement, la pyrométrie est basée sur la correspondance bijective entre la luminance du corps noir à une longueur d'onde  $\lambda_0$  et sa température (Équation III-2, Équation III-3). Plus la température augmente, plus le corps rayonne, à toutes les longueurs d'onde, et la luminance  $L_{\lambda,B}$  présente un maximum unique à chaque température, se déplaçant vers les faibles longueurs d'ondes quand la température augmente (Figure III-23).

Équation III-2

Équation III-3

Avec

 $L_{\lambda,B}(\lambda,T) = \frac{2hc^2}{\lambda^5} \frac{1}{\left(\exp(\frac{hc}{k,\lambda T}) - 1\right)}$ 

 $T = C_2 \ln^{-l} \left( I + \left( \frac{C_1}{L_{2R}(T)} \right) \right)$ 

 $L_{\lambda,B}$ : luminance spectrale du corps noir,  $h = 6,626 \times 10^{-34}$  J.s: constante de Planck, c = 299792458 m/s: vitesse de la lumière dans le vide,  $k_b = 1,38 \times 10^{-23}$  J/K: constante de Boltzmann,  $C_1 = \frac{2hC^2}{\lambda^5}$  et  $C_2 = \frac{h.c.}{K_b\lambda}$ 

En réalité, les corps réels ne sont pas des corps noirs (ils émettent moins) et le facteur de proportionnalité entre la luminance du corps noir et celle d'un corps réel est l'émissivité  $\varepsilon$  (Équation III-4). Cette dernière dépend du matériau, de la température, de la longueur d'onde, mais aussi de l'état de surface (rugueux, poli...) et de l'angle d'émission  $\theta$  :  $\varepsilon = f(\lambda, \theta, T)$ . Pour simplifier, nous avons considéré que l'émissivité est constante dans le bain liquide quelque soit la température et l'angle  $\theta$  d'inclinaison de la caméra (une étude de sensibilité montre que si

on fait varier l'angle de moins de 60°, la température mesurée varie peu) et ce, sur une bande spectrale donnée [800 nm, 950 nm] sur laquelle seront réalisées toutes les mesures.

$$L_{\lambda,\exp}(\lambda,T) = \varepsilon(\lambda,T) * L_{\lambda,B}(\lambda,T)$$

Équation III-4

La différence entre les deux méthodes pyrométrique est résumée dans la Figure III-22.



Figure III-22 : Principe et spécificité des deux méthodes pyrométriques

Dans un premier temps, un spectromètre (pyrométrie spectrale), utilisé dans la bande spectrale [500 nm – 700 nm] à une fréquence 500 Hz, pendant un temps d'intégration de 1 ms, permet de mesurer simultanément et indépendamment la température T et l'émissivité  $\varepsilon$ . Un système de deux lentilles (distances focales 20 et 12 mm) injecte l'image de la zone observée (de diamètre 0,56 mm) dans une fibre de 1 mm de diamètre reliée au spectromètre. La technique, décrite dans [MULLER 2012], ne fait aucune hypothèse forte sur l'émissivité du corps étudié et ne nécessite aucune connaissance préalable de son émissivité. La variation d'émissivité avec la longueur d'onde est cependant supposée être décrite par une relation du type  $\varepsilon = m.\lambda + b$ . L'algorithme de Levenberg-Marquardt (L-M) [BEVINGTON 2003] permet de déterminer, d'après le spectre de la zone observée, la valeur des coefficients m, b et les températures de manière indépendante. Les valeurs d'incertitudes (*cf* [MULLER 2012]) sont évaluées à environ 4% pour notre dispositif.

Dans un second temps, une caméra (pyrométrie 2D à bande spectrale) PHOTRON CMOS, utilisée avec une fréquence de 250 à 2000 Hz et un temps d'intégration de 0.01 à 4 ms selon la configuration a été étalonnée de manière à pouvoir déterminer la luminance en chaque point du bain liquide. Cette luminance permet, en supposant l'émissivité de la zone observée comprise entre 0.3 et 0.4 pour le Ti-6Al-4V (déterminée par pyrométrie spectrale), de déduire la température avec une incertitude de l'ordre de 90 K, 75 K et 100 K respectivement pour 2100 K, 2600 K et 3300 K.

Ces deux techniques ont été étalonnées en utilisant comme référence la luminance du niobium et du vanadium à leur point de fusion, dont l'émissivité est connue et est donnée en fonction de la longueur d'onde :  $\varepsilon = m\lambda + b$  dans [CEZAIRLIYAN 1971], [CEZAIRLIYAN 1992], [MCCLURE 1997] et [POTTLACHER 2007]. On utilise donc le plateau de solidification du matériau pur, avec T<sub>f</sub> et  $\varepsilon(\lambda)$  connus, et on déduit la luminance  $L_{\lambda,exp}$  (le niveau de gris) à la température de fusion.



Figure III-23 : (a) Base théorique des méthodes pyrométriques utilisées et bande spectrale utilisée pour chaque méthode [MULLER 2013] (b) principe de traitement des niveaux de gris (vue coaxiale de la ZF)

Pour la pyrométrie spectrale, on récupère le spectre de la bande de solidification du matériau étalon I(t, $\lambda$ ), (I( $\lambda$ ,t) étant une matrice représentant la luminosité détectée en fonction du temps et de la longueur d'onde) et on calcule une fonction d'étalonnage (Équation III-5). A partir de cette fonction, nous pouvons déterminer la luminance, la température et l'émissivité de n'importe quel matériau grâce à l'algorithme de L-M (on a deux inconnues  $\varepsilon$  et T avec N équations, N étant le nombre de longueurs d'onde du spectre). La principale source d'incertitude provient du calcul de la luminance de référence de l'étalonnage : erreurs sur T<sub>f</sub>, m et b du corps étalon. Au final, des incertitudes de l'ordre de dT/T = 2 % et d $\varepsilon/\varepsilon$  = 15 % ont été calculées.

Pour la pyrométrie 2D à bande spectrale, on relève les niveaux de gris  $N_g$  correspondant à une luminance de référence dans différentes conditions de réglage (temps d'obturation, ouverture du diaphragme de l'objectif et densités optiques ajoutées) puis on trace la courbe  $N_g=f(X)$  (Équation III-7) et on retient la valeur de la pente k et de l'ordonnée à l'origine d. Puis, on calcule à chaque fois la luminance (Équation III-8) et la température (Équation III-9) à partir des données d'étalonnage et de l'émissivité du matériau en question. Les trois sources d'incertitude pour la mesure proviennent de  $N_g$ , k' et  $\varepsilon$ . L'incertitude dT sur la température est calculée à partir de l'incertitude sur la luminance (Équation III-11), (**Figure** III-24).

| $\eta(\lambda) = \frac{I(t_{resol}, \lambda)}{(\lambda - T_{resol})^{2} + (T_{resol}, \lambda)}$                            | Équation III-5 |
|---|----------------|
| $\varepsilon(\lambda, T_{melt}) * L_{\lambda, B}(T_{melt}, \lambda)$ $L_{\lambda, B}(\lambda) = I(\lambda) / \eta(\lambda)$ | Équation III-6 |
| $X = \varepsilon_{R}(T) \cdot L_{R}(T) \cdot \tau \cdot 10^{-D}$  | Équation III-7 |
| $L_{B} = (N_{g} - d) / (k' \cdot \varepsilon_{IR} \cdot \tau \cdot 10^{-D})$  | Équation III-8 |
| $T = C_2 \cdot \ln^{-1} \left( \frac{C_1 \cdot k' \cdot \varepsilon_R \cdot \tau \cdot 10^{-D}}{N_g - d} + 1 \right)$       | Équation III-9 |

Le calcul des incertitudes sur les températures mesurées, par pyrométrie 2D à bande spectrale, a été fait comme suit : (1) calcul de l'incertitude sur le coefficient k' |dk'/k'| = 5 % de l'équation d'étalonnage par la méthode des moindres carrés (LSM) [17] (avec  $\frac{\partial \varepsilon}{\varepsilon} = 2$  % [11] et  $\partial N_g/N_g = 2$  %), (2) calcul des incertitudes sur la luminance du corps noir, en considérant une relation linéaire entre L<sub>B</sub>, N<sub>g</sub>,  $\varepsilon_{IR}$  et k' (Équation III-10), (3) Calcul

Équation III-11

de l'incertitude sur la température à partir de celle de la luminance (le problème étant que la relation entre  $L_B$  et T n'est pas linéaire) (Équation III-11). Au final des incertitudes de l'ordre de 75 K à 100 K ont été calculées, pour des températures maximales de 2100 à 3300 K.

$$|dL_B/L_B| = |dN_g/(N_g - d)| + |dk'/k'| + |d\varepsilon_{IR}/\varepsilon_{IR}|$$
Équation III-10

2. 
$$dT = |T(L_B + dL_B) - T(L_B - dL_B)|$$



Figure III-24 : courbe d'étalonnage des caméras avec calcul de l'incertitude de l'ordonnée à l'origine (b'=1.4584) et de la pente de la courbe d'étalonnage (k'=0.0045) selon la méthode LSM (moyenne des carrés pondérés) pour la caméra coaxiale

III.2.3.2.2.1.. Résultats de pyrométrie spectrale

Les mesures de la température et de l'émissivité par spectroscopie comme décrites précédemment, donnent des valeurs de température sur une plage de 560 µm de diamètre, au centre du bain liquide, en fonction du temps.





La mesure de température par pyrométrie spectrale nous renseigne sur les niveaux de température atteints en zone fondue (T= 2700 K en moyenne sur une tâche de 0.56 mm de diamètre pour P=600 W, V=0,4 m/min et  $D_m$ =1 g/min en **Figure** III-25), mais ne permet pas de déterminer les gradients thermiques et la distribution de température en ZF. Par contre, elle permet de déterminer l'émissivité. Ainsi, une émissivité expérimentale de  $\varepsilon$ =0,37 pour T=2700 K a pu être déterminée sur la bande spectrale [500 nm-700 nm]. En considérant que  $\varepsilon$  varie peu entre les bandes spectrales [500 nm – 700 nm] et [800 nm – 950 nm], cette valeur sera donc exploitée comme élément d'entrée dans les mesures de température par pyrométrie 2D à bande spectrale. A titre comparatif, l'émissivité de l'alliage Ti-6Al-4V à l'état liquide varie dans la littérature de  $\varepsilon$ =0.4 [WESTERBERG 1998] et [MILLS 2002] à  $\varepsilon$ =0.7 [RAI 2009].

#### III.2.3.2.2.2. Résultats de pyrométrie 2D à bande spectrale

Nous avons mesuré la température dans le bain liquide grâce à une caméra coaxiale et une caméra latérale (pyrométrie 2D à bande spectrale) pour différentes puissances (320 W à 600 W), vitesses (0.1 m/min à 0.6 m/min), et distributions spatiales de l'éclairement laser (TH1.8, TH1.2 et G1.2). Dans tous les cas, les distributions de température mesurées correspondent à un instant t représentatif, donc peuvent diverger de l'état quasi-stationnaire de la zone fondue<sup>5</sup>.

Pour deux angles d'analyse (coaxial et latéral : Figure III-26), on remarque qu'une augmentation de <u>vitesse</u> entraîne : (1) une diminution de la taille apparente du bain liquide, (2) des niveaux de température maximales assez proches au centre de la zone fondue (3100 K à 3200 K), mais une décroissance plus rapide de la température sur les côtés, donc des gradients thermiques supérieurs. Ces résultats peuvent apparaître surprenants si l'on considère la diminution d'énergie linéique P/V lorsque V augmente, qui devrait entraîner la formation de zones fondues plus froides. Cependant, quand on augmente la vitesse, le volume de matière apporté et la hauteur par couche diminuent, ce qui contribue à plus chauffer le substrat sous-jacent (Figure III-26) et contrebalance la diminution d'énergie linéique.



Figure III-26 : Cartographie de température (K) dans le bain liquide en fonction de la vitesse V en cours de FDPL : a) 0.4 m/min (b) 0.3 m/min (c) 0.2 m/min (d) 0.1 m/min (en haut : mesure coaxiale, en bas : mesure latérale)

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> Une mesure moyennée dans le temps pixel par pixel sur un nombre d'images représentatif aurait peut-être permis de dissiper ce doute mais aurait « lissé » les résultats.

Une augmentation de <u>puissance</u> a pour effets d'augmenter la taille des zones fondues, la température maximale atteinte au centre de celle-ci (de 2600 K à 3300 K) et les gradients thermiques G (K/mm) (Figure III-27 et Figure III-28). Au-delà de P=500 W, des températures maximales supérieures à 3000 K sont mesurées, qui dépassent donc localement 2770 K qui est la température de vaporisation de l'aluminium. Dans ces conditions, on peut donc supposer que le matériau élaboré par FDPL aura une composition chimique différente de celle de la poudre initiale et que sa microstructure en sera affectée.

L'impact de la puissance laser vis-à-vis de la température maximale du bain liquide est plus prononcé que celui de la vitesse. L'explication tient au fait que la vitesse V modifie à la fois la quantité d'énergie P/V apportée au mur et la quantité de poudre injectée dans le bain liquide, donc les hauteurs  $\Delta$ h alors que la puissance P ne fait qu'augmenter l'énergie linéique ( $\Delta$ h reste constant quand P augmente). Dans tous les cas, le gradient thermique maximal est localisé au bord de la zone fondue (Figure III-28) et augmente avec la puissance (Figure III-31).



Figure III-27 : Evolution de la distribution de la température (K) dans le bain liquide en fonction de la puissance (320 W à 600 W) au cours de la construction de murs en Ti-6Al-4V



Figure III-28 : Distribution de température T=f(y) en fonction de la puissance pour une projection de l'abscisse curviligne (vue coaxiale) (V=0.4 m/min et D<sub>m</sub>=1 g/min) [GHARBI 2012B]

#### CHAPITRE III : FABRICATION DIRECTE PAR PROJECTION LASER DU TI-6AL-4V EN REGIME CONTINU

A puissance et vitesse équivalentes, le changement de <u>distribution de puissance laser</u> a un effet significatif sur les distributions de température dans la zone fondue. Les niveaux de température maximum (2580 K à 320 W et 2910 K à 500 W) sont obtenus au centre des zones fondues, pour la distribution Gaussienne et, chose plus étonnante, pour la distribution uniforme 1.2 mm (TH1.2) (Figure III-30). En TH1.8, les niveaux de température atteints sont de 300 K à 400 K plus faibles, en raison d'un éclairement laser plus homogène (cf **Figure** III-10). Le fait que les températures maximales atteintes soient aussi élevées en G1.2 qu'en TH1.2 pourrait s'expliquer par une redistribution de la chaleur et une homogénéisation locale des températures par convection thermocapillaire dans l'éclairement Gaussien.

A titre comparatif, les distributions de température obtenues par un modèle thermo-hydrodynamique 3D [MORVILLE 2012A] montrent des niveaux de température bien plus élevés en Gaussien qu'en top-hat, à diamètre de faisceau équivalent (1.2 mm), mais des niveaux assez comparables à ceux déterminés expérimentalement (2500 K à 2900 K).



Figure III-29 : Distribution de température (en K) en ZF en fonction de la distribution spatiale de puissance ( P=400 W, V=0,4 m/min, Dm=1 g/min) (a) TH1,8 (b) TH1,2 (c) G1,2



Figure III-30 : Evolution de la température en fonction de l'abscisse curviligne projeté y en fonction de la distribution de puissance (a) 320 W, (b) 500 W

A partir des distributions de température mesurées, nous avons également identifié des niveaux de gradients thermiques  $\partial T/\partial y$  maximum et moyens en zone fondue, qui sont censés être le moteur de la convection de Marangoni.

Les gradients moyens de température  $G_{moy} = \partial T/\partial y$  obtenus en zone fondue, varient ainsi de 788 à 1250 K/mm entre 320 W et 600 W, ce qui traduit des vitesses fluides latérales théoriquement 50 % plus élevées à forte

puissance. De même, les gradients thermiques maximaux  $G_{max}$ , présents en bord de zone fondue augmentent de 40 % entre P=320 W et P=500-600 W (620 W à 1720 K/mm).

L'influence de la distribution de puissance laser sur l'évolution des gradients thermiques  $\partial T/\partial y$  est moins évidente. Si ces derniers sont nettement diminués par l'utilisation d'une distribution uniforme de 1.8 mm de diamètre (Figure III-31 (b)), les valeurs de gradients maximum identifiées pour l'éclairement TH1.2, entraînant le gradient d'éclairement laser le plus important, sont curieusement plus faibles que pour l'éclairement G1.2. Cependant, l'identification des gradients maximum dépend fortement de la distance élémentaire  $\Delta y$  considérée pour le calcul (considérée égale à 0.4 mm), ce qui peut fortement faire varier les résultats.

Au final, l'utilisation d'une distribution uniforme a bien pour effet de réduire les gradients thermiques, et ce d'autant plus que la taille de la zone fondue est très peu supérieure à celle de la zone éclairée par le laser (= configuration TH1.8).



Figure III-31 : Evolution du gradient thermique max et moyen (a) en fonction de P pour une distribution Gaussienne (b) en fonction de la distribution spatiale de puissance pour P=500 W

Pour ce type de gradients thermiques, une estimation analytique des vitesses fluides de surface, obtenue grâce à l'Équation III-12 [MATSUNAWA 1984] et [MATSUNAWA 1982] en considérant un récipient liquide de hauteur h, nous donne des vitesses minimales de l'ordre de 11 m/s, bien supérieures aux valeurs mesurées. Par contre, sur un cas test (0.4 m/min – 400 W), le modèle numérique de [MORVILLE 2012A] résolvant de façon couplée les équations de la chaleur et de Navier-Stokes, a calculé des vitesses fluides V<sub>f</sub> moyennes de 0,4 m/s et maximales de 1,4 m/s en ZF en irradiation gaussienne, et de 0,64 m/s et 1,27 m/s en irradiation uniforme.

$$V_{f} = \frac{1}{4\eta} \cdot H \cdot \frac{\partial T}{\partial x} \cdot \gamma$$
 Équation III-12

Avec H: hauteur de zone fondue  $\approx 0.001 \text{ m}$ ,  $\eta$ : viscosité dynamique = 0.0035 Pa.s sur Ti-6Al-4V,  $\gamma$ : coefficient thermocapillaire =  $\partial \sigma / \partial T = -2.10^{-4} \text{ N.m}^{-1} \text{ K}^{-1}$  sur Ti-6Al-4V

A titre comparatif, des calculs thermiques-fluides résolvant de façon couplée les équations de la chaleur et de Navier-Stokes ont permis à [MORVILLE 2011A] et [GHARBI 2011A] de confirmer l'ordre de grandeur des vitesses fluides estimées par caméra rapide ( $V_f = 0.5 - 1$  m/s en surface [MORVILLE 2011A]) dans les zones fondues en considérant des forces thermocapillaires, et un coefficient  $\partial \sigma / \partial T = -10^{-4}$  N.m.K<sup>-1</sup> pour le Ti-6Al-4V [WUNDERLICH 2005]. Le modèle numérique 2D complémentaire de ce travail est présenté en [MORVILLE 2012B].

#### III.2.3.3.INFLUENCE DE L'HYDRODYNAMIQUE SUR LA FORME DES ZONES FONDUES

Dans ce qui suit, nous avons réalisé des coupes métallographiques afin d'étudier la forme des zones fondues et solidifiées, et leur évolution avec les différents paramètres du procédé, donc avec les distributions de température et de vitesse fluide associées. L'objectif global est d'aboutir à une meilleure compréhension de l'évolution des géométries 3D des zones fondues. L'un des problèmes auxquels nous avons été confrontés a été d'identifier le contour, et en particulier la limite basse de la dernière zone fondue, sans la confondre avec la limite de la zone affectée thermiquement (ZAT), correspondant au transus  $\beta$  du titane.

Dans tous les résultats présentés, cette limite basse de la zone fondue présente une forme concave, qui confirme la présence de mouvements de Marangoni centrifuges, donc d'un coefficient  $\partial \sigma/\partial T < 0$  (Figure III-32). Dans un premier temps, nous avons étudié l'effet de la puissance laser P, qui a un impact très important sur la température (paragraphe III.2.3.2) et sur la taille des ZF. Quelle que soit la distribution spatiale de l'éclairement (TH1.8 ou G1.2), la concavité, traduite par l'angle  $\theta_2$  augmente avec la puissance. Ce résultat traduit l'évolution des gradients thermiques en ZF : à P = 320 W,  $\partial T/\partial y=$  720 K/mm et  $\theta_2 = 15^\circ$  et à P = 500 W,  $\partial T/\partial y=$  1000 K/mm et  $\theta_2 = 36^\circ$ . Concrètement, les coupes transverses montrent également que si la hauteur apparente H (accessible par caméra rapide) augmente nettement avec la puissance (Figure III-32 (a)), la hauteur fondue au centre du mur varie peu, à hauteur par couche  $\Delta$ h équivalente. Par ailleurs, l'angle  $\theta_1$  correspondant à la partie supérieure de la ZF augmente également et se raidit avec la puissance (75° à 320 W contre 64° à 500 W).





Figure III-32 : Coupes métallurgiques - Effet de la puissance laser sur la forme des zones fondues :(a) éclairement Gaussien, V=0.4 m/min,  $D_m$ =1 g/min, P=320 W et P=500 W : la ZF est plus creusée à P élevée et les grains métallurgiques sont orientés en corolle, (b) distribution uniforme TH 1,8 V=0.2 m/min,  $D_m$ = 1 g/min, P=320 W, 400 W, 500 W

Si l'on compare la distribution uniforme TH1.8 (Figure III-32 (b)) à la distribution Gaussienne (Figure III-32 (a)), à puissance équivalente, les concavités des parties inférieures des zones fondues sont légèrement plus prononcées en TH1.8 (45° contre 36° à P=500 W). Ce résultat semble en contradiction avec les gradients thermiques plus prononcés en irradiation gaussienne. Il est confirmé par les coupes présentées en Figure III-33. Ces résultats montrent surtout que la réduction des gradients thermiques en TH1.8 s'accompagne d'un élargissement des zones fondues (e et H augmentent, ainsi que la limite de ZAT) et d'une augmentation de concavité. Un résultat intéressant qui peut être également extrait de ces coupes concerne l'orientation des grains métallurgiques du Ti-6Al-4V, qui suit la courbure du front de solidification. Lorsque la zone fondue est très concave, les grains prennent une orientation en corolle (P=500 W, Figure III-32 (a)), qui diffère de l'orientation verticale classique des grains colonnaires à faible concavité (P=320 W, Figure III-32 (a)).

Enfin, la limite de la ZAT est beaucoup plus plane que celle de la zone fondue, ce qui traduit une homogénéisation de la chaleur par conduction thermique. De plus, la position de cette ZAT se décale d'autant plus vers le bas des murs que la puissance P est plus importante, quelle que soit la distribution spatiale de l'éclairement laser.



Figure III-33 : Coupes métallurgiques – influence de la distribution spatiale de puissance laser sur la forme des zones fondues (P= 500 W, V=0.4 m/min) : (a) G1.2, (b) TH 1.8

Durant toute la thèse, nous avons choisi de travailler avec des débits massiques réduits (autour de 1 g/min) pour réduire les valeurs de  $\Delta h$  et améliorer les états de surface. Différents essais ont cependant été réalisés à 3 g/min. Dans ces conditions, et en particulier à faible puissance laser (320 W) et faible vitesse (0.1 m/min), les valeurs de  $\Delta h$  sont très élevées (> 1 mm), la majorité de l'énergie laser incidente est utilisée pour fondre les particules projetées, et le facteur de dilution (la profondeur de substrat refondue) est quasiment nul.

# III.3. ANALYSE DES HAUTEURS PAR COUCHE ET DU RENDEMENT MASSIQUE

L'apport de matière dans le bain liquide est assuré par l'écoulement confiné de la poudre. La hauteur par couche résultante  $\Delta h$  est essentiellement dépendante de la surface d'interaction entre le jet de poudre et la surface libre du bain liquide. La distribution du jet de poudre au niveau de cette zone d'interaction détermine alors la quantité de matière disponible avec seule une fraction de cette poudre contribuant à la croissance du dépôt. L'interaction

matière / bain liquide dépend aussi de la température, taille, vitesse et angle d'incidence de la poudre et des propriétés rhéologiques de la phase liquide et de la phase gazeuse [YARIN 2006].

La hauteur par couche étant l'un des paramètres essentiel responsable de la dégradation des états de surface, ce paragraphe est consacré à leur évolution en fonction des différents paramètres du procédé. Les largeurs e des murs sont considérées équivalentes aux largeurs des zones fondues présentées dans le paragraphe précédent.

Par ailleurs, le rendement massique du procédé est un paramètre clé à considérer, conjointement à l'optimisation des états de surface. Nous proposerons donc un modèle simplifié de calcul à la fois des rendements massiques et des hauteurs par couche.

#### **III.3.1**. EVOLUTION DES HAUTEURS PAR COUCHE

Les hauteurs par couche moyennes  $\Delta h$  sont calculées en divisant la hauteur totale  $H_m$  construite, mesurée au pied à coulisse, par le nombre total de couches. Les valeurs de  $\Delta h$ , peuvent aussi être évaluées sur coupe métallurgique par microscopie optique (Figure III-32) ou par scan de la surface (Figure III-34), et mesure de la distance entre deux ménisques consécutifs.

Comme pour un certain nombre d'études antérieures [MAISONNEUVE 2008], [MAISONNEUVE 2006] et [PEYRE 2008], les hauteurs par couches  $\Delta$ h augmentent quasi-linéairement avec <u>l'inverse de la vitesse 1/V</u>, mais évoluent très peu avec la puissance (**Figure** III-36). Comme nous le verrons dans le chapitre consacré au 316L, ce résultat est indépendant de la nature de la poudre projetée, de la distribution spatiale, de l'éclairement laser ou du débit massique (en dessous d'un certain seuil au-delà duquel l'intégralité de la poudre projetée ne peut être fondue au contact de la zone fondue). Si l'on reprend les formulations analytiques simplifiées de  $\Delta$ h ( $\Delta$ h =  $(D_m^*, L)/(\rho, V)$  avec L = longueur représentative commune entre le jet de poudre et la zone fondue (comme le jet de poudre est assez large, la longueur du bain liquide est la longueur représentative)), l'un des paramètres essentiels est le temps d'accumulation t<sub>acc</sub>= L/V de la poudre en zone fondue qui conditionne le volume de matière injectée et fondue, et  $D_m^*$  (g.s<sup>-1</sup>.m<sup>-2</sup>) =  $D_m / (\pi r_{jet}^2)$  le débit massique surfacique moyen. Avec une telle approche, une augmentation de vitesse V conduit naturellement à une augmentation quasi-linéaire de  $\Delta$ h avec 1/V, accentuée par le fait que les longueurs L augmentent également avec 1/V. De façon similaire, l'augmentation de débit massique surfacique moyen  $D_m^*$  augmente logiquement le volume de matière accumulée donc, à e constant, la valeur de  $\Delta$ h.



Figure III-34 : Photos des murs élaborés en fonction de la vitesse (la longueur des murs est de 4 cm) (a) V=0.4 m/min ( $\Delta h$ =0.22 mm), (b) V=0.2 m/min ( $\Delta h$ =0.43 mm), (c) V=0.1 m/min ( $\Delta h$ =1.19 mm) pour P = 400 W etD<sub>m</sub> =2 g/min. La hauteur par couche  $\Delta h$  augmente avec 1/V

<u>L'influence de la puissance laser</u> est moins intuitive. Si l'on considérait une distribution massique uniforme du jet de poudre, l'augmentation de puissance aurait pour effet d'augmenter les longueurs des zone fondue, donc les longueurs  $L_{acc}$  et les valeurs de  $\Delta h$  dans la limite où  $L_{acc}$  est supérieure au diamètre du jet de poudre. Par contre, dans le cas d'une distribution quasi-Gaussienne de poudre (cas des buses coaxiales), le volume de poudre injecté par unité de temps dépend fortement de la surface d'interaction ZF/poudre (proche de e \* L dans le cadre de murs fabriqués par FDPL). En intégrant l'équation de la Gaussienne de poudre bornée par la largeur

de la zone fondue, on peut alors définir un débit massique surfacique efficace  $D_{m,eff}^{*}(g.min^{-1}.mm^{-2})$  correspondant à un débit moyen réellement mis en œuvre, qui diminue avec la taille des zones fondues, jusqu'à tendre vers le débit surfacique moyen global. Des zones fondues étroites seront alors alimentées par le pic de la gaussienne de poudre, donc par un  $D_{m,eff}^{*}$  élevé. Ce phénomène contrebalance l'effet du temps d'accumulation et permet d'expliquer pourquoi  $\Delta h$  varie peu, voire diminue avec P (**Figure III-36, Figure III-37**).



Figure III-35 : Débit massique surfacique efficace en fonction de la largeur du mur e : lorsque e augmente, la valeur de débit efficace tend vers la valeur de débit surfacique moyen  $Dm^*(2 \text{ g/min}/(\pi \text{rjet}^2))$ 



Figure III-36 : Cas d'une distribution Gaussienne – Influence de (P, V, Dm) sur les valeurs de  $\Delta h$  (D<sub>m</sub> = 1 g/min et D<sub>m</sub> = 2 g/min).

L'influence spécifique de la <u>distribution de la puissance laser</u> a également été envisagée. Quelle que soit la distribution spatiale, les hauteurs  $\Delta h$  restent globalement inchangées avec la puissance. A vitesse élevée (0.4 m/min), les différences sont peu marquées. Par contre, pour V=0.1 m/min, la distribution uniforme TH1.2 entraîne les  $\Delta h$  les plus faibles ( $\approx 0.55$  mm) et la distribution gaussienne G1.2 les  $\Delta h$  les plus élevés ( $\approx 0.9$  mm). Ces résultats peuvent être interprétés en considérant les dimensions des ZF. Par exemple, pour P=400 W et

V=0,1 m/min,  $\Delta h$  varie inversement à e (e = 3.35 mm pour TH1.2, e=3.1 mm pour TH1.8 et 3 mm pour G1.2 : Figure III-8). On a donc une bonne adéquation entre l'évolution de e et celle de  $\Delta h$  qui s'explique par le fait que lorsque e augmente, le débit massique efficace diminue (**Figure** III-35).

La corrélation entre la forme de l'éclairement et la taille des zones fondues dépend de l'amplitude des mouvements fluides dans les zones fondues. Ainsi, le TH1.2 est le régime qui présente le gradient d'éclairement laser le plus marqué, donc à priori les gradients thermiques et les mouvements de Marangoni les plus prononcés localement. Il présente donc logiquement la zone fondue la plus large, et le  $\Delta h$  le plus faible par diminution du  $D_{m,eff}$ . De même, le TH1.8 (éclairement laser le plus homogène et convections de Marangoni réduites), entraîne les murs les plus étroits et les  $\Delta h$  les plus élevés. Par contre, les valeurs de  $\Delta h$  et e ne sont pas facilement corrélables aux distributions de température en zone fondue, et en particulier aux valeurs de gradients estimées (Figure III-31 (b)).



Figure III-37 : Influence de la distribution de puissance las r (Gaussien / uniforme) sur les hauteurs par couche ( $D_m=1$  g/min).

# III.3.2. Calcul des rendements massiques $R_M$ et des hauteurs par couche $\Delta H$

Afin de quantifier l'influence des différents paramètres expérimentaux vis-à-vis des hauteurs par couche  $\Delta h$ , mais également du rendement du procédé, deux modèles de calcul ont été développés sous tableur excel :

- Un modèle 2D original (qui suppose que la distribution de la poudre est de symétrie axiale) permettant de calculer le rendement théorique à partir de la distribution surfacique du jet de poudre D<sub>m</sub><sup>\*</sup> = f(x) et de la demi-largeur moyenne de la zone fondue. Ce modèle permet également d'estimer Δh en considérant l'intégrale de la fonction de débit massique surfacique bornée par les limites de la zone fondue (Équation III-14);
- Un modèle 3D dérivé d'un modèle récent [PEYRE 2008] permettant de décrire l'interaction jet de poudre zone fondue sur un ensemble d'éléments discrétisés de taille  $\Delta I = 25 \mu m$ , puis de calculer les hauteurs de couche à partir de la connaissance de la distribution du jet de poudre, et de la géométrie de la zone fondue.

$$\Delta h = \frac{1}{e.\,L} \, . \int_{-\frac{L}{2}}^{+\frac{L}{2}} \int_{-\frac{e}{2}}^{+\frac{e}{2}} D_{m}^{\ *}(x,y).\,\rho \cdot dx.\,dy$$

Équation III-14
#### III.3.2.1.CALCUL DU RENDEMENT MASSIQUE THEORIQUE ET COMPARAISON AVEC L'EXPERIENCE

La maîtrise des rendements est importante car, dans le cadre d'une application industrielle, l'optimisation des états de surface ne doit pas se faire au détriment du rendement d'interaction. Dans tous les essais de FDPL effectués, nous avons travaillé au plan focal poudre (PFP) afin de bénéficier du jet le plus étroit et le plus concentré, donc de favoriser les rendements  $R_m$  les plus élevés. Cependant, en raison d'une dégradation de l'état de surface intérieur de la buse de projection ou de collisions particule-particule, qui provoquent des déviations aléatoires des grains de poudre en dehors du cône principal (de rayon  $r_{jet}=2$  mm au PFP), une proportion importante de poudre projetée (estimée égale à  $\chi = 15$  % par pesée de la masse de poudre débouchant à travers un trou de diamètre 4 mm) est déviée et ne contribue pas à la croissance des couches.

En considérant la formulation analytique du jet de poudre  $(D_m^*(g. s^{-1}. m^{-2}) = 5. \frac{D_m}{(\pi r_{jet}^2)} \exp\left(-\frac{5(x^2+y^2)}{r_{jet}^2}\right))$ , nous pouvons alors calculer l'évolution du rendement massique théorique en fonction d'une dimension caractéristique de la zone fondue, considérée comme égale à la largeur e du bain liquide (dimension minimale de la zone fondue). Dans cette approche simplifiée, (1) on calcule le débit massique théorique moyen dans la zone fondue en intégrant la fonction de distribution de poudre sur un cercle de diamètre e, (2) on divise cette masse par le débit massique réel pondéré par un facteur (1- $\chi$ ), représentant les pertes latérales de poudre.

$$R_{m \ th \acute{e}orique} = \frac{\iint_{x,y}^{e,L} D_m^0. \, dx. \, dy}{(1-\chi). D_m}$$
Équation III-15

On obtient alors une courbe  $R_m(\%) = f$  (e) sur laquelle on peut reporter les rendements théoriques mesurés expérimentalement (Figure III-38). Globalement, l'évolution des  $R_m$  avec la largeur des zones fondues est bien reproduite, mais les rendements réels correspondent à environ 87 % des rendements calculés dans la gamme de 1 - 2 g/min. L'écart de 13 % peut être, en partie, attribué à des phénomènes de rebonds de la poudre sur la zone fondue (cf paragraphe III.2.3.1).



 $\label{eq:Figure III-38: Comparaison du rendement massique théorique (avec correction de 15\% sur la masse théorique projetée) et expérimental en fonction de la largeur du bain liquide « e » pour Ti-6Al-4V (D_m=1.5 et 2 g/min)$ 

Dans ce qui suit (calcul des hauteurs par couche), le rendement massique ainsi déterminé sera utilisé dans le calcul des hauteurs par couche  $\Delta h$ , pour lequel nous considèrerons, comme donnée d'entrée, non pas le débit massique moyen  $D_m$  (g/min) mais, le débit massique corrigé du taux de pertes de 15 % :  $D_{m,réel} = D_m^*(1-\chi)$ , avec  $\chi = 15$  %.

#### III.3.2.2. Prediction des hauteurs par couche $\Delta h$

Le modèle analytique développé avant la thèse pour le calcul des hauteurs par couche est basé sur la description de l'interaction entre le jet de poudre et la zone fondue, en considérant cette interaction sur une surface discrétisée par des éléments d'espace  $N_{ij}$  de largeur  $\Delta l=25 \mu m$  [PEYRE 2008] (détail du modèle en Annexe – 7). Le modèle est construit de la façon suivante : (1) calcul de la surface d'interaction poudre / ZF donc du nombre d'éléments sur lequel se produit l'interaction, (2) calcul de la somme des contributions unitaires  $\Delta h_{ij}$  à la croissance des couches, (3) calcul de la somme des contributions  $\Delta h_{ij}$  et la moyenne sur la largeur de mur e. A ce noyau de base peut s'ajouter une contribution thermique qui borne les valeurs de  $\Delta h$  calculées lorsque l'énergie contenue en zone fondue n'est pas suffisante pour fondre toute la poudre projetée. Dans ce qui suit, nous n'utiliserons pas cette partie thermique, les débits massiques utilisés étant trop faibles pour que de la poudre ne puisse pas être fondue.

Dans la routine Excel associée, nous renseignons les informations suivantes :

- les dimensions (e, L) de la surface externe des zones fondues, en intégrant la dissymétrie avant/arrière de la zone fondue sous forme de deux demi-ellipses (Figure III-39);
- la formulation analytique de la distribution surfacique de poudre ;
- les propriétés thermo-physiques du matériau (C<sub>p</sub>, ρ) ;
- la vitesse de construction V ;
- le débit massique D<sub>m</sub> corrigé du taux de pertes de 15 %.



Figure III-39 : (a) Géométrie du bain liquide projetée dans le plan de travail, (b) surface d'interaction zone fondue / poudre discrétisée en éléments de 25 µm de côté

Les valeurs de  $\Delta$ h calculées avec le modèle 3D sont en assez bon accord avec les données expérimentales (Figure III-40). Les écarts entre les valeurs calculées et expérimentales ne dépassent pas 15 %. Une amélioration du modèle est possible en remplaçant la surface projetée de la zone fondue par une surface non elliptique, qui serait plus réaliste sur un mur d'épaisseur finie. Le modèle 2D quant à lui, qui utilise le débit massique efficace sur la largeur du mur, s'avère moins précis que le modèle 3D. L'écart observé entre les modèles prévisionnels et



l'expérience peut être attribué à la non-prise en compte de certains phénomènes physiques (rebonds de particules sur la zone fondue ...).

Figure III-40 : Comparaison des valeurs de hauteurs par couche  $\Delta h$  mesurées et calculées ( $D_m$ =1.5 g/min - P=500 W)

### III.4. ETATS DE SURFACES DES MURS GENERES PAR FDPL

#### III.4.1.ANALYSE ET CLASSIFICATION DES DEFAUTS DE SURFACE

Les états de surface des murs fabriqués en FDPL ont été caractérisés qualitativement par MEB et images scannées, et quantitativement par profilométrie 2D ou 3D, en distinguant la micro-rugosité R et la macro-rugosité W pour isoler l'origine physique des résultats.

Les surfaces des pièces obtenues par FDPL présentent différents types de défauts qui contribuent à l'augmentation de leur rugosité. Parmi ces défauts, on peut mentionner : (1) les ménisques périodiques latéraux espacés de  $\Delta$ h et associés à la stabilité des zones fondues ZF, (2) les agglomérats de grains de poudre (cf paragraphe III.2.3.1) partiellement fondus ou restés solides, surtout localisés dans les parties concaves de la surface, (3) les bandes de solidification orientées différemment pour deux couches successives en raison du changement de direction de construction, (4) des plaques d'oxyde d'épaisseur micronique plus ou moins prononcées selon le mode de protection anti-oxydation (local ou global) et favorisées par des rapports P/V élevés donc des températures de surface solide élevées. Ces différentes contributions, illustrées en Figure III-41, ont une amplitude, une criticité et des origines différentes. Pour cette raison, l'étude des états de surface va être faite selon deux échelles : (1) une échelle microscopique (micro rugosité R) intégrant les contributions 2,3 et 4 mentionnées ci-dessus (particules agglomérées, bandes de solidification et plaques d'oxyde). Il faut cependant noter que les deux dernières contributions sont généralement négligeables par rapport aux hauteurs d'émergence des grains de poudre agglomérés. (2) une échelle macroscopique (macro rugosité ou ondulation W) permettant de quantifier le phénomène périodique d'ondulation associé à l'équilibre du bain liquide métallique sous l'effet cumulé des forces de gravité (P<sub>g</sub> =  $\rho$ , g, h) et des forces de capillarité (P<sub>y</sub> =  $\frac{2.\gamma}{R}$ ) (cf paragraphe III.2.2.2).



Figure III-41 : Défauts de surface des pièces fabriquées en FDPL (MEB)- (a) vue générale, (b) coupe transversale d'un mur : périodicité et l'effondrement des ménisques, (c) différentes types d'agglomérats (partiellement fondus/ non fondus) et localisations plus prononcées dans les parties concaves des ménisques, (d) plaques d'oxyde d'épaisseur micronique.

En pratique, pour pouvoir distinguer la micro rugosité R de la macro rugosité W, nous avons utilisé un filtre de 90  $\mu$ m qui correspond à une période caractéristique d'acquisition au-delà duquel on considère uniquement W (les hauteurs de couche obtenues ne sont jamais inférieures à 100  $\mu$ m). Cette valeur de filtre, qui correspond au diamètre maximum d'une particule projetée, permet donc de séparer les contributions macroscopiques (période > 90  $\mu$ m), des contributions microscopiques (période < 90  $\mu$ m).



Figure III-42 : Influence de la puissance sur les états de surface des murs (V=0.1 m/min et D<sub>m</sub>=1 g/min)

## III.4.2.EFFET DU TAUX D'OXYDATION SUR L'ETAT DE SURFACE

Comme tous les alliages de titane, le Ti-6Al-4V a une forte affinité avec l'oxygène. La plupart des essais ont été réalisés avec une protection locale via l'ensemble des gaz coaxiaux de la buse (gaz vecteur de poudre, gaz central de protection des optiques et gaz périphérique) à laquelle nous avons ajouté deux buses latérales. Dans ces conditions, le taux d'oxygène mesuré localement (à froid) est de l'ordre de 5000 ppm d'oxygène. Un nombre plus limité d'essais de FDPL a été réalisé en protection globale sur la machine OPTOMEC - LENS 450, avec un taux d'oxygène contrôlé compris entre 20 ppm et 500 ppm.

Plusieurs études antérieures se sont intéressées à définir la nature de l'oxyde formé ainsi que son épaisseur pour les métaux, comme [KUBASCHEWSKI 1962] pour les métaux qui contienne du fer et [HAUFFE 1965] qui a étudié l'oxydation des métaux et la couleur des oxydes appropriés. Pour déterminer la nature de l'oxyde de Titane formé nous nous sommes basé sur [LAVISSE 2003] et [LAVISSE 2007]. (Voir Tableau III-1)

Dans un premier temps, nous avons voulu comparer les valeurs de rugosité microscopique et macroscopique obtenues en protection globale et locale, et plus généralement évaluer l'effet du taux d'oxygène sur les états topographiques des surfaces.

Les résultats indiquent des valeurs de paramètres (R, W) très proches en protection locale (taux d'oxygène maximal de l'ordre de 5000 ppm) et en protection globale (20 ppm à 500 ppm) aux incertitudes de mesure près (Tableau III-1), ce qui nous permet de considérer l'influence des différents paramètres procédé (P, V,  $D_m$ ) sans distinction faite de la nature de la protection.

| Protection locale   | 500 ppm O <sub>2</sub>  | 20 ppm O <sub>2</sub>   |
|---|---|---|
|   |   |   |
| $\begin{array}{l} R_a = 4 \ \mu m \\ R_t = 35 \ \mu m \\ W_t = 175 \ \mu m \end{array}$ | $\begin{array}{l} R_a=4.9 \ \mu m \\ R_t=47 \ \mu m \\ W_t=144 \ \mu m \end{array}$ | $\begin{array}{l} R_a=4.3 \ \mu m \\ R_t=51 \ \mu m \\ W_t=148 \ \mu m \end{array}$ |
| Jaune paille / bleu Ti-O  | Jaune-vert TiO-Ti <sub>3</sub> O  | Argent Ti α/β   |

Tableau III-1 : Evolution de l'état d'oxydation des murs fabriqués en FDPL (P=320 W, V=0.4 m/min, 3 g/min) avec un taux d'oxygène de 500 ppm, 200 ppm et 20 ppm d'O<sub>2</sub> [GHARBI 2011B]

### III.4.3. INFLUENCE DES PARAMETRES DU PREMIER ORDRE $(P, V, D_M)$ SUR LES ETATS DE SURFACE

Dans un premier temps, pour pouvoir comparer notre travail à des études antérieures, nous avons choisi de présenter des résultats d'états de surface non filtrés  $R_{nf}$  (sans distinction entre rugosité et ondulation). Ces résultats montrent que les états de surface (valeur moyenne  $R_{a,nf}$  et amplitude de rugosité  $R_{p,nf}$ ) s'améliorent modérément avec la puissance P, plus nettement avec la vitesse V, donc évoluent favorablement avec l'énergie linéique P/V (Figure III-43). Des valeurs minimales de  $R_{a,nf} = 6.5 \ \mu m$  et  $R_{p,nf} = 25 \ \mu m$  sont alors obtenues, qui sont sensiblement plus faibles que celles présentées par ailleurs [MAISONNEUVE 2008].



Figure III-43 : Evolution de l'état de surface (valeurs non filtrées) en fonction de P et V ( $D_m$ = 1 g/min) : (a) évolution de  $R_a$  rugosité arithmétique moyenne (b) évolution de  $R_p$  l'amplitude de rugosité moyenne : l'erreur présenté ici est la dispersion des différentes valeurs mesurées expérimetalement

✓ Influence de la puissance

Les photos scannées des murs (Figure III-42) montrent que l'augmentation de la puissance permet d'avoir des murs plus lisses présentant moins d'agglomérats, donc d'améliorer la micro rugosité R (Figure III-45 (a)). Cette diminution (de  $\approx 30$  %) de R<sub>p</sub> entre 320 W et 500 W peut s'expliquer par deux hypothèses cumulées :

(1) une augmentation de P augmente les dimensions de la zone fondue donc la surface de captation de poudre (S  $\approx e^*L$ ), ce qui augmente le rendement massique et diminue le débit massique local en vis-à-vis du bord du bain liquide (vu que la distribution du débit massique est gaussienne) (Figure III-47). Par conséquent, la quantité de poudre agglomérée par unité de temps diminue, ce qui améliore les états de surface;

(2) Lorsque P augmente,  $\Delta h$  reste constant, mais la hauteur du bain liquide H augmente. Par conséquent, comme le rapport H/ $\Delta h$  augmente, chaque zone fondue refond un nombre de couches résiduelles plus important et la proportion de particules agglomérées et refondues par l'une des zones fondues ultérieures augmente (un facteur H/ $\Delta h$  de 3 peut faire fondre trois couches résiduelles précédentes). Ce phénomène est illustré en Figure III-14.

Les mesures filtrées (Figure III-45 (b)) montrent également une nette réduction (20 % à 40 %) de la hauteur des ménisques  $W_p$  avec P. Ce résultat s'explique par une augmentation du rayon de courbure de la zone fondue avec la hauteur fondue H, à hauteur de dépôt  $\Delta$ h inchangée (Figure III-48). Il sera confirmé dans le modèle analytique présenté en fin de chapitre, et traduit le fait que la force thermocapillaire  $P_{\gamma} = 2\gamma/R$  exercée sur la zone fondue est prédominante par rapport à la force de gravité  $P_g=\rho.g.h.$  Ainsi, une zone fondue plus volumineuse (H plus élevée) ne présente pas un effondrement vertical plus important, mais au contraire un rayon de courbure supérieur, donc une meilleure stabilité géométrique. Ce résultat est confirmé par le calcul du nombre de Bond Bo =  $P_g/P_{\gamma}$  qui est de l'ordre de 0.1 [GHARBI 2013B].



Figure III-44 :Etats de surface (MEB et profilométrie 3D) en fonction de la puissance laser (Dm=2 g/min, V=0.4 m/min) : (a)(b) P=320 W, (c) (d) P=500 W, (e) (f) P=600 W (éclairement top-hat 1.8 mm)



Figure III-45 : Evolution de l'amplitude de (a) la micro rugosité et de (b) l'ondulation en fonction de P et V

#### ✓ Influence de la vitesse

Les mesures de  $R_p$  et  $W_p$  (Figure III-45) ainsi que les profilométries 3D (Figure III-46) confirment que l'état de surface s'améliore quand la vitesse V augmente. Cette amélioration se manifeste essentiellement sous forme d'une diminution de l'ondulation W associée à une diminution des hauteurs par couche  $\Delta h$ . Pour ce qui concerne la rugosité, l'effet est moins significatif, et les grains de poudre restent localisés dans les creux des ménisques périodiques.



Figure III-46 : Evolution de l'état de surface par des images profilomètrique 3D des murs fabriqués en fonction de la puissance pour P=400 W et D<sub>m</sub>=1 g/min (a) V=0,1 m/min, (b) V=0,4 m/min (granulométrie 25-45 µm)

[PINKERTON 2005] et al., ont remarqué que la rugosité de la surface augmente avec la masse linéique  $D_m/V$ , soit pour un fort débit massique et une vitesse de déplacement faible. Ce résultat confirme ce qu'on a trouvé pour

l'évolution de l'état de surface avec la vitesse. Cependant pour le débit massique, nous avons remarqué que ce dernier est un facteur néfaste pour l'état de surface, vu qu'une augmentation du débit massique augmente le nombre de particules susceptibles de se coller sur les côtés de la zone fondue.

#### ✓ Explications

Les résultats obtenus mettent en évidence, quelle que soit la distribution d'éclairement laser ou la taille des particules, une amélioration des états de surface quand P et V augmentent. Cette amélioration se produit à la fois au niveau des microrugosités R et des macro-ondulations W. Si l'on considère la réduction des agglomérats associées à R, on peut considérer deux explications combinées : (1) quand le rapport H/ $\Delta$ h augmente, les zones fondues des couches (n+1) refondent une plus grande proportion des particules agglomérées sur les couches n, (2) lorsque P/V augmente, les largeurs de murs e augmentent et le débit massique surfacique local D<sub>m</sub>\* en vis-àvis des parois latérales diminue (Figure III-47). Il en résulte une réduction de la densité de particules agglomérées (en m<sup>-2</sup>), qui a une influence directe sur les valeurs de R<sub>p</sub>.

On peut également relier le paramètre d'ondulation  $W_p$  ( $\approx$  la hauteur résiduelle des ménisques) au rapport H/ $\Delta$ h, quelles que soient les conditions opératoires P, V,  $D_m$  (Figure III-48). Quand les zones fondues sont hautes par rapport à la hauteur de matière apportée  $\Delta$ h, la hauteur des ménisques diminue. Ce phénomène, qui traduit la prédominance des tensions superficielles sur les effets de gravité, est à relier aux courbures de la zone fondue, et en particulier au fait que les angles  $\theta_1$  et  $\theta_2$  se raidissent quand H/ $\Delta$ h augmente (Figure III-32).



Figure III-47 : (a) Evolution de la microrugosité moyenne en fonction du débit massique local en vis-à-vis du bord du mur (b) évolution du débit massique surfacique locale  $D_m^*$  (g/s/m<sup>2</sup>) en fonction de la largeur des murs



Figure III-48 : (a) Evolution de l'amplitude d'ondulation  $W_p$  en fonction du rapport de forme H/ $\Delta h$  (b) schématisation de l'effet de H et  $\Delta h$  sur l'ondulation

### III.4.4.EFFET DE LA GRANULOMETRIE ET DE L'ETAT DE LA POUDRE

Un autre facteur influant sur l'état de surface final, et qui a très peu été discuté jusqu'à présent, concerne les particules de poudre elles-mêmes. Au cours de leur trajet entre la sortie de la buse et le substrat, celles-ci interagissent avec le faisceau laser. On distingue trois principaux types de particules : (1) celles qui tombent dans la zone fondue et contribuent à faire croître les couches, (2) celles qui tombent à côté du substrat et que l'on considère comme perdues, (3) celles qui s'agglomèrent sur le substrat solide à l'état solide (ancrage mécanique), ou à l'état partiellement ou totalement fondu. D'autres agglomérats proviennent de particules de poudre qui ont atteint la zone fondue, cependant, elles n'ont pas fondu complètement au contact du métal liquide (**Figure** III-12). Il est alors possible de retrouver la particule solide en périphérie de la zone fondue [PICASSO 1994B], ce qui contribue à la rugosité R des pièces obtenues en FDPL.

[TAN 2012] ont montré qu'il est possible de réduire la rugosité liée aux particules agglomérées en augmentant la vitesse de ces particules, donc en augmentant la vitesse du gaz vecteur. Selon eux, une faible vitesse de la particule favorise l'adhésion à la surface du substrat. Cependant, l'évaluation de l'amélioration de l'état de surface est basée sur une observation directe du dépôt d'une couche sur un substrat et non sur une mesure précise de la rugosité. Par ailleurs, l'augmentation du débit de gaz vecteur qui déforme la surface libre des zones fondues peut déstabiliser la croissance des couches.

#### III.4.4.1. INFLUENCE DE LA DISTANCE D'INTERACTION POUDRE/LASER (TEMPERATURE DE LA POUDRE PROJETEE)

La température des grains de poudre à l'arrivée dans le bain liquide dépend de leur temps de parcours dans le faisceau laser, donc du rapport entre la distance d'interaction laser - jet de poudre d<sub>i</sub> (**Figure** III-2), et la vitesse des particules  $v_p$ . Des essais comparés ont été réalisés avec deux distances buse-substrat  $W_d$ , correspondant à deux distances d'interaction d<sub>i</sub> distinctes, et deux états de la poudre (cf paragraphe III.2.1.). Quand d<sub>i</sub>= 1 mm ( $W_d$ = 4 mm) les particules arrivent à l'état solide au niveau du substrat, et quand d<sub>i</sub>= 3 mm ( $W_d$ =9 mm) les particules arrivent en moyenne à l'état liquide (**Figure** III-2). Alors que les dimensions des murs et les hauteurs

des ménisques  $W_p$  restent inchangées, la microrugosité R est sensiblement améliorée avec la poudre à l'état liquide (Figure III-49). A (P,V,D<sub>m</sub>) équivalents, la température de la poudre projetée a donc un effet direct sur la hauteur des agglomérats. Ainsi, la poudre s'agglomérant à l'état solide forme une protubérance de l'ordre de sa taille, alors qu'à l'état liquide, elle tend à s'étaler sous forme de « splats » et contribue moins à la micro rugosité [PEYRE 2012A].



Figure III-49 : Evolution de l'amplitude de rugosité maximale en fonction de V, P et de l'état de la poudre à l'arrivée de la zone fondue

#### III.4.4.2. EFFET DE LA GRANULOMETRIE

Le diamètre des grains de poudre, et plus généralement la distribution granulométrique de la poudre a un effet reconnu sur la rugosité des surfaces élaborées en FDPL [MAISONNEUVE 2008]. Pour confirmer cela, nous avons comparé les surfaces obtenues avec deux granulométries différentes de Ti-6Al-4V : (1) une poudre de diamètre  $25-45 \mu m$ , (2) la poudre de diamètre  $45-75 \mu m$ , utilisée pendant toute la thèse.

Dans un premier temps, nous pouvons montrer que la distribution du jet de poudre reste quasi-inchangée avec le changement de granulométrie. Par ailleurs, les dimensions du mur e, des zones fondues H et les hauteurs du dépôt  $\Delta h$  ne varient pas, à conditions opératoires (P, V, D<sub>m</sub>) équivalentes. Par exemple : pour (P=500 W, V=0.2 m/min et D<sub>m</sub>=1 g/min), nous obtenons :

- (1)  $e_{25-45}=2,7 \text{ mm et } e_{45-75}=3 \text{ mm}$ ;
- (2)  $H_{25-45}$ = 1,5 mm et  $H_{45-75}$ = 1,45 mm ;
- (3)  $\Delta h_{25-45} = 0,43 \text{ mm et } \Delta h_{45-75} = 0,38 \text{ mm.}$

La comparaison des valeurs de R et W montrent une amélioration très modérée des états de surface avec l'utilisation de grains de poudre de plus faible diamètre (Figure III-50). Si les écarts limités des valeurs de W sont logiques (la stabilité des ZF ne varie pas avec la taille des grains de poudre), l'effet limité sur la rugosité R est plus surprenant, en particulier à faible puissance (320 W) pour laquelle peu de refusions des particules agglomérées intervient. A P = 500 W, on ne voit aucune différence significative entre les états de surface obtenus avec les distributions 25-45 µm et 45-75 µm, signe que les agglomérats sont largement refondus par les zones fondues ultérieures.



Figure III-50 : Influence de la granulométrie (25-45  $\mu$ m ou 45-75  $\mu$ m) sur l'état de surface des murs en Ti-6Al-4V (TH1.8 - V=0.4 m/min - Dm=1 g/min) : l'erreur présentée dans les deux figures est la dispersion des valeurs de W<sub>p</sub> et R<sub>p</sub> mesurées expérimentalement

Cette amélioration de la rugosité de surface (microrugosité R), paraît moins marquée que ce à quoi on aurait dû s'attendre. Ceci est dû à l'effet de deux paramètres qui ne vont pas dans le bon sens : d'une part, un paramètre bénéfique qui est la poudre utilisée dont la granulométrie a diminué de moitié, ce qui entraine des agglomérats plus petits, d'autre part, un paramètre qui a tendance à s'opposer à cet effet, à savoir, la distribution du jet de poudre qui est moins symétrique et plus large pour Ti-6Al-4V de granulométrie 25-45  $\mu$ m, ce qui augmente le débit massique local de la poudre sur les bords de la zone fondue et par la suite cause une dégradation dans l'état de surface des murs fabriqués avec la granulométrie 25-45  $\mu$ m.



Figure III-51 : Evolution de la distribution du jet de poudre en fonction de la granulométrie

#### III.4.5. INFLUENCE DE LA DISTRIBUTION SPATIALE DE PUISSANCE LASER

Les résultats obtenus mettent en évidence une nette amélioration de l'état de surface avec l'utilisation d'un éclairement laser uniforme quel que soit le diamètre de faisceau (1.2 mm ou 1.8 mm) ou la vitesse, pour les données de rugosité filtrées ou non filtrées (Figure III-52, Figure III-53). L'effet bénéfique de la distribution uniforme se retrouve donc à la fois au niveau de la taille des ménisques et des agglomérats de particules. De tels résultats peuvent être discutés en considérant : (1) les largeurs des murs et des zones fondues, (2) les niveaux de

température en zone fondue, (3) les gradients de température en zone fondue (et les mouvements de convection centrifuges associés).

A largeur de mur sensiblement équivalente (e  $\approx$ 3 mm pour P=500 W – V=0.2 m/min), les meilleurs états de surface (TH1.8) correspondent aux gradients thermiques les plus faibles en zone fondue (Figure III-31 (b)) donc à priori aux mouvements de convection les plus limités. Ce résultat semble contraire à l'effet de la puissance laser, à distribution spatiale constante, qui indique une amélioration de l'état de surface avec l'augmentation de P, donc avec l'augmentation des gradients thermiques (Figure III-31 (a)). Il est cependant difficile de comparer les deux effets, car dans le cas de l'augmentation de puissance, la géométrie du mur (largeur e) varie beaucoup.



Figure III-52 : Evolution de l'amplitude de rugosité brute (non filtrée) en fonction de la distribution du laser (TH1.8 et G1.2) [GHARBI 2012A]

Une autre hypothèse permettant d'expliquer l'amélioration des états de surface avec la distribution laser uniforme TH1.8 est la viscosité  $\eta$  en bord de la zone fondue. En effet, les bords de la zone fondue sont plus chauds avec l'éclairement TH1.8, ce qui entraine une diminution de la viscosité locale, favorise l'écoulement fluide et contribue à lisser les zones fondues. Cette température plus élevée au niveau des parois latérales solides (résultat confirmé aussi par les calculs de [MORVILLE 2012A]) favorise également l'étalement des particules de poudre arrivant au contact du substrat solide. Enfin, la forme d'équilibre des zones fondues, dont le bord latéral se raidit pour des éclairements TH1.2 et TH1.8 uniformes ( $\theta_1$  et  $\theta_2$  augmentent : Figure III-33) permet également d'expliquer la réduction du paramètre W.



Figure III-53 : Evolution de l'amplitude de la micro-rugosité et de l'ondulation en fonction de la distribution du laser (TH1.8, TH1.2 et G1.2) V=0.2 m/min – Dm = 1 g/min

#### III.4.6. *INFLUENCE DE LA NATURE DU GAZ DE PROTECTION*

Sous protection gazeuse locale, la nature du gaz utilisé (gaz de protection + gaz porteur) modifie le taux d'oxygène aux alentours de la zone fondue. Ainsi (cf chapitre II), l'utilisation d'hélium réduit le taux d'oxygène local par rapport à l'argon (800 ppm contre 5000 ppm) (voir chapitre II). Ce résultat se traduit par l'état d'oxydation des murs nettement meilleur sous protection hélium (Figure III-54), et équivalent à ce qui a été obtenu en protection globale sur la machine OPTOMEC.



Figure III-54 : image de deux murs faits dans les mêmes conditions opératoires (P=400 W -  $D_m=2$  g/min - V=0.4 m/min) et différents gaz de protection (a) Hélium (b) Argon

Par contre, les dimensions de la zone fondue ne changent quasiment pas (Figure III-55 (a)), malgré les différences de diffusivité thermique entre les deux gaz. On remarque également une tendance à la dégradation de l'état de surface (rugosité non filtrée) avec l'utilisation d'hélium. La seule explication que nous avons trouvée est une modification de la distribution de poudre dans le jet sous hélium que nous n'avons pas eu le temps de caractériser expérimentalement, mais qui est confirmée par [MORVILLE 2012A] Figure III-56. En effet l'hélium est un gaz plus léger que l'Argon ( $\rho(Ar) = 1,67 \text{ kg/m}^3$  et  $\rho(He) = 0,169 \text{ kg/m}^3$  à 15°C [AIRLIQUIDE 2013]) et présente des forces d'entraînement différentes ( $\eta(Ar) = 2,09.10^{-5}$  Pa.s et  $\eta$  (He) = 1,86.10<sup>-5</sup> Pa.s), ce qui modifie les conditions d'écoulement diphasiques gaz-poudre : (1) Le rapport 9 entre la masse volumique de l'argon et celle de l'Hélium fait que le jet de poudre généré avec l'Hélium est plus dispersé ( $r_{jet}$  plus important pour He), (2) la nature des gaz (masse volumique et viscosité) fait que les forces d'entraînement gazeux et il en résulte une dispersion plus importante des particules est moins bien confiné par l'écoulement gazeux et il en résulte une dispersion plus importante des particules qui interagissent plus avec les parois lorsque celles-ci sont dans la buse, ce qui fait remonter le plan focal poudre (PFP) pour l'Hélium.



Figure III-55 - Influence de la nature du gaz vecteur (Ar ou He) sur : (a) les dimensions de la ZF P=400 W -  $D_m$ = 2 g/min et V=0.4 m/min (b) les valeurs de rugosité non filtrées : l'utilisation d'He, qui réduit l'état d'oxydation, détériore l'état de surface, mais ne change pas la taille de la zone fondue

On peut donc encore une fois penser que l'augmentation du débit surfacique local  $D_{meff}^*$  en vis-à-vis des parois latérales sous hélium est à l'origine des résultats obtenus.



Figure III-56 : Forme du jet de poudre déterminée numériquement en alliage Ti-6Al-4V au plan focal poudre en fonction de la nature du gaz vecteur : (a) Argon (b) Hélium (granulométrie [45-75 µm], débit poudre de 1 g/min, débit du gaz porteur 2 l/min) [MORVILLE 2012A]

### III.4.7. INFLUENCE DE LA DEFOCALISATION DU JET DE POUDRE

Des études précédentes ont traité de l'effet de la défocalisation laser / jet de poudre sur l'état de surface. [ZHU 2012B] et al ont montré que ce dernier se dégrade quand le jet de poudre est défocalisé. En positionnant le substrat 4 mm au-dessous du plan focal poudre (PFP), nous avons obtenu des tendances identiques avec une augmentation de 50 à 90 % des rugosités non filtrées. En considérant l'évolution du jet de poudre selon z (chapitre II), on comprend bien qu'en éloignant du PFP, on perd la distribution Gaussienne, et on augmente la concentration du jet de poudre, donc le débit massique local  $D_m^*$  en vis-à-vis des parois latérales.

Par exemple :

- (1) pour P=320 W, la largeur du mur e est de 2 mm donc le débit massique local à la paroi de la ZF est de D<sub>m eff</sub>\*(1 mm) = 0,09 g/min/mm<sup>2</sup> pour le PFP et D<sub>m eff</sub>\*(1 mm) = 0,14 g/min/mm<sup>2</sup> pour le PFP-4 mm (le plan de 4 mm en dessous du plan focal poudre (Figure III-57 et Figure III-59)
- (2) Pour P=600 W, la largeur du mur e est de 2,6 mm donc le débit massique local à la paroi de la ZF est de  $D_m _{eff}*(1,3 mm) = 0,05 \text{ g/min/mm}^2$  pour le PFP et  $D_m _{eff}*(1,3 mm)=0,1 \text{ g/min/mm}^2$  (soit le double) pour le PFP-4 mm (le plan de 4 mm en dessous du plan focal poudre (Figure III-59))



Figure III-57 : Schématisation de la défocalisation du jet de poudre du plan de travail



Figure III-58 : Influence de la position du substrat par rapport au plan focal du jet de poudre (PFP) (V=0.4 m/min et  $D_m=2$  g/min) : L'état de surface se dégrade lorsque l'on s'écarte du PFP car la distribution de poudre change et devient plus dispersée (éclairement laser TH1.8)



Figure III-59 : Evolution de la distribution du débit massique local en fonction de x (déterminée par la méthode traitement d'images du jet poudre) pour le plan focal poudre PFP et pour un plan défocalisé de 4 mm vers le bas

#### III.4.8.AUTRES PARAMETRES

Différents autres paramètres du procédé peuvent détériorer les états de surface et en particulier la micro-rugosité R en modifiant le couplage zone fondue / jet de poudre. Parmi ces paramètres, on peut citer l'asymétrie du jet de poudre (cf analyses de jet), ou la perte de coaxialité entre le faisceau laser et le jet de poudre, qui entraîne des états de surface très différents entre les deux côtés opposés des murs fabriqués. Par ailleurs, sur des pièces réelles, les modifications thermiques locales entraînent nécessairement des variations d'états de surface.

### III.5. MODELE ANALYTIQUE DE PREDICTION DES ETATS DE SURFACE

Les différents résultats obtenus sur les évolutions des états de surface sur Ti-6Al-4V ont permis de mettre en évidence une relation entre les paramètres dimensionnels de la zone fondue (H, e,  $\Delta$ h), et la hauteur W<sub>p</sub> des ménisques formés (W<sub>p</sub> diminue avec H/ $\Delta$ h). Pour confirmer ces résultats expérimentaux, il nous a semblé intéressant de proposer un modèle géométrique permettant de décrire analytiquement la formation des ménisques à partir d'une géométrie de zone fondue donnée. Une telle approche n'a jamais été, à notre connaissance, publiée dans la littérature.

La première étape a consisté à définir une formulation analytique permettant de décrire la zone fondue dans le cas du Ti-6Al-4V. Pour cela, nous avons considéré sur une coupe métallurgique la forme de la dernière zone fondue, afin de pouvoir décrire analytiquement sa partie haute et sa partie basse. Dans les deux cas (interface liquide/air et liquide/solide), des formulations elliptiques (Équation III-16, Équation III-17) permettent de définir correctement les contours de la zone fondue (Figure III-60).

En considérant une partie inférieure de zone fondue concave, générée par des mouvements de Marangoni centrifuges, et récurrente sur Ti-6Al-4V, on définit les équations des deux contours (demi-ellipses) par :

$$\frac{x^2}{a^2} + \frac{y^2}{b_1^2} = 1 \quad \text{et} \quad \frac{x^2}{a^2} + \frac{y^2}{b_2^2} = 1 \text{ avec } a = e/2 \text{ et } b_1 = H$$
Équation III-16

Le calcul du paramètre W passe alors par le calcul de la position  $(x_c, y_c)$  du point d'intersection entre le contour supérieur de la  $ZF_i$  et le contour inférieur de la  $ZF_{(i+1)}$  décalée de  $\Delta h$ . Au final, on résout donc le système d'équations :

$$\frac{x^2}{a^2} + \frac{y^2}{b_1^2} = 1 \rightarrow \frac{x^2}{a^2} + \frac{(y - \Delta h)^2}{b_2^2} = 1$$
Equation III-17

En introduisant un coefficient n tel que  $b_2 = b_1/n$ , la demi-ellipse 2 devient :

#### Équation III-18

$$y = -b_2 \cdot \sqrt{1 - \frac{x^2}{a^2}} + \Delta h = -\frac{b_1}{n} \cdot \sqrt{1 - \frac{x^2}{a^2}} + \Delta h$$

On peut donc ensuite établir l'égalité des deux demi-ellipses au point  $(x_c, y_c)$ , c'est-à-dire pour  $y = y_c$ , et on en déduit la position du point  $x_c$ :

Équation III-19

$$\mathbf{x}_{c} = a. \sqrt{1 - \left(\frac{\Delta \mathbf{h}}{\mathbf{b}_{1}(1 + \frac{1}{n})}\right)^{2}}$$

En remplaçant a par e/2 et  $b_1$  par  $H_{app}$  (la hauteur apparente de la ZF) on trouve alors :

Équation III-20

$$W_{p} = \frac{e}{2} - x_{c} = \frac{e}{2} \left( 1 - \sqrt{1 - \left(\frac{\Delta h}{H_{app} (1 - 1/n)}\right)^{2}} \right)$$

Cette équation permet de calculer la hauteur du ménisque  $W_p$  et établit une proportionnalité directe, déjà vérifiée expérimentalement, entre  $W_p$  et le rapport  $\Delta h/H_{app}$ , mais également avec la demi-largeur des murs e/2. Le seul paramètre ajustable du modèle est le rapport de forme n entre les limites hautes et basses de la ZF, qui varie avec les paramètres du procédé : n diminue avec P/V car la concavité inférieure étant plus prononcée,  $b_2$  augmente.





Figure III-60 : Modèle analytique de calcul des hauteurs de ménisques  $W_p$ , (a) formulation analytique des contours de la zone fondue, (b) principe du modèle : coupe transverse avec translation de la zone fondue de  $\Delta h$  selon y, (c) zoom de la partie latérale avec point d'intersection (x<sub>c</sub>, y<sub>c</sub>)

A titre indicatif, le même calcul réalisé sur un matériau ayant un coefficient thermocapillaire positif, c'est-à-dire une limite inférieure de ZF convexe (cf résultats sur 316L) donne l'équation suivante :

Équation III-21

$$W_{p} = \frac{e}{2} - x_{c} = \frac{e}{2} \left( 1 - \sqrt{1 - \left(\frac{\Delta h}{H_{app} (1 + 1/n)}\right)^{2}} \right)$$

Concrètement, la mise en œuvre du modèle a été effectuée en considérant des valeurs de e/2 et n constantes (moyennes) ou variables (n compris entre 2 et 4, et e/2 compris entre 0,9 et 1,4 à partir des données expérimentales en notre possession sur coupes transverses). Les résultats correspondants sont présentés en Figure III-61. Dans tous les cas, la tendance est respectée, mais l'accord avec les données expérimentales est moyen et le modèle surestime nettement l'évolution de W en fonction de H/ $\Delta$ h. L'écart avec l'expérience est particulièrement prononcé pour H/ $\Delta$ h < 2.5, pour lequel le modèle dérive vers des valeurs élevées de W<sub>p</sub>.



Figure III-61 : Hauteurs de ménisques  $W_p$  en fonction de H/ $\Delta h$  - Confrontation du modèle analytique (en considérant e/2 et n fixes ou variables) avec les résultats expérimentaux

Au final, le modèle analytique, basé sur une approche géométrique assez macroscopique, permet de comprendre l'influence de la forme des zones fondues sur la hauteur des ménisques, mais ne décrit pas leur géométrie locale, en négligeant en particulier les rayons de courbure en bout de ménisque, formés sous l'effet cumulé des pressions de gravité ( $P_g$ =  $\rho$ .g.h), de la tension superficielle ( $P_\gamma$ =  $2\gamma/R$ ), et de la pression dynamique du fluide ( $P_{dyn}$ =  $1/2 \rho V^2$ ).

Une amélioration de ce modèle consisterait à identifier les équations représentatives des contours supérieurs et inférieurs de la zone fondue, à partir d'une étude plus locale et plus réaliste des parties latérales des zones fondues, c'est-à-dire autour des ménisques eux-mêmes. En effet, si la formulation elliptique permet bien de reproduire la forme globale des zones fondues, elle reste insuffisante pour décrire localement la géométrie

envisagée. A condition de les définir très localement, à l'échelle des ménisques (Figure III-62) les angles de courbure  $\theta_1$  et  $\theta_2$  dans les parties latérales de la zone fondue peuvent alors être utilisés. Avec une telle approche, on peut calculer la hauteur de ménisque W grâce à :

$$W = \frac{\Delta h}{(\tan \theta_1 + \tan \theta_2)}$$

Si les angles  $\theta_1$  et  $\theta_2$  sont opposés (cas (a) ci-dessous) ou

$$W = \frac{\Delta h}{(\tan \theta_1 - \tan \theta_2)}$$

Si les angles sont de même signe (cas (b) ci-dessous)

Figure III-62 : forme de la zone fondue à proximité des ménisques latéraux.

### III.6. INFLUENCE D'UNE REFUSION LASER

L'amélioration des états de surface est également envisageable sous forme d'une étape de parachèvement, déconnectée du procédé de FDPL, et utilisant une fusion superficielle contrôlée des murs réalisés (Figure I-5 page 7). Ces procédés de lissage de surface par laser sont envisagés depuis quelques années pour améliorer les états de surface de pièces industrielles comme les moules de fonderie. La fusion laser de surface sur des épaisseurs réduites permet de lisser les matériaux métalliques, grâce à l'effet des tensions de surface exercées sur les zones fondues. Ce procédé a été développé en particulier en Allemagne pour améliorer les états de surface de pièces en verre ou de prothèses en titane. Dans la configuration optimisée, le procédé utilise un pinceau de lumière présentant une distribution homogène de puissance, et appliqué à grande vitesse sur les surfaces, afin de limiter la profondeur fondue (< 100  $\mu$ m).

Quelques essais de faisabilité ont été réalisés sur des surfaces en Ti-6Al-4V élaborées par FDPL, en utilisant un pinceau de lumière non homogénéisé, obtenu grâce à une lentille cylindrique. Pour des vitesses élevées de l'ordre de 8 cm/s, on obtient bien un effet de lissage important de la surface, ainsi qu'une amélioration de l'état d'oxydation (la fusion est réalisée sous Argon). La mesure des paramètres de rugosité met alors en évidence,



Équation III-22

Équation III-23

outre la formation d'un gonflement de la partie centrale liée à l'hétérogénéité spatiale de l'éclairement, une forte réduction des paramètres de rugosité R (Figure III-63, Figure III-64).



Figure III-63 : Lissage de surfaces FDPL en Ti-6Al-4V par fusion superficielle- (a) pinceau de lumière de 10 mm x 1 mm obtenu par lentille cylindrique, (b) état de surface avant et après fusion laser (V= 8 cm/s, P= 2 kW)



Figure III-64 : Influence de la fusion laser sur le paramètre R (filtré). Après fusion, les paramètres Ra et Rt passent de 1  $\mu$ m à 0.25  $\mu$ m et de 15  $\mu$ m à 2  $\mu$ m

### III.7. ANALYSE METALLURGIQUE DES MURS

Si l'objectif principal de cette thèse est la compréhension et la maîtrise des états de surface, il est également important d'y associer une analyse métallurgique afin de vérifier si de bons états de surface sont compatibles avec des microstructures acceptables en vue d'une utilisation éventuelle des pièces fabriquées. Le procédé de FDPL met en œuvre en chaque point de la pièce fabriquée un ou plusieurs cycles de fusion-solidification rapides (vitesses de refroidissement supérieures à 500 K/s) suivis par l'établissement progressif d'une température moyenne. Ce dernier aspect, provoqué par l'aller-retour du chauffage laser en vis-à-vis d'un point donné, peut être assimilé à un traitement thermique de recuit. Il en résulte une microstructure de solidification rapide et avec recuit, qui varie avec les paramètres du procédé, et en particulier avec P et V [MAISONNEUVE 2006].

### III.7.1. *Microstructures colonnaires ou equiaxes*

Les analyses microstructurales de l'ensemble des murs élaborés mettent en évidence des grains essentiellement colonnaires sur toute la hauteur des murs, orientés selon le gradient thermique maximal  $G_{max}(K/m)$ , c'est-à-dire verticalement, la dissipation de chaleur se faisant vers le bas en direction du substrat. Sur un mur à grains colonnaires, les grains peuvent être localement équiaxes, comme dans les premières couches des murs (jonction avec le substrat), où dans le haut de la dernière couche en raison de gradients thermiques plus faibles ou moins orientés, et de vitesses de solidification plus rapides. L'orientation principale des grains peut légèrement dévier de l'axe vertical pour des puissances élevées, et des concavités importantes du front de solidification (partie basse de la dernière zone fondue). Dans ce cas, les grains croissent en corolle depuis le centre du mur vers les bords latéraux (**Figure III-65**).

La microstructure colonnaire qui croît sur plusieurs couches successives peut devenir équiaxe sur toute la hauteur des murs, par exemple lorsque la continuité métallurgique n'est pas assurée (cas des hauteurs par couche  $\Delta h$  élevées). Dans ces conditions, le dépôt d'énergie laser se fait beaucoup plus loin du substrat, et les gouttes de métal fondu s'empilent, sans réelle continuité métallurgique (**Figure** III-66). Avec une augmentation de D<sub>m</sub>, les grains métallurgiques formés passent alors d'une structure colonnaire à une structure équiaxe puisqu'il n'y a plus de continuité de matière et de dissipation thermique orientée verticalement.



Figure III-65 : Coupes métallurgiques – influence de la puissance laser sur l'orientation des grains colonnaires (a) 320 W, (b) 500 W (0,4 m/min et 1 g/min, éclairement gaussien G1.2)



Figure III-66 : Coupes métallurgiques – influence du débit massique sur la forme du bain liquide et la structure des grains : P= 320 W - V= 0.1 m/min (a)  $D_m$ =3 g/min – grains équiaxes, (b)  $D_m$ =1.2 g/min – grains colonnaires

Au cœur des grains, on peut mettre en évidence une microstructure lamellaire fine de type  $\alpha/\beta$  avec la présence de  $\alpha$ ' martensitique. Par ailleurs, on retrouve sur toute la hauteur des murs la trace horizontale (bandes claires) des zones affectées thermiquement correspondant à l'isotherme de la transition  $\beta-\alpha$  du titane (à 930°C) largement étudié par [MAISONNEUVE 2006]. Une analyse métallographique de ces bandes sombres indique la présence de lattes  $\alpha$  ou  $\alpha$ ' plus grossières que dans le reste du mur (**Figure III-67**).

Sur l'ensemble des murs effectués, l'utilisation d'un traitement thermique de quelques heures au-dessus de la température de transition  $\alpha =>\beta$  (930°C), permettrait d'obtenir des microstructures  $\alpha/\beta$  identiques sur l'ensemble des murs, et d'homogénéiser les propriétés mécaniques résultantes. Enfin, certains murs, élaborés avec des rapports P/V élevés (**Figure III-67**) présentent des micro-porosités qui peuvent fortement faire chuter les propriétés finales des structures.



Figure III-67 : Images métallographiques des murs : Différence entre les microstructures des bandes claires (lamelles grossières) et celles du reste du mur (TH1.8, 500W, 0.2 m/min)

#### III.7.2. ETUDE DE LA MICRODURETE VICKERS

Les mesures de microdureté Vickers ont été effectuées sur des coupes transverses au centre des murs, depuis le substrat jusqu'à l'extrémité supérieure. Les niveaux de dureté obtenus (entre 400 HV<sub>0.1</sub> et 480 HV<sub>0.1</sub>) sont typiques d'une structure  $\alpha'/b$  ou  $\alpha/\beta$  de trempe, plus ou moins revenue. Une augmentation de puissance laser, en augmentant la température de revenu, favorise la formation d'une structure  $\alpha'/\beta$  plus dure (Figure III-68), alors que de faibles puissances maintiennent le Ti-6A1-4V dans une structure  $\alpha'$  de trempe moins dure séparée par des liserés de  $\beta$ . De la même façon, un éclairement laser homogène, qui provoque un échauffement macroscopique plus important des murs, et un agrandissement de la ZAT, entraîne un durcissement plus important qu'un éclairement Gaussien (**Figure** III-69). Au niveau des bandes claires mises en évidence plus haut, et qui traduisent des microstructures en aiguilles plus grossières, on peut mettre en évidence des élévations locales de microdureté (+20-30 HV<sub>0.1</sub>).



Figure III-68 : Profils de microdureté Vickers (charge = 100 g) en fonction de la puissance laser (G1.2, V=0.2 m/min). La dureté locale augmente avec la puissance, donc avec l'échauffement du mur



Figure III-69 : Profils de micro-dureté Vickers (charge = 100 g). Influence de la distribution de puissance laser (320 W – 0.2 m/min)

### III.7.3. COMPOSITION CHIMIQUE DES MURS

Pour certaines conditions (G1.2, P/V élevé), les températures atteintes en zone fondue étant localement supérieures à la température de vaporisation de l'aluminium (2750°C), il nous a paru intéressant de vérifier, par analyse MEB-EDS (spectrométrie à dispersion en énergie) les compositions chimiques des murs fabriqués. Les résultats obtenus (Tableau III-2) pour des mesures effectuées sur une surface représentative de 20  $\mu$ m x 20  $\mu$ m positionnée au milieu et à la surface de la dernière zone fondue, ne permettent pas de mettre en évidence une évolution nette du pourcentage d'aluminium (% Al) avec les conditions expérimentales. En effet, même si les mesures effectuées dans les murs indiquent toujours un % Al plus faible que dans la poudre initiale, les conditions les plus chaudes (G1.2 – 500 W par exemple), ne conduisent pas aux % Al les plus faibles. Ces résultats confirment surtout que la technique d'analyse MEB-EDS est moins fiable quantitativement que la microsonde électronique ou que l'analyse WDS, et ne peut donner que des tendances.

| Conditions expérimentales | % Al | % Ti  | % V  |
|---------------------------|------|-------|------|
| G1.2 – 320 W – 0.4 m/min  | 5.19 | 91.74 | 2.93 |
| G1.2 – 500 W – 0.4 m/min  | 5.04 | 93.23 | 1.77 |
| G1.2 – 320 W – 0.2 m/min  | 5.13 | 91.39 | 3.33 |
| G1.2 – 500 W – 0.2 m/min  | 5.34 | 91.36 | 3.33 |
| G1.2 – 320 W – 0.1 m/min  | 5.28 | 91.97 | 2.76 |
| G1.2 – 500 W – 0.1 m/min  | 5.17 | 91.43 | 3.45 |
| TH1.2 – 320 W – 0.2 m/min | 4.78 | 92.70 | 1.68 |
| TH1.8 – 320 W – 0.4 m/min | 5.03 | 93.58 | 1.38 |
| TH1.8 – 500 W – 0.4 m/min | 5.13 | 90.53 | 2.60 |
| TH1.8 – 320 W – 0.2 m/min | 5.14 | 93.45 | 1.47 |
| Poudre de base            | 5.39 | 90.56 | 3.81 |

Tableau III-2 : Résultats de l'analyse EDS des murs fabriqués par FDPL (mesure effectuée au centre de la dernière couche de chaque mur)

### III.8. CONCLUSION DU CHAPITRE

Ce chapitre avait pour objectif de mieux décrire et comprendre la formation des états de surface lors de la fabrication directe par projection laser de murs en alliage de titane Ti-6Al-4V. Dans ce but, nous avons étudié successivement les zones fondues (ZF) et l'interaction poudre / ZF, puis l'influence spécifique d'un grand nombre de paramètres expérimentaux (puissance, vitesse, débit massique, distribution spatiale de puissance laser, granulométrie de la poudre) sur la qualité des états de surface.

Dans un premier temps, nous nous sommes intéressés à l'interaction laser-poudre à travers un modèle analytique simplifié permettant, dans nos conditions expérimentales, de calculer l'influence de la distance de travail  $W_d$  sur la température des grains de poudre projetés. Ces calculs ont permis de montrer que l'augmentation de la distance de travail utilisée (de  $W_d$ = 4 mm à 9 mm) permettait de changer l'état de la poudre projetée (solide à liquide) lors de son arrivée dans le substrat. Ce résultat a par la suite été utilisé pour expliquer la diminution de rugosité de surface avec la distance de travail, donc l'intérêt de projeter des poudres déjà fondues.

Nous avons ensuite étudié l'évolution des dimensions apparentes des zones fondues ZF en fonction des différents paramètres du procédé. Les résultats obtenus ont logiquement mis en évidence une augmentation de la taille des zones fondues (hauteur H, largeur e, longueur L) avec l'énergie linéique P/V (J/m). L'influence de la distribution spatiale de puissance (Gaussienne ou uniforme) a, par contre, révélé un élargissement prononcé des zones fondues avec un éclairement uniforme de diamètre 1.2 mm (TH1.2), par rapport à un éclairement Gaussien de diamètre équivalent (G1.2) ou uniforme de plus grand diamètre (TH1.8). Le fort gradient thermique mis en évidence par pyrométrie 2D en bord de spot laser, à l'origine de mouvements de Marangoni centrifuges supposés importants a permis d'expliquer ce résultat.

Une étude phénoménologique de l'interaction poudre / ZF nous a ensuite permis de décrire les différents types de comportement possibles de la poudre projetée sur le substrat liquide et de caractériser l'hydrodynamique des zones fondues à travers le mouvement de particules de poudre non fondues. Des vitesses moyennes proches de 0.45 m/s ont ainsi été mises en évidence quelles que soient les conditions expérimentales.

Par la suite, des techniques de pyrométrie originales ont été utilisées pour caractériser les distributions de température en zone fondue. Des niveaux de température pouvant aller jusqu'à 3300 K ont été mis en évidence, ainsi qu'une augmentation des gradients thermiques avec la puissance laser. Cette augmentation des gradients thermiques a pu être corrélée avec une augmentation de concavité des zones fondues solidifiées, mise en évidence sur des coupes métallographiques transverses et attribuée à une accentuation des mouvements de Marangoni.

Nous nous sommes ensuite intéressés à l'évolution des hauteurs par couche  $\Delta h$  avec les différents paramètres du procédé, à la fois par une caractérisation expérimentale systématique et par la mise en place d'un modèle analytique original de calcul de l'interaction jet de poudre – zone fondue. Cette double approche expérimentale et analytique nous a permis d'expliquer certains résultats à priori étonnants comme la diminution de  $\Delta h$  avec la puissance laser.

A partir de toutes ces données concernant les zones fondues (distributions de température, forme finale, interaction avec la poudre, hydrodynamique) et leur évolution avec les paramètres du procédé, nous avons pu proposer différentes explications physiques à l'évolution des états de surface obtenus par FDPL sur le Ti-6Al-4V. Afin de mieux comprendre l'origine des états de surface obtenus, nous avons filtré les résultats afin de distinguer une contribution macroscopique (l'ondulation W associée à la formation des ménisques), d'une contribution microscopique R due aux agglomérats de particules. Tous les résultats obtenus ont mis en évidence une réduction des valeurs de rugosité (R, W) avec l'augmentation du rapport P (W) /V (m/s) donc avec l'énergie linéique (J/m). Ces résultats confirment la prédominance des tensions superficielles sur les forces de gravité, puisque les meilleurs états de surface (donc les ménisques W les moins hauts, présentant les rayons de courbure les plus importants), sont obtenus pour les zones fondues les plus volumineuses (H et e élevés) et les plus chaudes associées aux hauteurs par couche  $\Delta h$  les plus faibles (Figure III-70). Sur ce point, un modèle analytique établissant une corrélation entre la taille et la forme des ZF, et la hauteur des ménisques a permis de confirmer les tendances expérimentales.

Parmi les paramètres expérimentaux bénéfiques vis-à-vis des états de surface, l'utilisation d'une distribution uniforme de puissance TH1.8 (diamètre 1.8 mm) permet, par rapport à une distribution Gaussienne de diamètre inférieur (G1.2), de mieux distribuer la chaleur, de réduire les gradients thermiques et de modifier la forme des zones fondues. Ces deux paramètres combinés conduisent à une amélioration significative des états de surface, sous forme d'une réduction des agglomérats et d'un aplanissement des ménisques latéraux.

Par ailleurs, si des murs plus larges, présentant des niveaux de température plus élevés et plus homogènes semblent bénéfiques pour les états de surface, le rôle précis des mouvements de Marangoni est encore sujet à caution, ces derniers étant par nature plus complexes que la description qui en est faite dans le chapitre.



#### Figure III-70 : Illustration de l'effet de la hauteur de la zone fondue H sur l'ondulation

Différents autres facteurs susceptibles d'influencer les états de surface ont également été évalués.

- Pour ce qui concerne la protection gazeuse, des essais comparatifs (protection locale ou globale avec Argon) ont montré qu'il n'y avait pas de corrélation directe entre l'état d'oxydation du titane (sa brillance), et la topographie associée.

- une réduction des diamètres de grains de poudre diminue logiquement la hauteur des agglomérats, donc la micro-rugosité  $R_p$  associée.

Pour finir, une rapide étude métallurgique des murs a permis d'identifier les microstructures et leur évolution avec les conditions expérimentales.

# CHAPITRE IV : FABRICATION DIRECTE PAR PROJECTION LASER DU TI-6AL-4V EN REGIME PULSE

# IV.1.INTRODUCTION

Le régime d'interaction laser-matière pulsé a déjà été utilisé par plusieurs auteurs dans le procédé de Fabrication Directe par Projection Laser (FDPL), avec des objectifs différents comme ceux de modifier la microstructure et d'éliminer les porosités résiduelles [PINKERTON 2003], ou d'obtenir des pièces présentant de bons états de surface [XUE 2011].

Parmi ceux qui ont utilisé le régime pulsé et qui ont étudié son effet sur les états de surface, [PINKERTON 2003] a mis en évidence une amélioration de l'état de surface avec un laser pulsé de durée 10-40 ms sur l'acier inoxydable 316L. Dans [XUE 2011], des valeurs de rugosité moyenne Ra proches de 2 µm sont mentionnées sur un alliage base Nickel In-718, avec l'utilisation d'un laser fibre de 1 kW, sans aucune indication sur les paramètres utilisés (puissance, fréquence, durée d'irradiation laser...), ni les conditions de projection (buse, distribution du jet de poudre).

Récemment, les travaux de [SHAH 2010] ont montré que l'utilisation d'un régime laser pulsé est également un facteur améliorant la rugosité moyenne de la surface, contrairement à d'autres études [YAKOVLEV 2005]. Ces observations ont porté sur un dépôt de poudre d'Inconel® 718 à partir d'un substrat d'alliage en titane Ti-6Al-4V. L'étude expérimentale de [SHAH 2010] analyse la variation de la taille de la zone fondue en fonction du régime laser, du débit massique de poudre D<sub>m</sub> et de la vitesse du gaz vecteur. Les rugosités les plus faibles sont obtenues en régime pulsé avec des débits élevés pour la poudre et le gaz vecteur, qui ont pour effet d'augmenter les tailles et les taux de fluctuation des bains liquides. Cette amélioration est d'autant plus importante que les zones fondues sont plus grandes.

Enfin, dans le chapitre précédent, nous avons montré que les zones fondues (ZF) les plus profondes (H élevé) associées aux hauteurs par couches les plus faibles ( $\Delta$ h) étaient la combinaison clé conduisant aux meilleurs états de surface, grâce à la réduction de hauteur du ménisque latéral et à l'élimination des agglomérats de particules. Le flux convectif de Marangoni, centrifuge (d $\sigma$ /dT (N/m.K) < 0) dans le cas du Ti-6Al-4V, est supposé fortement conditionner la forme de la zone fondue, et par conséquent l'état de surface final lié aux ménisques (paramètre d'ondulation W).

Ce chapitre est donc consacré à l'utilisation d'un régime laser pulsé lors d'essais de fabrication directe par projection laser sur l'alliage Ti-6AI-4V. Le choix d'un tel régime d'interaction comme un facteur possible d'amélioration des états de surface est basé non seulement sur les résultats de publications récentes, mais également sur la volonté de modification des régimes d'écoulement fluides en zone fondue, susceptibles d'avoir un effet favorable sur les géométries finales des murs. Comme en régime continu, différents paramètres procédé y sont utilisés (P, V, distribution spatiale), auxquels viennent s'ajouter des paramètres spécifiques au régime pulsé (rapport cyclique, fréquence). Des comparaisons avec le régime continu seront également présentées à puissance moyenne équivalente.

# IV.2. CONDITIONS OPERATOIRES

Les conditions expérimentales utilisées pour les essais sont résumées en Tableau IV-1. Les paramètres clés du régime pulsé sont la fréquence f (Hz) = 1/T et la durée d'impulsion  $\tau$  (ms). Ces deux paramètres permettent de définir un rapport cyclique dc =  $\tau/T$ , correspondant à la fraction temporelle d'éclairement laser. La comparaison avec le régime continu peut alors être envisagée en considérant la puissance moyenne du rayonnement qui est égale à  $P_{moy}$  = dc x  $P_c$ . Deux distributions spatiales de l'éclairement laser (Gaussien 1.2 mm et top-hat 1.8 mm) ont également été utilisées. Enfin, comme pour le régime continu, et pour comprendre les évolutions géométriques des murs, nous avons étudié la dynamique des zones fondues par caméra rapide, et les distributions de température en zone fondue par la technique pyrométrique présentée au chapitre précédent.

| Distribution           | Puissance crête du       | Vitesse     | Durée de    | Fréquence f |
|------------------------|--------------------------|-------------|-------------|-------------|
| spatiale $+ d_{laser}$ | laser P <sub>c</sub> (W) | d'avancée V | l'impulsion | (Hz)        |
| (mm)                   |                          | (m/min)     | (ms)        |             |
| Gaussien 1.2 mm        | 500, 600, 800            | 0.4         | 2 à 15 ms   | 40, 60, 100 |
| Top-hat 1.8 mm         | 500, 600, 800            | 0.4         | 2 à 9.3 ms  | 100         |

#### **Tableau IV-1 : Conditions expérimentales**

Des exemples de murs obtenus en régime pulsé, à puissance crête P constante, mais puissance moyenne croissante sont présentés en Figure IV-1. On y voit clairement une amélioration de l'état de surface apparente avec l'augmentation de la puissance moyenne, donc de la durée d'impulsion.



Figure IV-1 : Exemple d'images scannées de murs de 40 mm de long élaborés en régime pulsé (P= 600 W - V= 0,4 m/min -  $D_m$ = 1 g/min - f= 100 Hz). Comparaison avec le régime continu

# IV.3.ANALYSE DES ZONES FONDUES

La forme et la taille des zones fondues étant l'un des critères essentiels qui conditionne les états de surface finaux, nous avons, comme en régime continu, analysé ces zones fondues par différentes méthodes : (1) par caméra CCD en cours de procédé pour l'analyse des contours externes, (2) par coupes métallographiques pour l'analyse de la forme de la zone fondue sous la surface. Dans tous les cas, nous avons essayé de comparer ces résultats à ceux obtenus en régime continu à puissance moyenne équivalente.

### IV.3.1.ETUDE DES DIMENSIONS EXTERIEURES DE LA ZONE FONDUE PAR CAMERA RAPIDE

La comparaison des dimensions maximales des zones fondues (H, e) mesurées en régime pulsé ou continu à puissance moyenne équivalente montre, aux incertitudes de mesure près, que les hauteurs des ZF « H » et leurs largeurs « e » ne changent quasiment pas quand on passe du régime continu au régime pulsé (Figure IV-2). A vitesse constante, la puissance moyenne conditionne donc bien les dimensions extérieures et le volume total de la zone fondue.



Figure IV-2 : Comparaison des dimensions maximales des bains liquides H et e obtenues en régime pulsé (Gaussien 1.2 mm - P=600 W, V=0.4 m/min, dc variable) et en régime continu, à puissance moyenne équivalente : Aucune différence significative n'est mise en évidence.

En régime pulsé comme en continu, L et H augmentent bien avec la puissance moyenne, mais  $\Delta h$  diminue légèrement avec la puissance (Figure IV-3), à V et  $D_m$  équivalents, comme cela est démontré au chapitre précédent. En comparant le  $\Delta h$  du régime continu à celui du régime pulsé à puissance moyenne équivalente, on trouve que le pulsé donne des hauteurs par couche plus importantes, ceci peut être due à la température plus élevée atteinte au régime pulsé qui permet de faire fondre plus de poudre.



Figure IV-3 : Comparaison des hauteurs par couche obtenues en régime pulsé et continu en fonction de la puissance moyenne :  $\Delta h$  ne varie ni avec la  $P_{moy}$  ni avec le régime d'interaction

### IV.3.2. ETUDE DE LA DYNAMIQUE DES ZONES FONDUES

On s'intéresse maintenant aux fluctuations dans le temps de la zone fondue sur une période laser représentative. Dans tous les cas, la surface apparente de la zone fondue varie sur la durée de la période laser T, avec des degrés de fluctuations d'autant plus importants que la valeur du rapport cyclique dc est faible.

Ainsi, dans les exemples présentés ci-dessous, et pour une puissance crête  $P_c$ = 600 W et une fréquence de 100 Hz, on montre trois régimes distincts (Figure IV-4, Figure IV-5, Figure IV-6) :

(1) une ZF de taille variable dans le temps sans extinction totale entre impulsions (Figure IV-6 et Figure IV-6 (Figure IV-7a)) pour des rapports cycliques intermédiaires,

(2) une ZF de taille variable avec solidification totale entre impulsions (Figure IV-7 et Figure IV-6 (Figure IV-7b)) pour les faibles rapports cycliques (dc < 0.2 - 0.3) donc les faibles puissances moyennes

(3) une ZF de taille constante (moins de 5%) pour les rapports cycliques élevés (dc > 0.8)

On peut donc définir des rapports cycliques seuils  $dc_1$  et  $dc_2$  permettant de délimiter le passage d'un régime de fluctuation de ZF à un autre. Ces rapports cycliques  $dc_1$  et  $dc_2$  déterminés expérimentalement, varient en fonction de la puissance crête  $P_c$  et de la fréquence utilisée. Ainsi, par exemple, le rapport cyclique  $dc_1$  en dessous duquel la ZF se solidifie complètement entre deux impulsions varie de  $d_c=0.1$  pour  $P_c=800$  W à  $d_c=0.25$  pour  $P_c=500$  W (Figure IV-7). De même, à  $P_c=800$  W, la zone fondue n'évolue pas au-delà de dc=0.6 contre dc=0.9 à  $P_c=500$  W.



Figure IV-4 : Analyse par caméra rapide des fluctuations de la zone fondue en régime pulsé-  $D_m$  = 1 g/min, P=600 W, V=0.4 m/min, f=100 Hz, éclairement Gaussien ( $\tau_{laser}$  = 6 ms, dc=0.6) variation de 50 % de la taille de la ZF



Figure IV-5 : Analyse par caméra rapide des variations de la taille de la zone fondue en régime pulsé-  $D_m = 1$  g/min, P=600 W - V=0.4 m/min - f=100 Hz, éclairement Gaussien ( $\tau_{laser} = 2$  ms, dc= 0.2), solidification complète entre deux impulsions



Figure IV-6 : Traitement des images pour un mur fabriqué avec P= 600W, f= 100 Hz : Evolution de la surface projetée de la zone fondue S (mm<sup>2</sup>) au cours du temps : la surface varie de (a)  $\Delta$ S/S= 60% pour dc=0,6 (b)  $\Delta$ S/S= 100 % pour dc=0,2 solidification complète entre impulsions



Figure IV-7 : Schéma explicatif des différents types de comportement de la zone fondue en régime pulsé  $(\Delta S/S = variation relative de surface apparente de la zone fondue)$ 

Contrairement aux essais de FDPL en régime continu, l'analyse par caméra rapide des vitesses de particules en zone fondue a été rendue difficile à cause de fluctuations trop importantes de la luminosité en régime pulsé. Par conséquent, une modification éventuelle de l'hydrodynamique des bains n'a pu être mise en évidence quantitativement. Par contre, de façon qualitative, on remarque qu'une interruption de l'éclairement laser même très modérée (par exemple 0.7 ms sur une période de 10 ms), atténue les mouvements fluides sans complètement les interrompre pour des rapports cycliques élevés. Pour les dc les plus faibles, les mouvements fluides semblent pratiquement inexistants en zone fondue, cette dernière se comportant de façon hydrostatique.

### IV.3.3.ETUDE DES DIMENSIONS DE LA ZONE FONDUE F PAR COUPE METALLOGRAPHIQUE

Nous avons vu au chapitre précédent qu'une augmentation de puissance avait pour effet d'augmenter la concavité de la zone fondue, par une accentuation des mouvements de Marangoni dans le Ti-6Al-4V (avec

 $\partial\sigma/\partial T < 0$ ) (Figure IV-8, Figure IV-9). Ce résultat est confirmé en régime pulsé, si l'on considère l'influence du rapport cyclique dc, donc de la puissance moyenne. Ainsi, quand on augmente la puissance moyenne, les angles  $\theta_1$  et  $\theta_2$  augmentent en même temps que la largeur e et le volume de la zone fondue, à hauteur par couche quasi-équivalente. L'augmentation de la puissance moyenne a également un effet sur la position de la ZAT (Figure IV-9) : plus la puissance est importante plus la ZAT s'éloigne de la limite basse de la zone fondue. On remarque également (pour dc= 0,9) une modification de la forme globale de la partie inférieure de la zone fondue qui s'éloigne de plus en plus de la forme d'une demi-ellipse sous l'effet des mouvements de convection.



Figure IV-8 : Coupes transverses des murs élaborés en régime pulsé (600 W - 100 Hz). Influence du rapport cyclique : (a) dc= 0,45, (b) dc= 0.6, (c) dc= 0,75, (d) dc= 0,9



Figure IV-9 : Parties supérieures des murs élaborés en régime pulsé (600 W – 100 Hz). Influence du rapport cyclique dc sur la forme des zones fondues. L'augmentation de la puissance moyenne (P x dc) entraîne un creusement plus prononcé de la zone fondue ( $\theta_1$  et  $\theta_2$  augmentent) sous l'effet des mouvements de Marangoni.

Si l'on compare des coupes de cordon élaboré en continu ou en pulsé à puissance moyenne équivalente (par exemple : P=500 W en continu et  $P_c$ = 600 W -  $d_c$ = 0.9, donc  $P_{moy}$ = 540 W en régime pulsé : Figure IV-10), il est intéressant de constater que le régime pulsé entraîne des bains liquides plus creusés et des courbures  $\theta_1$  et  $\theta_2$  plus importantes en régime pulsé ( $\theta_1$ = 85° en pulsé et  $\theta_1$ = 76° pour le continu) (Figure IV-10). On remarque également une augmentation sensible de la surface projetée de la zone fondue, malgré une position de ZAT équivalente et des largeurs de murs comparables. Il y a donc bien une modification importante de la forme des zones fondues à puissance moyenne équivalente qui va dans le sens d'une augmentation spossibles, on peut mentionner l'utilisation de puissances crêtes plus importantes en pulsé qui peut favoriser des gradients thermiques instantanés plus importants et accentuer le creusement des zones fondues par l'action des mouvements centrifuges de Marangoni. Il est donc important de pouvoir accéder aux distributions de température pendant les périodes laser en régime pulsé.



Figure IV-10 : Formes des zones fondues obtenues en régime continu (P=500 W) ou pulsé (600 W - dc= 0.9) à puissance moyenne équivalente. Le passage en régime pulsé modifie la forme des zones fondues, augmente leur concavité, et augmente la hauteur apparente H, à largeur de mur et hauteur de ZAT équivalentes.

### IV.4. MESURE DES TEMPERATURES EN ZONE FONDUE

Comme pour l'étude réalisée en régime continu, la détermination de la distribution de température en régime pulsé, doit nous permettre d'accéder :

- (1) Via les gradients thermiques en surface, aux gradients de tensions superficielles à l'origine de la convection thermocapillaire ;
- (2) A la température maximale en zone fondue, qui peut nous renseigner sur la présence ou non de phénomènes de vaporisation d'éléments d'alliage pendant l'essai (rappel : T<sub>vap</sub>(Aluminium)= 2500 °C).

Nous avons représenté en Figure IV-11, la distribution de température en ZF le long d'une ligne verticale passant par le centre de la tâche laser (analyse latérale), pour la même puissance crête  $P_c=600$  W, et des de croissants (0.53 et 0.9). Les résultats indiquent que quand le rapport cyclique de augmente :

(1) La température maximale de la zone fondue atteinte au centre de la tâche focale augmente (de 3080 K à 3350 K);

(2) l'écart entre la température maximale et minimale est réduit – donc les températures fluctuent moins sur une période laser. Cet écart  $\Delta T$  passe de  $\Delta T = 3050 \text{ K} - 2250 \text{ K} = 800 \text{ K}$  pour dc= 0.53 à  $\Delta T = 3350 \text{ K} - 2870 \text{ K} = 480 \text{ K}$  pour dc=0.9;
(3) les températures maximales mesurées pour dc= 0.9 atteignent rapidement (au bout de 2 ms) un palier à 3350 K, puis ne diminuent qu'à l'arrêt de l'impulsion laser (Figure IV-12). La présence de ce palier de température est très certainement liée à la température de vaporisation du Ti-6Al-4V. Une pression de vapeur verticale s'est donc certainement exercée sur la zone fondue à dc élevé. Néanmoins, son effet serait plutôt contraire à l'amélioration des états de surface, en favorisant l'élargissement des zones fondues et la formation de ménisques à petit rayon de courbure.

(4) les gradients thermiques moyens  $\partial T / \partial y$  en zone fondue varient fortement sur une même période (entre 600 K/mm et 900 K/mm, pour dc=0.9, entre 400 K/mm et 1000 K/mm pour dc= 0.53). Ce dernier résultat peut avoir une influence importante sur la limitation des mouvements de Marangoni, comme l'a indiqué S.Morville dans sa thèse [MORVILLE 2012A].



Figure IV-11 : Evolution de la température du bain liquide en fonction de la hauteur du bain liquide et en fonction du temps t=0 ms étant le moment du début de l'allumage laser (f=100 Hz et  $P_c$ =600 W) pour des rapports cycliques dc= 0.53, et dc= 0.9 (Gaussien 1.2 mm)



Figure IV-12 : Evolution de la température maximale pour le régime pulsé en fonction du temps pour deux dc différents (0.53 et 0.9) pour P=600 W, f=100 hz,  $D_m$ =1 g/min et V= 0.4 m/min

Une comparaison des températures mesurées en zone fondue en régime pulsé et continu montre qu'à puissance moyenne équivalente, la température maximale atteinte pour le régime pulsé est 400 K à 500 K plus élevée que celle du régime continu. Globalement, on peut également constater que les températures en régime continu sont comprises entre les températures maximales et minimales mesurées en régime pulsé. On peut donc conclure de ces mesures que les risques de vaporisation sélective sont plus importants en régime pulsé à puissance crête élevée (Figure IV-13 et Figure IV-11).



Figure IV-13 : Evolution de la température maximale en zone fondue pour le régime pulsé et le régime continu en fonction de la puissance moyenne (en régime pulsé  $P_c = 600$  W et f = 100 Hz)

Différents essais ont également été effectués avec une distribution homogène de puissance (top-hat 1.8 mm) qui a déjà permis d'améliorer les états de surface en régime continu.

Les températures maximales obtenues (au centre de l'éclairement laser) avec une distribution laser TH1.8 sont logiquement moins importantes qu'avec une distribution gaussienne G1.2 contrairement aux températures sur les

côtés (Figure IV-14). A puissance moyenne équivalente, une distribution uniforme permet de diminuer d'environ 300 K les niveaux de températures maximales en zone fondue. Par contre, les bords de la zone fondue sont plus chauds en TH1.8, en raison de la densité de puissance locale supérieure.



Figure IV-14 : Evolution de la distribution de température (K) en ZF sur une période de régime pulsé TH 1.8 : P=800 W, V=0.4 m/min ; D<sub>n</sub>=1 g/min ; D<sub>c</sub>=0.8 ; f=100 Hz (0.66 ms entre chaque image)

Nous nous sommes intéressés à l'étude thermique du régime pulsé par caméra thermique et par thermocouples pour comprendre la thermique globale des murs fabriqués en pulsé et continu à puissance moyenne équivalente. Nous avons remarqué que la température du substrat est la même pour le pulsé et le continu (Figure IV-15(b)). Ce qui justifie la comparaison des états de surface du continu et du pulsé à puissance moyenne équivalente.



Figure IV-15 : (a) Analyse des températures par caméra thermique (CT) - Après étalonnage (détermination de l'émissivité moyenne  $\varepsilon$ ) grâce à des thermocouples, la C.T. a permis de confirmer l'effet de puissance moyenne : une irradiation laser pulsée avec 500 W - dc = 80 % a le même effet thermique global qu'une irradiation laser continue à 400 W (b). Par contre, la CT, par manque de résolution et de données sur les émissivités à l'état liquide n'a pas permis d'étudier la température en zone fondue (Ti-6Al-4V)

# IV.5. ANALYSE DES ETATS DE SURFACES

#### IV.5.1.INFLUENCE DU RAPPORT CYCLIQUE ET DE LA PUISSANCE MOYENNE

Pour étudier l'influence du régime pulsé sur les états de surface générés en FDPL, nous avons fait varier les paramètres suivants : la puissance crête P<sub>c</sub>, la fréquence f = 1/T, la durée d'impulsion  $\tau$  (donc le rapport cyclique dc =  $\tau/T$ ), et la distribution spatiale de puissance (uniforme TH1.8 ou Gaussienne G1.2.).

Nous avons tout d'abord remarqué que la fréquence des impulsions, dans la gamme utilisée (40 à 100 Hz), n'a que peu d'effet sur les états de surface obtenus, à puissance moyenne équivalente ( $P_{moy}$ = dc x  $P_c$ ). Dans ce qui suit, nous ne distinguerons donc pas l'influence particulière de f dans la compréhension des évolutions de l'état de surface.

Une analyse MEB des surfaces (Figure IV-16) montre clairement une amélioration des états de surface avec l'augmentation du rapport cyclique, que ce soit au niveau de la densité de particules agglomérées, qu'au niveau de leur hauteur et de la taille des ménisques. Ainsi, à dc élevé (dc = 0.84), on ne voit pratiquement plus de particules et on distingue peu les ménisques correspondant à chaque couche. On retrouve ici l'effet bénéfique d'une puissance moyenne élevée, à vitesse et débit massique constants, qui permet d'augmenter la taille de la zone fondue (e, L, H), tout en conservant des hauteurs par couche  $\Delta$ h équivalentes.



Figure IV-16 : Evolution de l'état de surface en fonction du rapport cyclique dc ( $P_c = 600 \text{ W} - f = 60 \text{ Hz} - D_m = 1 \text{ g/min}$ ) –(a) dc= 0,36, (b) dc= 0,48, (c) dc= 0,6, (d) dc= 0,84

Sur des analyses de topographie superficielle (Figure IV-17), cette amélioration se manifeste par une réduction continue des valeurs de rugosités moyennes  $R_a$  non filtrées.  $R_a$  passe alors de 29 µm à dc = 0.3 à  $R_a$  = 5 µm pour dc = 0.9, pour P=500 W et f=60 Hz. L'effet se ressent au niveau des particules agglomérées, et des hauteurs de ménisques.



Figure IV-17 : profil 3D des états de surface en régime pulsé ( $P_c$ = 500 W, f=60 Hz,  $D_m$ =1g/min) (a) dc=0,3 ( $R_{a, nf}$ = 29 µm), (b) dc= 0,5 ( $R_{a, nf}$ = 17 µm), (c) dc=0.7 ( $R_{a, nf}$ = 9 µm), (d) dc=0.9 ( $R_{a, nf}$ = 5 µm) : l'augmentation du rapport cyclique dc et de la puissance moyenne qui en résulte ( $P_{moy}$ = $P_c$ \*dc) améliore l'état de surface.

Si l'on utilise le même type de filtrage des résultats de rugosité que celui déjà présenté en régime continu, avec un filtre (cut-off) de 90  $\mu$ m, on peut également distinguer la micro-rugosité R de la macro-ondulation W. La variation des paramètres R<sub>p</sub> et W<sub>p</sub> en fonction du rapport cyclique dc est présenté en Figure IV-19 et nous a permis de dégager les conclusions suivantes :

- (1) Comme en régime continu, les valeurs des paramètres  $R_p$  et  $W_p$  diminuent nettement avec le rapport cyclique de (Figure IV-18), indiquant ainsi un effet bénéfique de la puissance moyenne  $P_{moy}=P_c*dc$ , qui augmente le rapport H/ $\Delta h$
- (2) Cette amélioration d'état de surface est confirmée quelle que soit la fréquence utilisée (entre 60 Hz et 100 Hz) (Figure IV-18);
- (3) A une fréquence donnée et une puissance crête P<sub>c</sub> donnée, le meilleur résultat est systématiquement obtenu pour le rapport cyclique le plus élevé (dc≈ 0.9). Dans ce régime quasi-continu, où l'éclairement laser n'est interrompu que pendant 10 % du cycle, les paramètres R et W sont diminués d'un facteur 2 par rapport au régime continu (dc= 1), malgré une puissance moyenne plus faible en pulsé.
- (4) A fréquence équivalente, les meilleurs états de surface sont toujours obtenus pour les puissances crêtes les plus élevées. Par exemple, les valeurs de W<sub>p</sub>, R<sub>p</sub> sont plus faibles à P<sub>c</sub>= 800 W qu'à P<sub>c</sub>= 600 W et à P<sub>c</sub>=500 W (Figure IV-18).
- (5) Si on compare l'état de surface, à puissance moyenne équivalente, entre un régime pulsé et un régime continu (Figure IV-19), le régime pulsé donne toujours de meilleurs états de surface, avec des





Figure IV-18 : Evolution de l'état de surface en fonction du rapport cyclique dc : (a) f= 100 Hz,  $P_c$ = 600 W, V=0.4 m/min) et du continu, (b) 500 W – f=60 Hz (cas d'une distribution gaussienne G1.2)



Figure IV-19 : Evolution de l'état de surface en fonction de la puissance moyenne P<sub>moy</sub>. Comparaison du pulsé (f=100 Hz - P=600 W - V=0.4 m/min) et du continu (cas d'une distribution gaussienne G1.2)

Enfin, les données de rugosité non filtrées (Cut-off = 0) indiquent des valeurs optimales en régime pulsé de l'ordre de  $R_{a, nf}$ = 2 µm et  $R_{p, nf}$ = 6 µm pour le Ti-6Al-4V qui sont 6 à 7 fois inférieures aux données présentées dans les études antérieures ([MAISONNEUVE 2008]). Dans ces conditions, le procédé de FDPL génère des surfaces permettant de limiter au maximum voire d'éviter les reprises d'usinage. Dans les conditions optimales de rapport cyclique (dc  $\approx$  0.9), on obtient des rendements massiques proches du régime continu, c'est-à-dire de l'ordre de 80 %.

En résumé, pour une distribution laser gaussienne, l'effet du régime pulsé sur l'amélioration des états de surface est remarquable et se manifeste à la fois sur les paramètres de rugosité et d'ondulation. Si l'on retrouve l'influence de la puissance moyenne et de l'augmentation du rapport  $H/\Delta h$ , déjà identifié en régime continu, on met en évidence un véritable effet spécifique lié à l'interruption de l'éclairement laser.

#### IV.5.2.INFLUENCE DE LA DISTRIBUTION DE PUISSANCE LASER EN REGIME PULSE

Les résultats obtenus en régime continu ont montré qu'une distribution laser uniforme TH1.8 apporte une amélioration sensible de l'état de surface par rapport au laser gaussien G1.2, via une homogénéisation des températures en zone fondue, donc une réduction des gradients thermiques associés, et malgré des dimensions de zone fondue quasi-équivalentes. Des expériences comparatives ont donc été menées en régime pulsé à f= 100 Hz, pour confirmer cet effet. L'intérêt d'une distribution homogène en régime pulsé est supposé limiter les températures maximales en centre de zone fondue par rapport à une distribution Gaussienne.

Les analyses topographiques réalisées montrent (Figure IV-20) : (1) que l'augmentation du rapport cyclique dc, donc l'augmentation de la puissance moyenne, améliore, en distribution uniforme comme en distribution Gaussienne, l'état de surface, (2) à puissance moyenne équivalente, le passage à la distribution uniforme dégrade légèrement les états de surface contrairement aux résultats obtenus en régime continu.



Figure IV-20 : Effet de la distribution laser (G1.2 et TH1.8) sur les valeurs d'ondulation  $W_p$  au régime pulsé : à puissance moyenne équivalente les résultats des états de surface sont meilleurs en distribution Gaussienne (f=100 Hz - P<sub>c</sub>=600 W - 800 W)

#### *IV.6.DISCUSSION : APPORT DU REGIME PULSE*

En nous basant sur des publications antérieures, et en particulier celle du CNRC [XUE 2011], qui ont montré l'intérêt du régime pulsé dans l'amélioration des états de surface, nous avons voulu mener une étude exploratoire, afin de confirmer cet effet, et de comprendre son origine.

Pour une distribution laser donnée (gaussienne ou uniforme), les résultats expérimentaux obtenus sur Ti-6Al-4V ont confirmé une amélioration de l'état de surface avec le régime pulsé en FDPL.

L'amélioration des états de surface avec l'augmentation des rapports cycliques est logique, et confirme les résultats obtenus en régime continu: des rapports cycliques donc des puissances moyennes importantes, favorisent des murs larges et des rapports  $H/\Delta h$  élevés. Les zones fondues les plus larges limitent le débit massique local en vis-à-vis des bords de murs, donc la densité de particules agglomérées. De même, des zones

fondues plus hautes (H élevé) favorisent la re-fusion des particules déjà agglomérées, et diminuent l'amplitude du ménisque latéral par une augmentation du rayon de courbure de la zone fondue.

Contrairement à ce que nous pensions au départ, cette amélioration est surtout mise en évidence pour les rapports cycliques dc les plus élevés ( $\approx 0.9$ ) correspondant à une irradiation laser quasi-continue. Ainsi, une simple interruption temporelle de 10 % de l'éclairement laser réduit d'un facteur 2 à la fois la taille des ménisques W et la micro-rugosité R. Dans ces conditions, on obtient des états de surface comparables voir meilleurs qu'en fusion sélective, sans modification du rendement d'interaction (75-80 %) par rapport au régime continu.

A titre comparatif, des essais réalisés avec une distribution uniforme TH1.8, des puissances crêtes élevées et des durées d'impulsion courtes (par exemple :  $P_c=4$  kW, f=100 Hz,  $\tau=1$  ms) n'ont pas permis de stabiliser le procédé et d'obtenir de bons états de surface, même si les puissances moyennes utilisées étaient équivalentes. Un échauffement local et instantané important associé à une puissance crête élevée est peut-être à l'origine de ces mauvais résultats.

Deux questions essentielles se posent donc : (1) pourquoi, à puissance moyenne équivalente, le passage du régime continu au régime pulsé a-t-il un effet bénéfique sur les états de surface (Figure IV-19) ?, (2) pourquoi les meilleurs résultats sont-ils obtenus avec les rapports cycliques les plus élevés (Figure IV-18) ?

Différentes constats permettent de répondre à ces questions :

- (1) Le régime pulsé entraîne des températures instantanées plus élevées que le régime continu à puissance moyenne égale (Figure IV-13), mais des températures moyennes ( $T_{max} T_{min}$  en un point) équivalentes. Ces températures instantanées supérieures modifient la forme des zones fondues, donc l'inclinaison (angles  $\theta_1$  et  $\theta_2$ ) qui devient plus verticale (Figure IV-10), donc favorable à la réduction des hauteurs de ménisques;
- (2) Les mouvements fluides sont d'autant moins prononcés dans les zones fondues, que les rapports cycliques sont faibles. Une courte interruption dans l'éclairement laser (utilisation du régime pulsé quasi-continu) suffit à diminuer fortement les gradients thermiques  $(\partial T / \partial y)$  et à réduire l'amplitude et la vitesse des flux convectifs. Le régime pulsé réduit donc les mouvements de convection centrifuges comme cela a été confirmé numériquement par calcul numérique [MORVILLE 2012B]. A largeur de zone fondue équivalente, cette diminution instantanée de la convection de Marangoni permet d'augmenter le rayon de courbure des bords de zones fondues, donc de limiter l'amplitude W des ménisques;
- (3) Le régime quasi-continu permet de combiner les effets bénéfiques de zones fondues larges et profondes, avec la diminution des mouvements de convection centrifuges.

Comme les résultats obtenus en continu, c'est donc la forme d'équilibre de la zone fondue (géométrie elliptique globale + angles de courbures locaux  $\theta_1$  et  $\theta_2$ ) combinée à la hauteur par couche  $\Delta h$ , qui conditionne directement la forme et la hauteur des ménisques, donc le paramètre d'ondulation W. [GHARBI 2013A]

Comme en régime continu, les paramètres de rugosité R (agglomérats de particules) sont améliorés par :

- des températures locales élevées en bord de mur dans et à proximité de la zone fondue;
- l'augmentation des rapports H/Δh qui favorisent la re-fusion des particules agglomérées;
- l'augmentation de la largeur des murs e qui permet de limiter les débits massiques locaux  $D_m^*(g/s/m^2)$  en bord de mur (à e/2) sont des facteurs déterminants.

Comme les zones fondues sont de tailles équivalentes en pulsé et en continu, une diminution du débit massique local  $D_m^*$  ne peut pas expliquer les résultats obtenus. On peut donc penser que c'est également la forme de la zone fondue qui modifie les conditions d'agglomération des particules malgré un débit massique local

équivalent sur les côtés du mur. Ainsi, des parois de zone fondue plus verticales, donc moins orientées vers le jet de poudre, peuvent limiter la formation des agglomérats (Figure IV-21).





Le passage d'une distribution Gaussienne à une distribution uniforme dégrade légèrement les états de surface (Figure IV-20), contrairement aux essais réalisés en régime continu, pour lesquels l'éclairement laser plus homogène, limitait les mouvements de Marangoni et chauffait plus les parties latérales des murs. Aucune explication n'a pu être apportée à ce résultat.

Au final deux options distinctes mais non cumulables sont possibles pour améliorer les états de surface de pièces élaborées par le procédé FDPL : (1) soit l'utilisation d'un régime pulsé quasi continu avec un éclairement plutôt Gaussien, (2) soit l'utilisation d'un régime continu avec une irradiation uniforme TH 1.8. La combinaison de ces deux facteurs d'amélioration (un régime pulsé avec une distribution uniforme) ne permet pas une amélioration plus importante.

Dans des conditions optimisées, nous avons pu atteindre des niveaux de rugosité très attractifs (Tableau IV-2) avec des valeurs  $R_a$  et  $R_p$  non filtrés de l'ordre de 3 µm et 10 µm, pour un rendement massique compris entre 55% et 80 %. Ces niveaux de rugosité sont 5 à 6 fois plus faibles que ceux obtenus dans des études antérieures sur Ti-6Al-4V malgré des jets de poudre sensiblement équivalents.

Enfin, sur un plan métallurgique, les pièces analysées (dureté, composition) ne présentent pas de différence notable avec les pièces réalisées en continu, à puissance moyenne similaire.

| Conditions expérimentales                              | $R_a(\mu m)$ | $R_{p}(\mu m)$ | $R_t(\mu m)$ | R <sub>m</sub> |
|--|--------------|----------------|--------------|----------------|
| G1.2- 600 W - 100 Hz<br>( $\tau$ =9 ms, dc = 0.9)      | 2.5          | 6.6            | 13.4         | 0.51           |
| G1.2- 500 W - 100 Hz<br>( $\tau$ =9 ms, dc = 0.9)      | 5.2          | 10.5           | 20           | 0.5            |
| TH1.8 – 800 W – 100 Hz<br>( $\tau$ =9.3 ms, dc = 0.93) | 3            | 18.1           | 27.5         | 0.77           |

Tableau IV-2 : états de surface optimaux (valeurs non filtrées) obtenus avec le régime pulsé quasi-continu avec un débit massique constant  $D_m=1$  g/min ( $\mathbf{R}_m$  = rendement massique)

# IV.7.CONCLUSIONS

Dans ce chapitre, nous avons démontré que l'utilisation d'un régime pulsé à la place d'un régime purement continu, pouvait être un facteur original d'amélioration des états de surface de pièces élaborées par FDPL. L'amélioration mise en évidence en régime pulsé est due à deux facteurs complémentaires :

- (1) L'augmentation de la puissance moyenne, et de la taille des zones fondues, associée à une augmentation du rapport cyclique dc. Ce résultat rejoint les résultats du chapitre précédent.
- (2) A puissance moyenne équivalente, un effet bénéfique spécifique du régime pulsé attribué à une diminution de la convection de Marangoni centrifuge dans la zone fondue, entraînant une modification géométrique des formes de zone fondue stabilisées. La modification des distributions de température instantanées en zone fondue T=f(x,y,z,t) semble à l'origine des états de surface améliorés en régime pulsé par rapport au régime continu, à puissance moyenne équivalente.

Pour des conditions d'éclairement quasi-continues (dc proche de 0.9), des rugosités arithmétiques  $R_a$  inférieures à 3 µm et des amplitudes de rugosité  $R_p$  inférieures à 10 µm, peuvent alors être obtenues, tout en conservant des rendements massiques acceptables et des états métallurgiques proches de ceux obtenus en régime continu.

De tels états de surface correspondent à une nette amélioration par rapport à des études antérieures. Cependant, en raison des faibles débits massiques utilisés (1 g/min) pour limiter les hauteurs par couche  $\Delta$ h, la vitesse de fabrication des pièces s'avère basse, de l'ordre de 10 cm<sup>3</sup>/heure, pour le Ti-6Al-4V, ce qui peut être rédhibitoire pour l'utilisation industrielle du régime pulsé.

# CHAPITRE V : FABRICATION DIRECTE PAR PROJECTION LASER DE L'ACIER 316L

# V.1.INTRODUCTION

Toute la première partie de la thèse a été consacrée à la mise en œuvre de l'alliage Ti-6Al-4V par FDPL. Dans ce chapitre V, nous nous sommes intéressés à la réalisation de murs en acier inoxydable 316L afin d'étudier l'influence de la nature du matériau et de ses propriétés thermo-physiques, sur la qualité des états de surface.

La démarche expérimentale suivie est proche de celle mise en œuvre sur Ti-6Al-4V : (1) étude des dimensions de zones fondues en cours de procédé (par caméra rapide) et après solidification (sur des coupes macrographiques), (2) mesure des températures en ZF, (3) analyse des états de surface par profilométrie. Dans tous les cas, nous nous attacherons à mettre en évidence les différences de comportement du 316L par rapport au Ti-6Al-4V, afin de tenter d'en tirer des conclusions plus générales sur l'influence du matériau projeté.

# V.2. CONDITIONS OPERATOIRES

Les conditions expérimentales utilisées pour étudier l'effet du matériau 316L sont présentées dans le Tableau IV-1. Dans un premier temps, nous avons travaillé avec les mêmes puissances, vitesses de balayage et débits volumiques que le Ti-6Al-4V, puis nous avons adapté les paramètres puissance P et vitesse V en fonction des premiers résultats, ce qui nous a conduit à travailler avec des conditions plus froides que pour le Ti-6Al-4V (puissances plus basses et vitesses plus élevées). La comparaison des deux matériaux a été menée uniquement en régime continu et avec une distribution gaussienne G1.2, mais quelques essais ont été également faits en régime pulsé pour tester un éventuel effet bénéfique.

Enfin, comme sur le Ti-6Al-4V, et pour comprendre les évolutions géométriques des murs, nous avons étudié la dynamique des zones fondues par caméra rapide, et les distributions de température en zone fondue par la technique pyrométrique présentée au chapitre III.

Pour ces essais, nous avons utilisé essentiellement deux types de poudres 316L distinctes (cf chapitre II) par :

- Leur morphologie (la poudre Sulzer-Metco présente une géométrie non sphérique due à l'atomisation sous eau, et la poudre TLS est sphérique) ;
- Leur composition chimique (la poudre TLS Technik est contaminée par 1 à 2 % d'aluminium : pour cette raison, la plupart des essais ont été réalisés avec la poudre Sulzer-Metco)

Enfin, à titre comparatif, les essais ont été réalisés sous protection locale (buse) avec environ 5000 ppm  $O_2$ , ou globale (machine OPTOMEC LENS) avec 60 ppm d'oxygène.

Des exemples de murs de 40 mm de long réalisés sur la machine OPTOMEC LENS 450 sous 60 ppm d'O<sub>2</sub> sont présentés en Figure V-1. Contrairement aux résultats obtenus sur Ti-6Al-4V, les meilleurs états de surface apparents semblent obtenus à faible puissance et vitesse élevée, donc pour les conditions les plus froides, et les hauteurs par couche les plus faibles. Nous reviendrons dans la suite du chapitre sur ce résultat original.

| Protection gazeuse                                     | Puissance<br>P (W)                 | Vitesse d'avance<br>V (m/min) | Débit massique<br>D <sub>m</sub> (g/min) | Poudre                   | Régime              |
|--|------------------------------------|-------------------------------|--|--------------------------|---------------------|
| Protection locale<br>(Limoges Précision –<br>5000 ppm) | 320, 400,<br>500, 600              | 0.1, 0.2, 0.4, 0.6            | 2 g/min et 4.2<br>g/min                  | Sulzer Metco (SM)<br>TLS | Continu             |
| Protection globale<br>(Optomec Lens 450<br>– 60 ppm)   | 180, 200,<br>320, 400,<br>500, 600 | 0.1, 0.2, 0.4, 0.6            | 2 g/min et 4.2<br>g/min                  | Sulzer Metco (SM)        | Continu<br>et pulsé |

**Tableau V-1 : Conditions expérimentales** 



V=0.6 m/min



Figure V-1 : Photos des murs scannés montrant l'évolution des états de surface en fonction de la puissance : (a) P= 200 W (b) P= 400 W (c) P= 500 W (d) P= 600 W) et de la vitesse (V=0.4 m/min et V=0.6 m/min) pour un débit massique  $D_m$ =4 g/min

#### V.3.ANALYSE DES ZONES FONDUES

Comme sur le Ti-6Al-4V, l'étude par caméra rapide des zones fondues nous renseigne sur : (1) leurs dimensions, et leur évolution avec les paramètres procédé, (2) leur hydrodynamique (forme et vitesse des mouvements fluides). Ces deux informations fournissent des éléments de réponse vis-à-vis des états de surface observés.

#### V.3.1.ETUDE DES DIMENSIONS EXTERIEURES DE LA ZONE FONDUE PAR CAMERA RAPIDE

#### V.3.1.1.ASPECT DES ZONES FONDUES

Les dimensions et l'aspect des zones fondues varient non seulement avec les paramètres du procédé (P, V, Dm), mais également avec la nature de la poudre projetée. Ainsi, les zones fondues obtenues à partir de la poudre TLS contaminée par de l'aluminium, présentent des suspensions visqueuses sous forme de bulles sphériques (Figure V-2 (a)), alors que les zones fondues obtenues avec la poudre Sulzer-Metco présentent une croûte solide qui masque partiellement l'arrière du bain liquide. Cette croûte existe, quelle que soit la protection gazeuse (Figure V-2 (b), (c)), et gêne l'identification précise des contours de la zone fondue. Lors des analyses vidéo, on identifie clairement des mouvements fluides sous la croûte solide, qui nous permettent d'identifier approximativement la dimension réelle de la zone fondue, très largement supérieure à celle de la zone fondue apparente. Comme cette croûte existe avec la poudre Sulzer Metco, quelle que soit la protection gazeuse, on peut penser que la poudre initiale est également contaminée, sûrement par de l'oxygène, et que la croûte en suspension est composée d'oxyde de chrome  $Cr_2O_3$ , à point de fusion élevé (2400 K) [HAUFFE 1965]. Cependant, et parce que seule la poudre Sulzer Metco correspondait à la composition chimique attendue pour un 316L ( $\approx$  Fe 17Cr 12Ni 2Mo), l'ensemble des essais présentés dans ce chapitre a donc été réalisé avec cette poudre. A paramètres équivalents, les tailles réelles des zones fondues sont assez proches entre les poudres TLS et Sulzer Metco (SM) (Figure V-2). La validation expérimentale d'un modèle thermique de FDPL est donc envisageable à partir des tailles de zones fondues obtenues sur la poudre TLS.



Figure V-2 : Comparaison des ZF obtenues à conditions équivalentes (4 g/min - P=400 W - 0.4 m/min) sur (a) la poudre TLS contaminée, (b) la poudre SM (protection locale), (c) la poudre SM (protection globale 60 ppm)

#### V.3.1.2.DIMENSIONS APPARENTES DES ZONES FONDUES

La Figure V-3 représente l'évolution des dimensions apparentes de zones fondues en fonction de la puissance laser et de la vitesse à débit massique constant. Si les largeurs des murs "e" suivent une évolution logique avec P (W) et V (m/min), donc avec l'énergie linéique P/V, les longueurs et hauteurs apparentes de ZF varient peu (+20 à 30 % entre 320 W et 600 W), et sont donc clairement faussées par rapport aux dimensions réelles en raison de la présence de la croûte de fonderie en suspension. Par ailleurs, on peut constater qu'à paramètres (P, V, débit volumique) équivalents, les murs sont moins larges sur 316L que sur Ti-6Al-4V. Par exemple à (400 W - 0.4 m/min), on trouve e = 1.6 mm (316L) contre e = 1.9 mm (Ti-6Al-4V).



Figure V-3 : (a) Evolution de l'épaisseur des murs e (= la largeur des zones fondues) en fonction de P et V pour  $D_m$ = 4 g/min, (b) Evolution de la hauteur et de la longueur de la zone fondue apparente et réelle par caméra rapide (V=0,4 m/min) : les hauteurs et les largeurs réelles de la zone fondue sont obtenues par analyse des bains liquides obtenus avec la poudre TLS, qui ne présentent pas de croûte solide (Annexe – 8)



Figure V-4 : Simulation numérique 3D du procédé de FDPL sur 316L (400 W - 0.4 m/min - 4 g/min). La dimension de la zone fondue correspond aux résultats expérimentaux en considérant une absorptivité A = 0.25.

Afin d'estimer l'absorptivité du rayonnement laser sur 316L et valider les tailles des zones fondues, nous avons mis en œuvre des simulations numériques solides, utilisant le même modèle par éléments finis que sur le Ti-6Al-4V. Ce modèle utilise comme données d'entrée la largeur et la hauteur par couche réelle pour une condition (P, V, D<sub>m</sub>) fixée et calcule la thermique du procédé en activant une fonction de conductivité thermique. Les résultats numériques ont montré que, sur différents cas, la longueur et la hauteur des zones fondues étaient correctement reproduites (Figure V-4) en considérant une distribution Gaussienne, et une absorptivité A du rayonnement de l'ordre de A  $\approx$  0.25, sensiblement inférieure à celle du Ti-6Al-4V (de l'ordre de A  $\approx$  0.35) à  $\lambda$ = 1.03 µm.

#### V.3.2. ETUDE DE LA DYNAMIQUE DES ZONES FONDUES

Alors que nous avions clairement identifié la présence de mouvements de convection centrifuges sur le Ti-6Al-4V, l'analyse de la dynamique des zones fondues s'est avérée difficile sur 316L en raison de la présence de la croûte d'oxyde solide décrite précédemment qui a gêné les observations par caméra. Il n'a donc pas été possible de décrire les convections, et encore moins d'évaluer la vitesse des mouvements fluides. Par défaut, on sait cependant [MORVILLE 2012B] que le 316L fondu présente un coefficient de tension thermocapillaire  $d\gamma/dT$ complexe qui devient négatif au-delà d'une température critique ( $\approx 2000$  K), et qui dépend fortement de l'état d'oxydation du métal et de sa contamination éventuelle en éléments tensio-actifs (soufre...). Dans notre cas, la présence d'un oxyde solide plus ou moins épais en suspension sur le liquide métallique complique encore la prédiction de la convection thermocapillaire. Seule l'analyse des coupes transversales de zones fondues peut donc nous renseigner sur leur direction.

#### V.3.3.ETUDE DES DIMENSIONS DE LA ZONE FONDUE PAR COUPE METALLOGRAPHIQUE

Dans ce qui suit, nous avons réalisé des coupes métallographiques de murs en 316L, afin d'étudier la forme des zones fondues et solidifiées, et leur évolution avec les différents paramètres du procédé, donc avec les distributions de température et de vitesse fluide associées. Comme sur le Ti-6Al-4V, la limite basse des zones fondues a été évaluée par l'identification (plus ou moins facile) de la trace délimitant la dernière zone fondue du mur et le solide sous-jacent. Notre objectif principal était de pouvoir qualifier à posteriori la nature des mouvements fluides.

Dans tous les résultats présentés, la limite basse de la zone fondue présente une forme convexe, qui confirme la présence de mouvements de Marangoni centripètes, donc d'un coefficient  $\partial \sigma / \partial T > 0$  (Figure V-5). Cette convexité augmente avec la puissance, donc avec les gradients thermiques et les gradients de tension superficielle à la surface de la zone fondue (nous sommes ici en éclairement gaussien). Pour des rapports P/V réduits (Figure V-6 (a)), l'interface est presque plane. Concrètement, les coupes transverses montrent également que si la hauteur apparente H (accessible par caméra rapide) augmente assez peu avec la puissance (Figure V-3 (b)), la hauteur fondue au centre du mur varie beaucoup, à hauteur par couche  $\Delta h$  quasiment équivalente.



Figure V-5 : Coupe métallographique des quatre murs en 316L pour V=0.4 m/min,  $D_m$ =4 g/min et des puissances croissantes (avec largeurs associées)



Figure V-6 : Coupe métallographique des murs en 316L pour V=0.6 m/min, D<sub>m</sub>=4 g/min

Les zones fondues obtenues sur 316L sont par ailleurs de l'ordre de 10 à 20 % plus étroites que sur Ti-6Al-4V, en raison de l'absorptivité plus faible du rayonnement et également de la forme des mouvements de convection qui ramènent le fluide vers le centre du mur et creusent le centre des zones fondues. On peut également remarquer que, sur l'acier 316L, un coefficient thermocapillaire positif est souvent dû à la présence d'oxygène dans les zones fondues (Tableau V-2). Ce résultat semble donc confirmer la présence d'une contamination à l'oxygène de la poudre initiale.

Enfin, on retrouve également l'orientation de la microstructure de solidification selon le gradient thermique principal (perpendiculairement au front de solidification), et la présence de grains majoritairement colonnaires (Figure V-6).

#### V.4. ETUDE DES RENDEMENTS ET DES HAUTEURS PAR COUCHE

Sur chaque mur en 316L, nous avons mesuré à posteriori, les hauteurs par couche  $\Delta h$  et les rendements massiques  $R_m$  % associés. Comme sur le Ti-6Al-4V, nous mettons en évidence une légère diminution de  $\Delta h$  avec P, qui est due à l'augmentation de la largeur "e" de la zone fondue, donc à une diminution du débit massique efficace responsable de l'ajout de matière (Figure V-7). A débit volumique  $D_m/\rho$  globalement équivalent (pour 2 g/min sur Ti-6Al-4V et 4 g/min sur 316L), les hauteurs par couche  $\Delta h$  mesurées sur 316L sont légèrement supérieures à celles obtenues sur Ti-6Al-4V, sauf à faible vitesse (0.1 m/min et 0.2 m/min) où les résultats s'inversent (hauteurs de 20 % inférieures sur 316L).

Le rendement massique mesuré (Figure V-7 : entre 22 % et 42 %) est très largement inférieur à celui mesuré sur Ti-6Al-4V (40 % à 75 %) en raison de zones fondues plus étroites ("e" plus faibles) qui diminuent le captage des grains de poudre par la zone fondue, donc diminuent le rendement massique.

Cette hypothèse est vérifiée par une comparaison de ces rendements massiques expérimentaux avec un calcul analytique, basé sur l'intégration de la distribution Gaussienne de poudre de 316L bornée par la largeur des murs (cf - chapitre V.3.1.2), qui donne un bon accord (Figure V-8), surtout pour les faibles largeurs de murs. Pour les largeurs de murs plus importantes, l'écart devient plus important. La présence de la croûte d'oxyde, dont la surface est plus étendue lorsque "e" augmente, et qui empêche les particules de pénétrer dans la zone fondue, peut contribuer à expliquer ce résultat. Cette hypothèse explique également pourquoi, à faible vitesse ("e" élevé), les hauteurs par couche tendent à saturer sur 316L. L'apport de matière dans le bain liquide est assuré par l'écoulement confiné de la poudre. La hauteur par couche résultante  $\Delta h$  est essentiellement dépendante de la surface d'interaction entre le jet de poudre et la surface libre du bain liquide. La distribution du jet de poudre au niveau de cette zone d'interaction détermine alors la quantité de matière disponible, seule une fraction de cette poudre contribuant à la croissance du dépôt.



Figure V-7: (a) Evolution de la hauteur par couche  $\Delta h$  (hauteur résiduelle) en fonction de V et P pour  $D_m=4$  g/min : les hauteurs par couche diminuent légèrement avec P (b) Evolution du rendement massique  $R_m$  en fonction de P et V pour  $D_m=4$  g/min : les rendements massiques augmentent avec le rapport P/V (donc avec la taille de la zone fondue) mais sont faibles par rapport au Ti-6Al-4V



 $\label{eq:Figure V-8} Figure \ V-8: Comparaison \ du \ rendement \ massique \ théorique \ et \ expérimental \ en \ fonction \ de \ la \ largeur \ du \ bain \ liquide \ ''e'' \ pour \ le \ 316L \ (D_m=4 \ g/min)$ 

#### V.5. Mesure des temperatures en zone fondue

La mesure des températures en zone fondue doit nous renseigner sur les niveaux maximum atteints et sur les gradients thermiques  $\partial T/\partial y$  qui sont à l'origine des mouvements de convection.

#### V.5.1.PYROMETRIE SPECTRALE

Les essais réalisés en utilisant la pyrométrie spectrale ont permis de mettre en évidence sur une tâche de 0.56 mm de diamètre des niveaux de température moyens en zone fondue de l'ordre de T= 2300 K pour P = 400 W, V= 0,4 m/min et  $D_m$ = 1 g/min (Figure V-9). Logiquement, la valeur de température mesurée est inférieure à celle obtenue par une simulation numérique solide (Figure V-13) ne considérant pas la redistribution de chaleur par convection. Les analyses ont également permis de déterminer l'émissivité du 316L fondu. Ainsi, une émissivité expérimentale de  $\varepsilon$ = 0.22 pour T= 2200 K a pu être déterminée sur la bande spectrale [500 nm-700 nm]. En considérant que  $\varepsilon$  varie peu entre les bandes spectrales [500 nm – 700 nm] et [800 nm – 950 nm], cette valeur sera donc exploitée comme élément d'entrée dans les mesures de température par pyrométrie 2D à bande spectrale. A titre comparatif, on peut mentionner le fait que, selon la littérature, l'émissivité  $\varepsilon$  de l'alliage 316L à l'état liquide varie assez peu avec la température.

On peut également noter que cette valeur d'émissivité  $\varepsilon$  est assez proche des valeurs d'absorptivité à  $\lambda$ =1.03 µm utilisées pour les calculs thermiques solides (A= 0.25). Cette similitude entre absorptivité et émissivité (ce qui est absorbé par la surface réémet du rayonnement) semble logique, même si les longueurs d'onde considérées sont différentes (1.03 µm contre 0.5-0.7 µm). Elle a également été vérifiée sur Ti-6Al-4V (A=0.4 et  $\varepsilon$ =0.37).



Figure V-9 : Evolution de la température et de l'émissivité en fonction du temps dans une zone sonde de 0.56 mm de diamètre au centre du bain liquide : P=400 W,  $V=0,4 \text{ m/min et } D_m=4 \text{ g/min}$ 

#### V.5.1.PYROMETRIE 2D A BANDE SPECTRALE

A partir de la valeur d'émissivité identifiée par pyrométrie spectrale, et d'un étalonnage Niveaux de gris = f (luminance  $L_{\lambda}$ ), on utilise une caméra CCD pour visualiser les isothermes de température en zone fondue, sur la bande spectrale 800-950 nm. Les résultats obtenus en vision coaxiale permettent difficilement de conclure sur l'évolution des températures en zone fondue avec la vitesse (**Figure V-10**) ou avec la puissance, mais montrent surtout de fortes fluctuations d'émissivité dues à la présence de la croûte d'oxyde en suspension. Comme sur le Ti-6Al-4V (Figure III-26), on met cependant en évidence un résultat surprenant : la température maximale en zone fondue semble diminuer à faible vitesse, pour une puissance constante (**Figure V-10** (a)). Les hauteurs par couche  $\Delta$ h, bien supérieures à faible vitesse et qui consomment de l'énergie pour la fusion, peuvent contribuer à expliquer ce résultat.

En vision latérale, les mesures thermiques montrent clairement des contours de zones fondues beaucoup plus étendus que les valeurs apparentes identifiées précédemment. On confirme donc bien la présence de zone fondue en dessous de la croûte solide, et avec des températures locales supérieures à 2600 K. Les tailles des zones fondues augmentent logiquement avec la puissance laser, mais les niveaux de température maximaux ne varient pas beaucoup avec P. En vision latérale également, la présence d'un solide qui surnage sur le liquide perturbe l'homogénéité des champs de température mesurés. Il a donc été impossible d'en déduire des gradients thermiques précis. A titre comparatif, nous avons représenté en une simulation numérique thermo-hydrodynamique réalisée par S. Morville dans sa thèse (Figure V-12). La simulation confirme assez bien les températures maximales en zone fondue mesurées expérimentalement (de l'ordre de 2580 K en centre de la zone fondue). Des simulations 3D solide (modèle de [PEYRE 2008] expliqué dans le chapitre II) indiquent par contre des températures plus élevées en ZF (Figure V-13).



Figure V-10 : Cartographie de température (K) dans le bain liquide en fonction de la vitesse V en cours du procédé de la FDPL : a) 0,1m/min b 0,2m/min c  $0,4m/min (P=400 W, D_m=4 g/min, mesure coaxiale)$ 



Figure V-11 : Distribution de température T(K) dans la ZF d'un mur en 316L (V=0,4 m/min -  $D_m$ = 2 g/min, poudre SM, 60 ppm  $O_2$ : (a) P=320 W (b) P=400 W (c) P=500 W (d) P=600 W



 $\label{eq:Figure V-12:Simulation thermo-hydrodynamique d'une zone fondue en 316L lors de la construction d'un mur en 316L (P=400 W, 0.4 m/min, D_m=2 g/min) [MORVILLE 2012A]$ 



Figure V-13 : Cycle thermique en un point de la surface (centre du mur) - Simulation 3D solide de la FDPL de 15 couches (P= 400 W – V= 0,4 m/min –  $D_m$ = 2 g/min) sur (a)316L (A=0,25) (b)Ti-6Al-4V (A=0.4) : La surface de Ti-6Al-4V tend vers des températures moyennes  $T_{moy}$  plus élevées en raison d'une absorptivité plus importante

### V.6.ANALYSE DES ETATS DE SURFACES

#### V.6.1.ANALYSE ET CLASSIFICATION DES DEFAUTS DE SURFACE

Contrairement au Ti-6Al-4V, nous n'avons pas pu distinguer les ondulations (macro-rugosité W), des agglomérats (micro-rugosité R) sur la majorité des murs élaborés. Seules quelques configurations opératoires particulières, correspondant à une hauteur de dépôt  $\Delta h$  élevée (par exemple  $\Delta h= 1$  mm pour V=0,1 m/min et D<sub>m</sub>=4 g/min et P= 320 W Figure V-15 : ), ou des puissances très faibles (P= 200 W : Figure V-14 (a)) permettent d'identifier les couches et les hauteurs de ménisques associées.

En effet, dans la plupart des cas, les surfaces présentent d'importants agglomérats de particules, qui masquent les couches additives (Figure V-14 (b)), dès que la puissance laser dépasse 320 W (Figure II-14). Ces agglomérats forment des protubérances qui peuvent dépasser 100-200 µm de hauteur, et qui sont réparties de façon assez uniforme sur l'ensemble de la surface, alors que sur le Ti-6Al-4V, ces agglomérats étaient souvent localisés dans les inter-couches. Leurs hauteurs et leurs densités surfacique diminuent avec la puissance laser.

Différentes hypothèses peuvent expliquer la présence de ces macro-agglomérats qui dégradent les états de surface :

(1) beaucoup de particules n'interagissent pas avec du métal liquide lors de la projection, mais avec une croûte d'oxyde solide (certainement due à une contamination en oxygène de la poudre initiale), ce qui favorise leur agglomération;

(2) la diffusivité étant plus faible sur le 316L que sur le Ti-6Al-4V, la surface du mur en acier inoxydable est potentiellement plus chaude que sur le titane, ce qui favorise l'accumulation de particules donc le grossissement des agglomérats. Cette hypothèse n'est cependant pas validée par la simulation numérique (Figure V-13) qui met en évidence des élévations de température sur Ti-6Al-4V en raison des différences d'absorptivité (l'absorption laser est plus faible sur le 316L);

(3) sur 316L, le jet de poudre est beaucoup plus large, ce qui augmente le débit massique local  $D_m^*(e/2)$  au niveau des parois latérales, donc augmente la quantité d'agglomérats;

(4) La poudre de 316L utilisée principalement lors de nos essais (poudre SM) est non sphérique (atomisée sous eau) et globalement plus fine que la poudre de titane, ce qui peut favoriser l'accrochage des particules. Toutefois, des résultats assez proches ont été obtenus avec de la poudre 316L sphérique (TLS).

On retrouve également à la surface des murs, et même sous protection globale à 60 ppm d'oxygène, des plaquettes d'oxyde (essentiellement d'oxyde de chrome) qui recouvrent partiellement la surface, et apportent une contribution supplémentaire aux états de surface dégradés (Figure V-16).

Au final, comme pour le Ti-6Al-4V, plusieurs paramètres contribuent à la dégradation des états de surface (ménisques, agglomérats, plaques d'oxydes). Par contre, sur une large plage paramétrique, les agglomérats macroscopiques masquent les ménisques et les ondulations associées. Par conséquent, dans ce qui suit, nous n'avons pas distingué la contribution microscopique R de la contribution macroscopique W. Les résultats de rugosité seront donc présentés sans filtrage ( $R_{p, nf}$ ).



Figure V-14 : Influence de la puissance sur les états de surface des murs (V=0,1 m/min et  $D_m=4g/min)$  - (a) P=200 W (b) P= 600 W. A 200 , on distingue les couches, et à 600 W, les agglomérats masquent les ménisques



Figure V-15 : Profilomètrie 3D pour P= 320 W et  $D_m$ = 4 g/min (a) V= 0,4 m/min et  $\Delta h$ = 0,25 mm (b) V= 0.1 m/min et  $\Delta h$ = 1 mm. Lorsque  $\Delta h$  est importante et P faible, on arrive à distinguer les ménisques des agglomérats



Figure V-16 : Présence de plaquettes d'oxyde à la surface du 316L

# V.6.2. EVOLUTION DES ETATS DE SURFACE EN FONCTION DES PARAMETRES DU PROCEDE

✓ Effet de la protection gazeuse

Les essais ayant été réalisés avec une protection d'argon locale (taux d' $O_2 \approx 5000$  ppm) ou globale (machine OPTOMEC, taux d' $O_2 = 60$  ppm), nous avons comparé les états de surface résultants. A paramètres procédé (P, V, D<sub>m</sub>) identiques (Figure V-17), la comparaison des rugosités obtenues ne montre pas de différence significative ( $R_{p, nf} = 53 \ \mu m$  contre 55  $\mu m$ ). Seule la brillance des surfaces, légèrement meilleure à faible taux d'oxygène, permet de différencier les surfaces fabriquées, et on retrouve la présence de macro-agglomérats à puissance laser élevée. Le même type de résultats (pas d'effet de la protection gazeuse sur les valeurs de rugosité) avait été mis en évidence sur Ti-6Al-4V.



Figure V-17 : Images des murs élaborés avec une protection d'Argon globale (60 ppm d'O<sub>2</sub> (a)) ou locale 5000 ppm d'O<sub>2</sub>(b) (P = 400 W - V = 0.6 m/min et  $D_m$ =4 g/min)

#### ✓ Influence de P, V et Dm

Les mesures de rugosité confirment les analyses visuelles des surfaces des murs à savoir : les meilleurs états de surface sont obtenus pour des vitesses élevées (0.6 m/min) et des puissances faibles (180-320 W). Dans ces conditions, les meilleures rugosités obtenues sont de l'ordre de  $R_{p,nf} = 19 \ \mu m$  et  $R_a = 7 \ \mu m$  (Figure V-18). Pour

des puissances trop importantes, ou des vitesses plus réduites, les murs sont fortement dégradés et les amplitudes de rugosité  $R_{p,nf}$  peuvent dépasser 200 à 300 µm. Ces résultats sont très différents de ceux obtenus sur le Ti-6Al-4V pour lequel une augmentation de puissance laser créait un effet de lissage qui améliorait systématiquement les états de surface (chapitre III). Par contre, sur les deux matériaux, l'obtention de bons états de surface passe par des vitesses V élevées entraînant de faibles hauteurs par couche  $\Delta h$ .



Figure V-18 : Evolution de l'état de surface non filtré (l'amplitude de rugosité et la moyenne arithmétique de la rugosité) en fonction de la puissance P pour : (a) V= 0.4 m/min (b) V= 0.6 m/min

# V.7.DISCUSSION : INFLUENCE DU MATERIAU SUR LA FORMATION DES ETATS DE SURFACE

Les deux matériaux de notre étude présentent des propriétés thermo-physiques différentes et un comportement spécifique lors de la mise en œuvre du procédé de fabrication directe par projection laser.

Le Ti-6Al-4V a une diffusivité thermique  $(k/\rho C_p)$  légèrement plus importante que le 316L (Tableau V-2), mais une absorptivité du rayonnement laser bien supérieure (0.4 contre 0.25). A l'état liquide, le 316L est plus visqueux que le Ti-6Al-4V, et les deux matériaux ont des coefficients thermocapillaires opposés : le Ti-6Al-4V a un  $\partial\sigma/\partial T$  négatif alors que celui du 316L est majoritairement positif en raison de la présence supposée d'oxygène en zone fondue. Il en résulte des mouvements fluides opposés (centrifuges sur Ti-6Al-4V et centripètes sur 316L), donc des formes de zones fondues différentes (concaves sur l'alliage de titane, et convexe sur l'acier inoxydable) dans leur partie centrale.

|           | ρ<br>(kg/m <sup>3</sup> ) | T <sub>F</sub> (K)<br>(sol-liq) | k<br>(W/m.K) | C <sub>p</sub> *<br>(J/kg.K) | a**<br>(m²/s)        | η<br>(Pa.s) | γ<br>(N/m) | dơ/dT***<br>(N/m.K)   |
|-----------|---------------------------|---------------------------------|--------------|------------------------------|----------------------|-------------|------------|---|
| Ti-6Al-4V | 4420                      | 1877 -<br>1930                  | 8-14         | 540-700                      | 4,5.10-6             | 0,003       | 1,53       | -4.10 <sup>-4</sup>   |
| 316L      | 7900                      | 1700 -<br>1760                  | 12-19        | 480-560                      | 4,3.10 <sup>-6</sup> | 0,005       | 1,7        | -4.10 <sup>-4</sup> (30 ppm)<br>5,7.10 <sup>-4</sup><br>(300 ppm) |

Tableau V-2 : Rappel des propriétés thermo-physiques comparées de Ti-6Al-4V et 316L (\* entre 20°C et 800°C), \*\*à 600°C (= température moyenne atteinte dans les murs au cours du procédé), \*\*\*[MILLS 2002]

Ces mouvements de convection en zone fondue conditionnent également la taille des ménisques formés. Ainsi, si l'on compare, à volume de zone fondue quasiment équivalent, les hauteurs des ménisques obtenues sur les deux matériaux, on obtient des ménisques moins hauts sur 316L (exemple : à 0.1 m/min,  $W_p$ = 60 µm contre  $W_p$ = 90 µm), ce qui explique pourquoi on a souvent du mal à distinguer les couches sous les agglomérats. On peut donc en conclure que, à volume de zone fondue équivalente, il existe donc bien une relation directe entre le sens des mouvements de Marangoni, et la hauteur des ménisques : des mouvements centrifuges qui tendent à élargir la zone fondue en poussant le liquide vers l'extérieur (cas du Ti-6Al-4V) favorisent l'établissement de ménisques plus prononcés (Tableau V-3).

|           | e (mm) | L (mm) | H (mm) | Δh (mm) | Wp (µm) |
|-----------|--------|--------|--------|---------|---------|
| Ti-6Al-4V | 2.6    | 2.7    | 1.8    | 1.07    | 90      |
| 316L      | 2.2    | 3      | 1.6    | 1.1     | 60      |

Tableau V-3 : Influence des mouvements de convection sur la hauteur des ménisques à taille de ZF équivalente (Ti-6Al-4V/ 316L), P=320 W – V=0.1 m/min (4 g/min (316L) ou 2 g/min (Ti-6Al-4V))

Finalement, les problèmes d'agglomérats macroscopiques de poudre sur le 316L, qui masquent pour la plupart des conditions expérimentales, la géométrie des couches formées, ne nous ont pas permis d'analyser plus précisément l'influence des propriétés fluides du matériau sur la formation des surfaces. Dans le futur, l'utilisation de poudres de 316L non contaminées, avec des taux d'éléments tensio-actifs croissants (quelques ppm de soufre S) pourrait permettre de mieux comprendre l'influence globale des propriétés du matériau projeté.



Figure V-19 : Schéma explicatif de la formation des ménisques sur Ti-6Al-4V et 316L. Influence du sens de la convection thermocapillaire sur la largeur "e" des zones fondues et la hauteur des ménisques W

# V.8. CONCLUSIONS

Dans ce dernier chapitre de la thèse, nous avons élaboré par FDPL des murs en 316L, afin d'étudier l'influence spécifique des propriétés thermo-physiques du matériau projeté sur la topographie des surfaces fabriquées.

Contrairement aux résultats obtenus sur l'alliage de titane Ti-6Al-4V, les résultats obtenus sur 316L ont mis en évidence un effet néfaste de l'augmentation de puissance laser et, plus généralement, de l'énergie P/V apportée au matériau sur les états de surface. La dégradation des états de surface est principalement due à la formation de macro-agglomérats de grains de poudre sur les parois des murs, qui masquent les ondulations périodiques et augmentent fortement la rugosité.

Pour limiter ce phénomène, la seule solution possible a été de diminuer la puissance laser utilisée, tout en conservant une hauteur par couche réduite. Les meilleurs états de surface ( $R_a = 7 \mu m$ ) ont alors été obtenus avec P= 180 W, V= 0.4 m/min, contrairement au Ti-6Al-4V pour lequel l'augmentation de P/V favorisait le lissage des surfaces. Enfin, la contamination supposée en oxygène des poudres utilisées a non seulement gêné la mise en œuvre des diagnostics expérimentaux (mesures de taille de la zone fondue), mais également modifié les conditions de couplage poudre projetée – zone fondue.

Au final, il a donc été difficile de conclure sur l'influence précise du matériau projeté vis-à-vis des états de surface formés, même si le sens des mouvements thermocapillaires semble avoir un effet réel sur la hauteur des ménisques formés à la surface des murs fabriqués.

Au cours de cette thèse, qui s'est inscrite dans le cadre du projet ANR Blanc ASPECT, nous nous sommes intéressés à un problème récurrent dans le procédé de fabrication directe par projection laser (FDPL) : la maîtrise des états de surface, qui très souvent limite les applications industrielles du procédé. Jusqu'à cette étude, et à l'exception de rares publications dans lesquelles des améliorations des états de surface semblaient possibles [XUE 2011], des valeurs de rugosité moyenne  $R_a$  minimales supérieures à 10-15 µm étaient le plus souvent mentionnées dans la littérature spécialisée. Par ailleurs, l'origine précise de ces états de surface n'était que peu considérée, et la rugosité n'était traitée que comme un paramètre annexe par rapport aux autres propriétés (microstructure, contraintes résiduelles) des structures fabriquées.

C'est dans ce contexte que nous avons choisi d'étudier spécifiquement les états de surface induits par la technique de projection laser, en considérant un grand nombre de paramètres du procédé (régime d'interaction continu ou pulsé, puissance laser, vitesse, distribution spatiale de puissance ...), mais également deux matériaux distincts : un alliage de titane Ti-6Al-4V pour lequel nous disposions déjà d'une base de données intéressante [MAISONNEUVE 2007] et un acier inoxydable austénitique 316L d'utilisation courante. Ces deux matériaux ont été retenus à la fois pour leur intérêt industriel et pour leurs différences de propriétés thermo-physiques (le 316L est plus dense, présente un point de fusion plus élevé que le Ti-6Al-4V, et un coefficient thermocapillaire du fluide métallique  $\gamma_T$ =d $\sigma$ /dT opposé en signe à celui du Ti-6Al-4V). Notre objectif était donc de pouvoir, à travers ces deux matériaux, tirer des conclusions plus générales sur l'influence de la nature du matériau projeté vis-à-vis des états de surface.

Après une synthèse bibliographique sur le procédé de FDPL et les études antérieures sur la problématique des surfaces, qui a mis en évidence l'absence d'étude systématique sur le sujet (chapitre I), nous avons choisi de caractériser précisément tous les paramètres d'entrée du procédé afin de disposer de données précises sur les conditions de mise en œuvre (chapitre II). Nous avons ainsi caractérisé : (1) les jets de poudre utilisés grâce à deux méthodes originales (pesée avec la méthode du trou déplacé, et analyse optique sous éclairement laser transverse), (2) la distribution spatiale du faisceau laser, (3) les conditions de protection gazeuse locale (grâce à un analyseur d'oxygène), (4) les distributions granulométriques des poudres utilisées, ainsi que leur composition chimique. Cette dernière analyse a ainsi permis d'écarter deux poudres de 316L sur trois candidates potentielles, en raison de pollutions chimiques importantes des grains. Le chapitre II a également permis de distinguer les deux environnements de FDPL utilisés lors de la thèse : (1) une condition de FDPL sous protection gazeuse locale (poste instrumenté et commande numérique Limoges Précision) correspondant à un pourcentage d'oxygène moyen de l'ordre de 0.5 %, (2) une condition de projection globale (Machine OPTOMEC LENS 450) avec des pourcentages d'oxygène de 0.002 à 0.05 %. Enfin, le chapitre a permis de décrire les différents diagnostics utilisés pour l'analyse physique du procédé, et en particulier de l'interaction laser - poudre - zone fondue (caméra rapide, caméra thermique, spectrométrie polychromatique) qui vont nous servir à expliquer l'origine des états de surface formés.

Le chapitre III, premier chapitre expérimental, est consacré exclusivement à la FDPL du Ti-6Al-4V en régime continu. Différentes approches originales y sont développées :

 l'analyse des états de surface y est effectuée en imposant un filtre spatial (cut-off) aux données de rugosité, ce qui permet de distinguer une contribution microscopique associée aux grains de poudre agglomérés, d'une contribution macroscopique liée aux ménisques périodiques formés par l'accumulation de couches (Figure C- 1);



Figure C-1: Mise en évidence des différentes contributions à la rugosité de surface (ménisques, agglomérats, bandes de solidification) (a) image MEB (b) image de profilomètrie 3D

- (2) l'analyse des zones fondues est effectuée avec différents moyens complémentaires : des mesures sous différents angles (vue coaxiale ou latérale) de contours de la zone fondue, et de mouvements de particules en cette dernière par caméra rapide, et des mesures de température en zone fondue par une pyrométrie spectrale ponctuelle (sur 0.5 mm), couplée à une technique de pyrométrie 2D à bande spectrale calibrée.
- (3) Les explications aux évolutions des états de surface avec les paramètres du procédé sont essentiellement évoquées en considérant les variations de forme et de taille des zones fondues.
- (4) Deux modèles analytiques simplifiés y sont introduits et utilisés : (a) un modèle de calcul du rendement d'interaction et de hauteur par couche, utilisant la distribution de débit massique surfacique de la poudre, (b) un modèle de calcul de la hauteur W<sub>p</sub> des ménisques utilisant la géométrie de la zone fondue, translatée d'une valeur ∆h correspondant à la hauteur des couches formées.

Ce chapitre permet tout d'abord de mettre en évidence les résultats suivants :

(1) Les rugosités (micro ou macro) sont inversement proportionnelles aux hauteurs par couche  $\Delta h$ , et dépendent plus particulièrement du rapport H/ $\Delta h$  avec H = hauteur apparente de ZF. Comme les surfaces sont lissées par des zones fondues de grande dimension pour lesquelles la force de gravité ( $F_g = \rho g H$ ) est augmentée, ce résultat montre que ce sont essentiellement les forces capillaires ( $F\gamma = \gamma/R$ ) qui conditionnent la forme des zones fondues, donc la hauteur des ménisques latéraux (Figure C-2 (a)).

Il montre également que, sur le Ti-6Al-4V, des grandes zones fondues (H, e et L élevés), associées à des énergies linéiques  $E_1$  (J/m) = P/V importantes, entraînent la formation des ménisques les moins hauts, donc des surfaces les plus lisses. Des coupes métallurgiques transverses confirment ainsi que les meilleurs états de surface sont associés à des courbures prononcées des zones fondues (Figure C- 2 (b)) provoquées par des convections importantes.



Figure C- 2 : (a) Evolution de l'amplitude d'ondulation  $W_p$  en fonction du rapport de forme H/ $\Delta$ h (éclairement gaussien) (b) Creusement des centres de ZF et lissage des ménisques avec l'augmentation de P.

- (2) Les mesures de température en zone fondue mettent en évidence des niveaux de température élevés (supérieurs à 3000 K) susceptibles d'entraîner des vaporisations sélectives de l'aluminium, ou du titane. Les gradients thermiques les plus faibles sont obtenus avec les éclairements laser uniformes, et en particulier pour un diamètre de 1.8 mm proche des largeurs des murs construits (2 mm à 2.5 mm en moyenne). La réduction des gradients thermiques, l'augmentation de la température sur les bords de la ZF et l'utilisation d'un éclairement mieux distribué dans la largeur des murs contribuent alors nettement à l'amélioration des états de surface. Cet effet, comparé à celui de la puissance laser, ne permet pas de mettre en évidence une corrélation évidente entre les gradients thermiques en zone fondue, donc les mouvements convectifs, et la hauteur des ménisques.
- (3) Les microrugosités, diminuent systématiquement avec la puissance laser, donc avec la largeur "e" et la longueur "L" des zones fondues. Ce résultat est dû à une diminution du débit surfacique local D<sub>m</sub><sup>\*</sup> en vis-à-vis du bord des murs, donc à une réduction de la densité de particules agglomérées;
- (4) Un modèle analytique original, utilisant une géométrie simplifiée (elliptique) de zone fondue translatée selon l'axe de construction -y a permis de valider l'évolution de la hauteur des ménisques mesurée expérimentalement, avec le rapport de fusion H/Δh (Figure C- 3).



Figure C-3: (a) Modèle analytique de calcul des hauteurs de ménisques (b) validation expérimentale

Le second chapitre expérimental (chapitre IV) met en évidence l'intérêt d'utiliser un régime d'interaction laser pulsé (millisecondes) pour l'amélioration des états de surface sur Ti-6Al-4V. Le résultat essentiel à retenir est surtout que l'amélioration la plus nette des états de surface est obtenue en régime quasi-continu, avec des rapports cycliques dc (la durée du pulse laser  $\tau$  / période totale) de l'ordre de 90 %. Dans ces conditions, l'interruption des mouvements de Marangoni, liée à la chute brutale des gradients de température en zone fondue semble être à l'origine des améliorations obtenues. A puissance moyenne équivalente et pour des dimensions de murs quasi-équivalentes, l'apport du régime pulsé par rapport au régime continu est très marqué (Figure C- 4). Ce résultat a été validé pour différents couples (puissance (W) / fréquence (Hz)). La combinaison d'un régime pulsé et d'une distribution d'éclairement laser uniforme (top-hat 1.2 mm ou 1.8 mm), n'apporte pas de gain supplémentaire en termes d'états de surface. Dans des conditions optimisées, le procédé de FDPL permet d'obtenir sur l'alliage de titane des valeurs de rugosité non filtrées minimales de l'ordre de R<sub>a,nf</sub>= 2.5 µm et R<sub>p,nf</sub>= 7 µm, pour des rendements massiques supérieurs à 50 %. Ces valeurs sont cinq fois plus faibles que celles publiées auparavant sur Ti-6Al-4V et permettent de limiter les étapes de ré-usinage finales sur les pièces fabriquées.

Le dernier chapitre de la thèse (chapitre V) utilise la même approche expérimentale que les deux chapitres précédents, mais les applique à un nouveau matériau (le 316L), afin d'étudier l'effet spécifique de la nature du matériau projeté sur les états de surface induits. Sur cet acier, les meilleurs états de surface sont obtenus pour les puissances laser et les hauteurs par couche les plus faibles, à l'opposé de ceux obtenus sur alliage de titane pour lequel des puissances élevées étaient nécessaires pour lisser les surfaces. A puissance élevée, la formation d'amas de particules macroscopiques, qui masquent les ménisques latéraux et empêche de séparer une contribution microscopique et macroscopique de la rugosité, est à l'origine des mauvais états de surface obtenus (Figure C- 5). La réduction de puissance laser permet alors, en limitant les agglomérats, de tendre vers des surfaces plus lisses, dont les hauteurs de ménisques sont limitées par le sens des mouvements thermocapillaires (centripètes sur le 316L, et centrifuges sur le Ti-6Al-4 en surface des ZF). Au final, l'optimisation paramétrique permet d'obtenir des rugosités non filtrées de l'ordre de  $R_a = 7 \mu m$  et  $R_p=19 \mu m$ .



Figure C- 4: (a) Apport du régime pulsé vis à vis des hauteurs de ménisques en fonction de la puissance moyenne, (b) état de surface optimal (dc=0.84 - P=600 W - Ra=4  $\mu$ m)



Figure C- 5 : Etats de surface optimal de murs en 316L (faible puissance en haut, puissance élevée en bas) et coupe transversale d'une zone fondue avec courbure centrale opposée à celle du Ti-6Al-4V en raison de  $\gamma T = d\sigma/dT$  de signes différents

Si l'ensemble des résultats obtenus permet de disposer d'une base de données importante sur les états de surface en FDPL (deux matériaux, plusieurs configurations expérimentales, différents diagnostics pour l'étude des zones fondues), et si de nombreux éléments de réponse ont été proposés pour expliquer les résultats obtenus (réduction des mouvements de convection en régime pulsé, qui stabilisent le procédé et réduisent les hauteurs de ménisques), de nombreux aspects restent encore mal expliqués.

Par exemple, l'influence réelle des mouvements de Marangoni, de leur signe, et de leur amplitude sur la formation des ménisques latéraux n'est pas complètement établie. Ainsi, sur le Ti-6Al-4V, la hauteur de ménisque  $W_p$  diminue lorsque les zones fondues s'élargissent, certainement en raison d'une diminution du rayon de courbure de la goutte liquide, et ce, malgré une augmentation des gradients thermiques latéraux, censés augmenter les mouvements centrifuges. Au contraire, en régime quasi-pulsé, l'interruption de l'éclairement laser et la diminution des gradients thermiques associés réduit sensiblement les hauteurs  $W_p$ .

De même, sur 316L, nous avons montré que la hauteur des ménisques ne joue que très peu sur la rugosité totale, cette dernière étant conditionnée essentiellement par les agglomérats, sans qu'une hypothèse vraiment réaliste (thermique locale ou autre) ne permette d'expliquer l'agglomération des particules et la dégradation des surfaces qui en résulte.

Ces deux exemples, parmi d'autres, montrent que le sujet est encore ouvert sur de nombreux points. Parmi les perspectives possibles à ce travail, et pour conclure définitivement cette étude, nous pourrions citer :

- L'amélioration des conditions de visualisation des particules de poudre dans le bain, permettant de décrire plus finement le champ de vitesses en zone fondue;
- La réalisation d'éprouvettes mécaniques obtenues dans les conditions d'états de surface optimisés, afin de vérifier si de bons états de surface sont compatibles avec des critères mécaniques industriels;
- L'amélioration du modèle morphologique de calcul des ménisques W<sub>p</sub>, en considérant la courbure locale des zones fondues;
- L'utilisation plus intensive du modèle thermo-hydrodynamique 3D développé par S. Morville dans sa thèse au LIMATB, réalisée en parallèle de notre étude, et sa validation expérimentale;
- L'utilisation d'un troisième alliage (Inconel 718, alliage d'aluminium-silicium ...) présentant des viscosités plus faibles à l'état liquide, afin de compléter l'étude de l'influence de la nature du matériau
- Etc...

# ANNEXES

# Annexe - 1 : ETALONNAGE DU DEBIT DE POUDRE

Le distributeur de poudre TWIN10C permet la projection de poudres de granulométrie  $2 / 200 \mu m$  (poudres fluides et non fluides) au niveau de la surface d'interaction à l'aide d'un gaz porteur (en général de l'argon). Le TWIN10C est constitué de deux circuits de distribution de poudre permettant de recevoir les poudres. Ceux-ci peuvent être utilisés seuls ou en même temps.

Le choix des paramètres suivants va permettre de faire varier le débit massique projeté : (1) la largeur de la rainure du plateau doseur, (2) la vitesse de rotation du plateau, (3) le débit du gaz porteur.

Un étalonnage est primordial avant toute manipulation, car le débit massique dépend également de plusieurs paramètres annexes dont les principaux sont : la température, l'hygrométrie ambiante et la qualité de la poudre (les poudres <u>étuvées</u> ont un meilleur comportement).

#### PARAMETRE VARIABLE

Vitesse de rotation du plateau de dosage

#### PARAMETRES FIXES

Débit et pression du gaz porteur

Nature du gaz porteur

Largeur de la rainure

#### Procédure d'étalonnage

Une fois les mesures effectuées et le tableau rempli, on trace  $V = f(D_m)$ .

A l'aide de cette courbe, on va pouvoir définir la vitesse de rotation à utiliser pour obtenir le débit massique désiré



Figure A-1 : Etalonnage du système de projection de poudre



Figure A-2 : Courbe d'étalonnage du débit massique de poudre

# Annexe - 2 : EXEMPLE DE PROGRAMME DE CONSTRUCTION D'UN MUR

#include "gorny\_definitionio\_t3.pgm" DVAR \$Nbrecouches,\$Nocouche,\$Ni,\$vitesse,\$distance\_plaque,\$distan ce\_stab,\$distance\_interaction,\$distance\_trig,\$distance\_totale,\$de ltaz G92 X0 Y0 Z0 \$vitesse = msginputDF\_MSGBOX\_OKCANCEL, "Commande" Vitesse; Vitesse en mm/mn;" "600" ABSOLUTE G91 G71 ; G91 : mode incrémental G71 : système métrique en mm ;Paramétrie \$distance\_interaction=msginput DF\_MSGBOX\_OKONLY, "Paramétrie;Longueur d'intercation en mm;" "40" \$Nbrecouches=msginput DF\_MSGBOX\_OKONLY,"Paramétrie;Nombre de couches;" "40" \$deltaz=msginput DF\_MSGBOX\_OKONLY,"Paramétrie;Hauteur de montée buse;" "0.18" **\$GLOB2=\$**Nbrecouches ;Mise en position de départ \$distance\_stab=(\$vitesse/60)\*10 ;distance en mm vitesse en mm/s ;G1 X-\$distance\_stabF\$vitesse ; pour 200 mm/min ;Calcul de la distance d'interaction, de trig& totale \$distance\_trig=\$distance\_interaction/2 \$distance\_totale=\$distance\_interaction+\$distance\_stab+10 ;Checklist LASER M3000 ; Laser Request MSGDISPLAY 1,"Attente LASER" wait(M1000 == 1) - 1M3700; Excitation externe M3100 ; Laser ON MSGDISPLAY 1,"Attente LASER MARCHE" wait (M1200 == 1) -1 MSGDISPLAY 1,"Attente LASER PRET " wait (M1300 == 1) -1G4 F4 PROGRAMEXECUTE 1 "GORNY\_ARRET\_T2.PGM"

;Initialisation\_Système
\$Ni=0
\$Nocouche=0
M3601
M3900 ; Ouverture EV 1 (Electrovanne Principale)
M4000;Ouverture EV2 et 3 (Protection buse & optiques)
M4100 ; Ouverture EV 4 (Protection latérale)

M4200 ; Déclenche Poudre Bac 1 (DDP) M4400 ; FermetureElectrovanne 1 (DDP) MSGCLEAR-1 G4 F10 ; pour 400mm/min For \$Ni=1 to \$Nbrecouchesstep 2

\$Nocouche=\$Nocouche+1
MSGDISPLAY 1,"Couche n°"\$Nocouche
M3600
M3300 ; Tir LASER
G1 X\$distance\_trigF\$vitesse
M4600 ; Trig camera
G1 X\$distance\_trigF\$vitesse
M3601
M3301 ; Arret Tir LASER
M4601 ; RAZ Trig
M4700 ; EP récupération
G1 Z\$deltaz F800
G4 F10
M4701 ; EP projection
G4 F5

MSGCLEAR 1 \$Nocouche=\$Nocouche+1 MSGDISPLAY 2,"Couche n°"\$Nocouche M3600 M3300; Tir LASER G1 X-\$distance\_trigF\$vitesse M4600 ; Trig camera G1 X-\$distance\_trigF\$vitesse M3601 M3301 ; ArretTir LASER M4601 ; RAZ Trig camera M4700; EP récupération G1 Z<sup>\$</sup>deltaz F800 IF\$Nocouche<\$Nbrecouches M4700 ; EP récupération G4 F10 M4701 ; EP projection G4 F5 END IF **MSGCLEAR 2** next \$Ni M3101 ; Laser Off M3600 M4401 ; Ouverture Electrovanne 1 (DDP) M4201 ; Arret Poudre Bac 1 (DDP) M4501 ; Ouverture Electrovanne 2 (DDP) M4301 ; Arret Poudre Bac 2 (DDP) M3001 ; Laser request M3701 ; Excitation externe M4001 ; Fermeture EV 2 et 3 (Protection buse & optiques) M4101 ; Fermeture EV 4 (Protection latérale) M4701; EP projection M2

# Annexe - 3 : ANALYSE DU FAISCEAU LASER AVEC LE SYSTEME PRIMES

Afin de mesurer et de caractériser le faisceau laser, nous avons utilisé un analyseur PRIMES. Le principe est le suivant : l'analyseur saisi le faisceau laser par l'intermédiaire d'une aiguille en mouvement de rotation et de translation, qui possède un orifice positionné dans le faisceau laser. Les photons qui entrent dans l'orifice de l'aiguille creuse sont envoyés vers un détecteur pyroélectrique par l'intermédiaire de deux miroirs inclinés. Pendant que le dispositif de rotation de l'aiguille creuse réalise le mouvement de rotation, le faisceau laser est analysé suivant la direction Ox.

L'axe de rotation Oz est ensuite déplacé par l'action du système d'avance et permet ainsi d'étudier la totalité de la surface du faisceau laser. La distribution de l'énergie du faisceau laser est alors mesurée par l'enregistrement de la surface transversale du faisceau, pendant que celle-ci est traversée par l'aiguille creuse.

L'analyseur est livré avec un logiciel d'acquisition LASERSCOPE UFF 100. A l'aide de celui-ci nous obtenons la distribution d'énergie du faisceau laser (Figure A- 4) ainsi que le profil de distribution de la densité de puissance (Figure A- 6).

A partir des valeurs obtenues expérimentalement, le logiciel permet de tracer le profil du faisceau laser tant en représentation bidimensionnelle (Figure A- 6) que tridimensionnelle (Figure A- 4). En analysant les résultats obtenus (Figure A- 5 et Figure A- 4) on observe que le diamètre du faisceau laser focalisé est  $d_{laser} = 800 \mu m$  pour P= 320 W au plan défocalisé de 4.5 mm au-dessus du plan focal poudre.

- PROLAS-Version 1,31
- Diapositif UFF 100
- Numéro de série UFF100-276
- Puissance laser P 75 W
- Position de référence externe zeref 0 mm
- Système laser Nd :YAGRofinSinar
- Optique 160
- Operateur Adriana
- Longueur d'onde 1,06 µm
- z-Offset zOff 269,175 mm
- Ongle de rotation 45  $^{\circ}$
- Angle d'observation 30°

Figure A-3 : Analyseur de faisceau PRIMES UFF 100 et paramètres de mesure associés


Figure A- 4 : (a) Distribution du faisceau laser 3D dans la plan défocalisé de 4.5 mm (b) distribution du faisceau laser 3D du plan focal laser



Figure A-5: Sections de la distribution de puissance en fonction du pourcentage d'énergie laser



Figure A- 6 : (a) Distribution 2D de la densité de puissance du faisceau laser dans le plan focal laser (b) Distribution de la densité de puissance 2D du faisceau laser dans la plan défocalisé de 4.5 mm

#### Annexe -4: ANALYSE MORPHOLOGIQUE ET CHIMIQUE DE LA POUDRE 316L

La réalisation d'échantillons de 316L par fabrication directe par LASER entraîne de mauvais états de surface. Cet état de surface est variable suivant la poudre projetée. Nous nous proposons ici d'analyser les différentes poudres de 316L qui ont été utilisées durant les essais afin de caractériser leur aspect, leur taille moyenne et leur composition chimique, ce qui nous permettra peut-être d'apporter une explication à la qualité des états de surface. Pour cette étude, nous avons utilisé un Microscope Electronique à Balayage Hitachi 4800 II avec un analyseur X à dispersion en énergie (EDX) pour l'analyse chimique.

Pour la taille moyenne des grains, les mesures ont été réalisées sur six clichés par type de poudre.

# PIMM 12.0kV 9.5mm x1.30k SE(M) 7/25/2011 n x1.50k SE(M) 7/25/201 PIMM 12.0kV 9.5mm x1.50k SE(M) 7/2

Grains en grande majorité à caractère sphérique

Présence d'agglomérats sur certains grains

Quelques grains de caractère non sphérique

#### In Lad 1500 Ni Loc 1 Al Koz 1000 500 CrKaz ∧Mn Fe Koz Mo La.1 Ni Kaz 1 3 ż klm - 16 - S Ka keV

Pour un grain sphérique

| Al              | Si           | Cr    | Mn   | Fe    | Ni    | Мо   |
|-----------------|--------------|-------|------|-------|-------|------|
| 0.8%            | 0.0%         | 20.8% | 0.6% | 60.6% | 14.2% | 3.1% |
| Pour un grain r | on sphérique |       |      |       |       |      |
| С               | Al           | Cr    | Mn   | Fe    | Ni    | Мо   |
| 6.6%            | 0.5%         | 19.3% | 0.0% | 56.7% | 14.1% | 2.8% |

#### Observations

Les taux qui nous intéressent ont l'air dans la norme. Seul le taux carbone un peu élevé pour les grains non sphériques.

## Analyse chimique

 $\checkmark$ 

## Poudre TLS 25\_45µm lot N°0347/1/1

#### ✓ <u>Poudre TLS 45\_75µm lot N°0347/1/1</u>

Dans le flacon d'origine, la poudre présente des grains noirs et de gros agglomérats.



Afin d'éliminer les gros agglomérats, la poudre a été tamisée avec un tamis de 100 µm.



Grains en grande majorité sphériques



Présence d'autres éléments chimiques



Quelques grains de forme non sphérique

3.9%

#### Analyse chimique

• Pour un grain sphérique

1.1%

12.7%

15%

|      | U            | <b>1</b>     |       |      |       |    |    |     |      |
|------|--------------|--------------|-------|------|-------|----|----|-----|------|
| С    | Al           | Si           | Cr    | Mn   | Fe    | Со | Ni | Cu  | Mo   |
| 2%   | 0.8%         | 0.9          | 11.8% | 2.5% | 18.5% | 50 | 9% | 2.8 | 1.8% |
| • Po | our des grai | ns brillants |       |      |       |    |    |     |      |
| С    | 0            | Mg           | Al    | Cr   | Mn    | Fe | Ni | Mo  |      |

7.6%

37.3%

12.5%

#### **Observations**

4.1

5.8%

Les taux qui nous intéressent sont hors gamme. Le taux d'aluminium doit être autour du 1% alors qu'ici, il est à 13%. Le taux de carbone est bien au-dessus du pourcentage normal. Présence importante d'oxygène.

### ✓ Poudre AMSR lot n°3439



Grains en grande majorité sphériques



Présence de « verrues » sur certains grains



Quelques grains de forme non sphérique (fusion de plusieurs grains)

#### Analyse chimique

Pour un grain sphérique

| Al          | Si          | C      | Cr   | Mn    | Fe    | Ni    |       | Mo   |      |
|-------------|-------------|--------|------|-------|-------|-------|-------|------|------|
| 1.2%        | 0.9%        | 1      | 6.5% | 0.8%  | 64.4% | 13.2% | )     | 2.9% | )    |
| Pour un gra | in non sphé | érique |      |       | ·     | ·     | ·     |      |      |
| С           | 0           | Al     | Si   | Cr    | Mn    | Fe    | Ni    | Ν    | Мо   |
| 2.6%        | 2.5%        | 0.7%   | 0.6  | 16.6% | 3.2%  | 58.5% | 13.5% | 1    | 1.8% |

#### **Observations**

Les taux qui nous intéressent ont l'air dans la norme. A noter la présence d'oxygène et de carbone au niveau des agglomérats.

✓ Poudre SULZER lot n°W79581



Les grains ne sont pas sphériques.

#### Analyse chimique

| С    | Al   | Si   | Cr    | Mn   | Fe  | Ni    | Мо   |
|------|------|------|-------|------|-----|-------|------|
| 0.9% | 0.8% | 2.5% | 16.5% | 0.7% | 65% | 11.4% | 2.1% |

#### Observations

Bon accord avec le vrai 316L.

### ✓ Poudre PRAXAIR lot #13



Grains en grande majorité à caractère sphérique avec présence d'agglomérats sur certains grains

#### Analyse chimique

| С    | Si   | Cr    | Mn   | Fe   | Ni    | Мо   |
|------|------|-------|------|------|-------|------|
| 0.8% | 1.2% | 19.7% | 1.5% | 57.9 | 15.6% | 3.4% |

#### Observations

Les taux qui nous intéressent sont dans la fourchette acceptable.

### SYNTHESE

La poudre TLS 45\_75µm lot n°0347/1/1 présente une grande hétérogénéité de composition avec une présence significative d'éléments inhabituels pour un acier inoxydable 316L : taux élevé d'aluminium (entre 15 et 20%), présence significative de silicium et de carbone.

Paradoxalement, la poudre TLS 25\_45µm issue du même lot présente de bonnes caractéristiques, mise à part un taux de carbone assez élevé.

La poudre SULZER lot n°W79581 a une composition type d'acier inoxydable.

Les poudres TLS 25\_45 $\mu$ m lot n°0347/1/1, AMSR lot n°3439 et PRAXAIR lot #13 présentent toutes les caractéristiques d'un acier inox.

Au niveau de la présence d'oxygène, la poudre TLS  $45_{75\mu}m \log n^{\circ}0347/1/1$  en possède un pourcentage élevé. Des traces sont observées sur les agglomérats de la poudre AMSR lot N°3439.

## Annexe - 5 : MODELE D'INTERACTION LASER - POUDRE

Le modèle de Qi [QI 2006] consiste à déterminer la température des particules au contact de la zone fondue par une méthode analytique simple. Soit P la puissance du laser,  $d_{Laser}$  le diamètre du faisceau laser,  $d_{poudre}$  le diamètre de la particule,  $v_p$  son volume et  $V_p$  sa vitesse, on suppose aussi que le jet de poudre est homogène de diamètre  $d_{jet}$ .



Figure A-7: Schématisation de l'interaction laser matière avant l'arrivée au bain liquide

On calcule alors la densité de particules  $N_p$  dans la zone de contact avec le laser par unité de volume. Le temps d'interaction laser poudre est estimé par le rapport  $d_i/V_p$ 

$$N_p(m^{-3}) = \frac{D_m\left(\frac{g}{s}\right).d_i(m)}{\rho\left(\frac{g}{m^3}\right).V_p\left(\frac{m}{s}\right).v_p(m^3)} \cdot \frac{4}{\pi \cdot d_{jet}^2 \cdot d_i}$$
Équation A-1

Puis on mesure la puissance absorbée par les particules selon la loi de Beer-Lambert :

$$P_{abs} = A.S_p(m^2). \, \phi\left(\frac{W}{m^2}\right). \, (1 - \exp(-N_p.S_p.d_i)$$
Équation A-2

Avec A = absorptivité, Np = densité volumique (m-3) de poudre projetée,  $S_p = section d'un grain de poudre (m^2)$ ,  $d_i$  distance d'interaction laser poudre.

L'énergie absorbée sera alors :

$$E_{abs} = P_{abs} \cdot \frac{d_i}{V_p} = m \cdot C_p \cdot \Delta T$$
 Équation A- 3

D'où on pourra déduire la température de la particule à l'arrivée à la zone fondue.

## Annexe - 6 : CALCUL DE LA DISTANCE ENTRE DEUX GRAINS DE POUDRE DANS LE JET

Nous avons également déterminé analytiquement la distance entre deux particules dans le bain liquide pour pouvoir déterminer la densité volumique de poudre au niveau du plan focal poudre. Ce calcul est utile pour utiliser le modèle de couplage laser-poudre.

Débit massique par unité de surface

$$d_m(kg.s^{-1}.m^{-2}) = \frac{D_m(kg.s^{-1})}{S(m^2)} = N(m^{-3}).m_p(kg).\overrightarrow{V_p}(m.s^{-1})$$
 Équation A-4

Avec  $m_p = \rho \times \hat{V}_p = \frac{4}{3} \times \Pi \times r^3$ : Masse de la particule ; N : le nombre de particules par unité de volume,  $\overrightarrow{V_p}$  : vitesse de la particule, Dm : le débit massique de poudre et S : surface du jet de poudre au niveau du bain liquide.

On en tire donc :

$$N(m^{-3}) = \frac{D_m(kg.s^{-1})}{S(m^2)} \times \frac{1}{m_p(kg).\overline{V_p}(m.s^{-1})}.$$
 Équation A- 5

avec  $V_p = \frac{1}{n} = \frac{4}{3} \times \pi \times R^3$ : Volume occupé par une particule

Et on calcule alors R le rayon du volume libre entourant une particule :

$$R = \sqrt[3]{\frac{1}{n} \times \frac{1}{\frac{4}{3} \times \pi}}$$
Équation A- 6

D'où  $d_{pp} = 2 \times R$ : Distance moyenne entre deux particules lors de l'interaction avec le bain liquide.

Application Numérique : pour la poudre Ti-6Al-4V de granulométrie moyenne 50 µm :  $\rho$ = 4500 kg/m3 donc m<sub>p</sub>=2,5.10<sup>-9</sup> kg, Dm=2 g/min=0,66.10<sup>-4</sup> kg/s,  $\overrightarrow{V_p} = 2 m/s$  (Dp=4 l/min : débit du gaz porteur de poudre) et S=4,9.10<sup>-6</sup> m<sup>2</sup>.

On obtient alors :  $d_{PP} = 890 \ \mu m$ , ce qui montre que la distance entre particules est suffisamment grande, même pour un débit relativement élevé. Par conséquent, la poudre absorbe peu le laser avant l'arrivée dans le bain liquide. Cela est confirmé par des mesures de transmission de puissance dans le jet de poudre qui indiquent des absorptions maximales de l'ordre de 10 % à Dm=3-4 g/min de Ti-6Al-4V.

## Annexe - 7: MODELE ANALYTIQUE DE PREDICTION DES HAUTEURS PAR COUCHE $\Delta H$

La hauteur par couche est un critère déterminant dans le coût de la construction d'une pièce. Ce paramètre permet en effet de calculer le temps de fabrication en connaissant le temps d'usinage (temps de tir LASER) et le temps mort (temps d'arrêt LASER après l'usinage d'une couche, évitant au matériau un trop fort échauffement aux points de rebroussement).

Dans les études précédentes [PEYRE 2008] et [MAISONNEUVE 2008], une détermination simpliste du Dh a été établie. L'objectif du modèle est de pouvoir donner une estimation de la hauteur par couche grâce à une modélisation des éléments intervenant lors de la fabrication du mur : il s'agit du jet de poudre et du bain liquide. Ce dernier est évidemment dépendant des paramètres LASER, mais c'est bien de sa propre morphologie que dépend la quantité de poudre participant à la croissance de la couche. Ainsi, cette quantité utile de poudre est elle-même liée principalement : (1) à la vitesse (2) au débit  $D_m$ . A ces deux paramètres, on ajoute un troisième, duquel va dépendre la morphologie du bain liquide : qui est la puissance.

$$\Delta h = \frac{D_m.L}{\rho.V}$$
Équation A- 7

La caractérisation expérimentale des zones fondues et la géométrie des murs est une étape très importante pour expliquer les états de surfaces obtenues. La morphologie des murs dépend essentiellement de l'interaction laser/poudre/bain liquide.

L'hypothèse principale du modèle utilisé pour déterminer le  $\Delta h$  est que la poudre participe à la croissance de la couche : (1) la poudre arrive au bain liquide avec une température  $T_p$  et avec un débit massique local de  $D_m^*$  pour interagir avec la zone fondue (2) l'énergie locale de la zone fondue  $Q_{ij}(J)$  est suffisamment haute pour faire fondre la poudre

Les résultats expérimentaux des morphologies des bains liquides ont été utilisés par le modèle de prédiction de  $\Delta h$  pour les éléments d'entrées L et e (largeur et longueur de la zone fondue). La forme de la distribution du jet de poudre déterminée expérimentalement sera aussi utilisée.

On implémente alors sur Excel une discrétisation de la forme du jet de poudre, on considère un domaine de (4\*4) mm<sup>2</sup> (de -2 à +2 sur X et Y) discrétisé par palier de 0.04 mm.

Le bain liquide peut être modélisé comme deux demi ellipsoïdes, une partie avant (sens d'avance de la buse par rapport à la table), et une partie arrière, le faisceau LASER pointant la séparation des deux parties : le point(0, 0).

$$\begin{cases} \frac{x^2}{L_{avant}^2} + \frac{y^2}{\left(\frac{e}{2}\right)^2} + \frac{z^2}{H^2} \le 1 \text{ et } x \ge 0 & \text{Équation A- 8} \\ \\ \frac{x^2}{L_{arrière}^2} + \frac{y^2}{\left(\frac{e}{2}\right)^2} + \frac{z^2}{H^2} \le 1 \text{ et } x \le 0 & \text{Équation A- 9} \end{cases}$$

 $L_{avant, arrière}$  étant soit la longueur avant, soit la longueur arrière du bain liquide (c'est ce qui distingue les deux ellipsoïdes), e la largeur du bain liquide et H la profondeur de la zone fondue.



Figure A-8 : Géométrie du bain liquide dans le plan de travail

L'implémentation dans Excel s'effectue selon la même discrétisation que celle du jet de poudre. Pour un point donné du plan de travail *XY*, c'est-à-dire pour un des 100\*100 éléments de la matrice donné, la condition est d'appartenir à la zone formée par les deux demi-ellipses (intersection des deux demi-ellipsoïdes avec le plan de travail). Cette condition vérifiée, on affecte à cet élément la valeur correspondante à la hauteur du bain liquide en ce point (valeur absolue de la profondeur qui est négative).

Avec les précédentes notations, on a donc :

$$\begin{cases} \frac{y^2}{\left(\frac{e}{2}\right)^2} + \frac{x^2}{L_{avant,arrière}^2} \le 1 \Rightarrow z = \begin{vmatrix} -H \cdot \sqrt{1 - \frac{y^2}{\left(\frac{e}{2}\right)^2} + \frac{x^2}{L_{avant,arrière}^2}} \\ \frac{y^2}{\left(\frac{e}{2}\right)^2} + \frac{x^2}{L_{avant,arrière}^2} > 1 \Rightarrow z = 0 \end{cases}$$
Équation A- 10
Équation A- 10

On précise aussi que :  $L_{avant,arrière} = L_{arrière}$  si  $x \le 0$  et  $L_{avant,arrière} = L_{avant}$  si  $x \ge 0$ 

La zone d'interaction est l'espace du plan de travail défini comme l'intersection de la zone dans laquelle le jet de poudre existe (cercle de rayon  $r_p$ ), et la zone fondue.

Les mesures et observations qui ont déjà été effectuées dans le laboratoire sur le bain liquide peuvent nous conduire à émettre deux possibilités quant aux paramètres  $L_{avant}$  et  $L_{arrière}$ . Nous comparerons les résultats donnés par le programme Excel en modifiant le paramètre  $\frac{L_{avant}}{L_{totale}}$ , où  $L = L_{avant} + L_{arrière}$ , en lui donnant la valeur 1/3 ou 1/4.

Une fois la discrétisation de la ZF et du jet de poudre est faite, on calcule la contribution de chaque élément discrétisé à la construction de la couche, en utilisant la formule suivante :

$$\Delta h_{ij} = \frac{D_m^* \cdot \Delta l}{\rho \cdot V}$$
Équation A- 12

Avec  $\Delta l = 0.04$  mm la longueur de l'élément discrétisé

Puis on fait la somme des éléments  $\Delta h_{ij}$  sur l'axe X puis on fait la somme selon l'axe Y et on divise le tout par la largeur du bain liquide e.

$$\Delta h = \frac{1}{e} \cdot \sum_{y} \sum_{x} \Delta h_{ij} = \frac{1}{e} \cdot \sum_{y} \Delta h_{j}$$
 Équation A- 13

Le modèle fait le contrôle de la quantité de poudre injectée dans le bain liquide, si cette dernière est trop grande par rapport à l'énergie amenée, la routine affiche "erreur". Mais pour la gamme de débit massique utilisée, on n'a pas ce problème.

Le modèle permet aussi de déterminer la limitation thermique de la construction, quand il s'agit d'un débit très important et d'une puissance pas suffisamment importante pour faire fondre toute la poudre. Il s'agit de comparer l'énergie de la zone fondue (Équation A- 14) et celle qu'il faut avoir pour faire fondre la poudre qui arrive au contact du bain liquide (Équation A- 15). On considère alors la discrétisation des domaines comme précédemment :  $p_{ij}$  est la largeur de la zone fondue discrétisée et  $Q_{ij}$  l'énergie élémentaire du volume discrétisée.

$$Q_{ij}(J) = m \cdot C_p \cdot \Delta T = \rho \cdot C_p \cdot \Delta l^2 \cdot p_{ij} \cdot (T_{ij} - T_f)$$
Équation A- 14

$$Q^{p}_{ij}(J) = \rho. C_{p}.\Delta l^{2}.\Delta h_{ij}.(T_{f} - T_{p})$$
Équation A. 15

$$\Delta h_{ij}^{themique} = p_{ij} \cdot \frac{(T_{ij} - T_f)}{(T_f - T_p)}$$
Équation A- 16

#### Avec $T_p$ la température de la particule, $T_f$ : la température de fusion du Ti-6Al-4V

Pour chaque calcul des hauteurs par couches élémentaires  $\Delta h_{ij}$ . On compare  $\Delta h_{ij}$  avec  $\Delta h_{ij}^{\text{thermique}}$  (Équation A-16) et si on trouve que  $\Delta h_{ij} < \Delta h_{ij}^{\text{thermique}}$ , on peut considérer que la hauteur par couche est bonne.

#### Validation expérimentale :

Les calculs ont montré que le modèle avec l'approximation <sup>1</sup>/<sub>4</sub> du BL avant et <sup>3</sup>/<sub>4</sub> derrière colle plus avec les résultats expérimentaux. Comme le montre la Figure A- 9.



Figure A-9: Evolution de la hauteur avec la vitesse pour un débit = 2 g/min et un bain liquide [1/4, 3/4]

Le fait est que le modèle ne prend pas en compte divers phénomènes, notamment celui de rebond de la poudre sur le bain liquide. Donc une partie du flux de poudre qui, dans le modèle, contribue à la croissance de la couche est perdue dans l'expérience par différents phénomènes, cela explique le décalage entre les résultats expérimentaux et les résultats du modèle.

## Annexe - 8: Evolution des zones fondues (316L – Poudre TLS) En fonction des parametres du procede

Comme cela est précisé dans le corps du texte, nous avons travaillé essentiellement avec deux types de poudre de 316L, l'une (poudre Sulzer-Metco SM) sphérique mais contaminée à l'Aluminium et l'autre oxydée mais non sphérique car atomisé sous eau (poudre TLS).

Nous allons considérer comme tailles de zones fondues, celles obtenues avec la poudre TLS car celles-ci sont plus visibles (Figure A- 10) que celles obtenues avec la poudre Sulzer Metco, présentant une croute solide en suspension au-dessus du bain liquide.



Figure A- 10 : Evolution de la taille et de la forme du bain liquide en fonction de la puissance et de la vitesse pour la poudre TLS et pour un débit de 4 g/min

## LISTE DES FIGURES

| Figure Intr- 1: Élaboration d'une pièce de révolution par la technique de Fabrication Directe par Projection Laser  |
|---|
| Figure I-1 · Principe d'une cavité laser  |
| Figure I-2 : Différents types de lasers et longueurs d'onde associées (en bleu : lasers à gaz, en noir : lasers solides)  |
| Figure I-3 : Absorption d'un rayonnement laser par une surface métallique et grandeurs thermiques associées (gradient thermique G (K/m), vitesse de solidification Vs (m/s)) [PEYRE 2012A]  |
| Figure I-4 : Diagramme densité de puissance – temps d'interaction – densité d'énergie regroupant les différents procédés laser et régimes d'interaction associés [LAURENS 1997]   |
| Figure I-5 : Traitements de surface par laser – Lissage d'une surface métallique par fusion superficielle grâce aux tensions de surface exercées sur la couche liquide [OSTHOLT 2009]   |
| Figure I-6 : Principe de la convection thermocapillaire dans le cas d'un chauffage laser Gaussien : (a) cas d'un matériau à coefficient thermocapillaire négatif (élargissement de la zone fondue par l'effet des mouvements centrifuges), (b) matériau à coefficient $\gamma$ positif (enfoncement de la zone fondue)                              |
| Figure I-7 : Les différentes techniques de prototypage rapide11   |
| Figure I-8 : Schéma de mise en œuvre d'une fabrication additive par fusion de matière   |
| Figure I-9 : Schéma de principe d'une machine de fusion sélective par laser FSL [HOPKINSON 2006]12  |
| Figure I-10 : Exemples de pièces élaborées par FSL : implant dentaire en titane [EMMELMANN 2009], pièce aéronautique en polymère PA12 [KRUTH 2008]  |
| Figure I-11 : (a) Diagramme schématique de l'environnement expérimental du procédé FDPL, (b) Exemple de pièce élaborée en FDPL chez DMA Laser : Vis d'extrusion   |
| Figure I-12 : Exemples de pièces fabriquées par FDPL ou rechargement laser chez DMA Laser14   |
| Figure I-13 : (a) Vue latérale du procédé de fabrication directe par projection laser (FDPL) avec buse coaxiale : le laser génère une zone fondue dans laquelle sont injectés les grains de poudre, après interaction (laser / poudre), sur une distance $d_i$ avec le faisceau laser (b) Schématisation du procédé avec les caméras de contrôle 15 |
| Figure I-14: Cycles thermiques T=f(t) calculés en un point d'un mur en Ti-6Al-4V : présence d'un pic de fusion suivis de pics de recuit, conduisant à une température moyenne $T_{moy} = 320$ K (deux températures de transformation sont notées : le transus $\alpha/\beta$ à 1260 K, et la transition solide-liquide à 1920 K) [HOFMEISTER 2001]  |

| Figure I-15 : Interaction d'un jet de poudre hors-axe avec une paroi d'épaisseur finie (a) solide avec ricochets de la poudre (b) liquide avec absorption de la poudre et réduction de la concentration massique au-dessus du mur [ZEKOVIC 2007]                             |
|--|
| Figure I-16 : (a) Simulation numérique (Fluent) de la focalisation d'un jet de poudre de stellite ( $D_m = 3 \text{ g/min}$ ), (b) mesures de température des particules au niveau du plan focal poudre par caméra thermique [WEN 2009]19                                    |
| Figure I-17 : Modèle thermique-morphologique de calcul des dimensions des parois en FDPL [PEYRE 2008] :<br>(a) calcul éléments finis (EF) des limites des zones fondues, (b) solution transitoire du champ 3D de température<br>(alliage Ti-6Al-4V, 400 W – 0.4 m/min)       |
| Figure I-18 : Cartographies de microstructure pour le Ti-6Al-4V : les grains équiaxes sont obtenus pour des rapports $G/V_s$ ( $V_s$ est noté R dans cette étude) faibles contrairement aux grains colonnaires [BONTHA 2006A]22  |
| Figure I-19 : Modèle thermo-hydrodynamique 3D de la FDPL appliqué à la fabrication de trois couches de composite 316L – TiC [WEN 2011]   |
| Figure I-20 : FDPL en régime coaxial. Position des points focaux du laser (PFL) et du jet de poudre (PFP)26  |
| Figure I-21 : Etats de surface en fonction des largeurs de dépôt par couche (a) $e = 2.1 \text{ mm}$ (b) $e = 1.7 \text{ mm}$ (c) $e = 1.3 \text{ mm}$ (d) Schéma explicatif de l'effet de la distance entre les couches sur la rugosité des pièces construites [ZHANG 2007] |
| Figure I-22 : Etats de surface obtenus sur 303L par FDPL (Dm= 2 g/min, P = 320 W) [ALIMARDANI 2012] – Influence de la vitesse V  |
| Figure I-23 : Exemples de pièces élaborées par FDPL en régime pulsé : (a) insert conique en In625, (b) rechargement d'aubes de turbine en In718 avant et après sablage ( $R_a=2.7 \mu m$ ) [XUE 2011]29  |
| Figure II-1 : Machine OPTOMEC LENS 450   |
| Figure II-2 : (a) Poste instrumenté limoges Précision (1) protection locale du substrat (2) buse (3) caméra rapide (4) table de déplacement x,y (5) distributeur de poudre (b) distributeur de poudre TWIN 10C de Sulzer Metco 32  |
| Figure II-3 : Schématisation du poste expérimental   |
| Figure II-4 : Présentation de la buse N°2 (a) Vue de dessous, (b) Différents éléments de la buse, (c) vue en coupe   |
| Figure II-5 : chemin optique du laser (a) configuration optique pour un laser gaussien de 1.2 mm (G1.2) (b) chemin optique pour un laser uniforme de 1.2 mm (TH1.2) (c) chemin optique pour un laser uniforme de 1.8 mm (TH1.8)  |
| Figure II-6 : Définition du rapport cyclique dc ("duty cycle") en régime pulsé   |
| Figure II-7 : Caustique du faisceau laser à $1/e^2$ de la hauteur totale de la gaussienne pour une fibre optique de 400 $\mu$ m  |
| Figure II-8 : (a) Distribution 3D du faisceau laser dans le plan défocalisé de -4.5 mm (b) distribution 3D du faisceau laser au plan focal laser   |
| Figure II-9 : (a) Distribution spatiale de densité de puissance faisceau laser pour $P = 500W$ (analyse de faisceau) et représentation analytique (b) Puissance réelle en sortie de tête laser (analyse calorimétrique)  |
| Figure II-10 : Analyse par photodiode d'un train d'impulsions laser (f = 100 Hz, $\tau_{laser}$ = 2 ms)  |

| Figure II-11 : (a) Répartition granulométrique de la poudre Ti-6Al-4V TLS 45 - 75 μm obtenue par (b) analyse MEB des particules [GHARBI 2011A]  |
|---|
| Figure II-12 : Poudre de l'alliage 316L étudiée40   |
| Figure II-13 : (a) la poudre TLS 45-75 µm et la présence d'agglomérat noir (b) particule contaminée (c) grain non sphérique41   |
| Figure II-14 : (a) photo MEB des grains de poudre SM et (b) Répartition granulométrique de la poudre 316L SM (longueur maximale des grains) 45 - 75 μm (analyse MEB)41  |
| Figure II-15 : (a) Forme du jet de poudre et détermination du niveau du PFP (b) illustration schématique de la méthode du trou déplacé (c) Principe de la mesure locale du débit de poudre42  |
| Figure II-16 : Analyse de la distribution spatiale de débit massique du jet de poudre par la méthode du trou déplacé (a) distribution 3D expérimentale, (b) approximation par une quasi-gaussienne $(D_m=1g/min)$ 43                        |
| Figure II-17 : (a) Dispositif d'analyse de la distribution spatiale du jet de poudre par éclairement laser (b) Schéma du dispositif   |
| Figure II-18 : (a) Caustique du jet de poudre (b) Distribution 2D (x, z) du jet de poudre obtenue par l'analyse d'image éclairée par laser  |
| Figure II-19 : (a) Distribution du jet de poudre au plan focal poudre obtenue par traitement d'image, (b) comparaison des deux méthodes de mesure et approximation analytique   |
| Figure II-20 : (a) Caustique du jet de poudre 316L (b) Distribution 2D (x, z) du jet de poudre obtenue par l'analyse d'image éclairée par laser   |
| Figure II-21 : Distribution du jet de poudre au plan focale poudre PFP avec la méthode de traitement d'images, la méthode du trou déplacé et leurs approximations analytiques   |
| Figure II-22 : Analyse de traces d'oxygène sous la buse de projection (D <sub>p</sub> =5 l/min)47   |
| Figure II-23 : Analyse des zones d'interaction laser – poudre – zone fondue par caméra rapide – Positionnement des caméras et exemples d'images des zones fondues pour différents angles d'analyse  |
| Figure II-24 : Dispositif expérimental de pyrométrie optique (a) schéma (b) photo du montage50  |
| Figure II-25 : Exemple d'image-scanner d'un mur élaboré par FDPL50  |
| Figure II-26 : Profilomètre Dektak 150 à stylet51   |
| Figure II-27 : Cartographie 3D d'un mur obtenu par fabrication directe par projection laser : mise en évidence d'une ondulation périodique et d'une rugosité microscopique ( $400 \text{ W} - 0.2 \text{ m}/\text{min} - 2 \text{ g/min}$ ) |
| Figure II-28 : Courbe de niveau obtenue par profilomètrie 2D : à partir de la courbe "brute" $z = f(x)$ - Après filtrage, on obtient les deux courbes suivantes : rugosité $R=f(x)$ et ondulation $W=f(x)$                                  |
| Figure II-29 : Courbe explicative des grandeurs de rugosités [CRETEIL 2012]   |
| Figure II-30 : MEB Hitachi 4800 du PIMM et spectromètre EDS   |
| Figure II-31 : Structure cristallographique du titane pur   |
| Figure II-32 : (a) Diffusivité thermique a (m <sup>2</sup> /s) (b) chaleur spécifique $C_p$ du Ti-6Al-4V [MORVILLE 2012A]56   |
| Figure II-33 : Conductivité thermique de l'alliage Ti-6Al-4V fonction de la température selon différentes sources de la littérature et selon les mesures de LIMATB [MORVILLE 2012A]   |

| Figure II-34 : Tension superficielle de l'alliage Ti-6Al-4V fonction de la température selon différentes sources de littérature [MORVILLE 2012A]   |
|--|
| Figure II-35 : Viscosité dynamique de l'alliage Ti-6Al-4V fonction de la température et du taux d'oxygène selon la littérature   |
| Figure II-36 : (a) Chaleur massique (b) Conductivité thermique de l'acier 316L en fonction de la température selon différentes sources de la littérature [MORVILLE 2012A]  |
| Figure II-37 : Viscosité de l'acier 316L fonction de la température selon différentes sources de la littérature [MORVILLE 2012A]   |
| Figure II-38 : Tension superficielle de l'acier 316L fonction de la température [MORVILLE 2012A]61   |
| Figure II-39 : Coefficient thermocapillaire de l'acier 316L fonction de la température   |
| Figure II-40 : Modèle géométrique 3D implanté sur COMSOL Multiphysics  |
| Figure III-1 : Configuration du jet de poudre pour les distances d'interaction $d_i$ = 1 mm et $d_i$ = 3 mm, correspondant à des distances de travail buse-substrat $W_d$ = 4 mm et 9 mm   |
| Figure III-2 : Température de grains de poudre de diamètre 45 $\mu$ m à 75 $\mu$ m pour deux distances d'interaction di (P = 400 W)  |
| Figure III-3 : Calcul numérique de la température de particule ( $r_p=22.5 \mu m$ ) en fonction de la distance radiale ( $d_i = 1 \text{ mm}, P = 320 \text{ à } 500 \text{ W}$ ), [MORVILLE 2012A] [MORVILLE 2012D]67   |
| Figure III-4 : Evolution des dimensions des bains liquides en fonction de la puissance à vitesse constante $V=0.4 \text{ m/min}$ (a, b, c, d), et en fonction de la vitesse (e, f, g) à P=320 W (éclairement Gaussien 1.2 mm, Dm=1 g/min)  |
| Figure III-5 : Etude dimensionnelle d'une zone fondue lors du procédé FDPL et sur Ti-6Al-4V (500 W – 0.4 m/min) (a) vue latérale par caméra rapide en cours de procédé (b) par analyse métallographique sur coupe transverse du mur solidifié  |
| Figure III-6 : Influence des paramètres du procédé (P, V, D <sub>m</sub> ) sur les dimensions apparentes des zones fondues (hauteur H, longueur L et largeur e)  |
| Figure III-7 : Comparaison des résultats expérimentaux avec une simulation numérique stationnaire 3D solide (chauffage d'un mur par faisceau laser Gaussien, $V = 0.2 \text{ m/min}$ , $Dm = 1 \text{ g/min}$ , absorptivité = 0.4)71  |
| Figure III-8 : Influence de la distribution de puissance laser (uniforme ou gaussienne) sur les dimensions apparentes des zones fondues avec H = hauteur, L = l ongueur et e = largeur (G1.2 = Gaussien 1.2 mm, TH1.2 = top-hat 1.2 mm, TH1.8=top-hat 1.8 mm)                              |
| Figure III-9 : Distribution spatiale de densité de puissance laser pour une puissance moyenne P=500 W et pour trois types de distributions : Gaussienne de diamètre 1.2 mm (Gauss 1.2), uniforme de diamètre 1.2 mm (TH1.2) et uniforme de diamètre 1.8 mm (TH1.8)                         |
| Figure III-10 : Simulation thermique solide des isothermes de fusion (Ti-6Al-4V) – Contrairement aux résultats expérimentaux, la simulation numérique solide met en évidence un élargissement des tailles de zone fondue avec l'utilisation d'un éclairement uniforme (Absorptivité A=0.4) |
| Figure III-11 : Optimisation du débit du gaz vecteur de poudre à partir de la déformation de la ZF. Un débit de 4 l/min permet d'assurer un débit régulier sans déformer la surface de la ZF   |

Figure III-12 : Séquence d'images (f = 3 kHz) mettant en évidence le mouvement de particules à la surface de la ZF. Les particules n°s 1, 2 et 5 sont transportées par la ZF et fondent au bout de : t1=4.6 ms, t2=0.66 ms et t5= 0.33 ms. La particule n° 3 fond instantanément (t3< 0,33 ms). La particule n°4 se déplace vers l'avant du bain liquide et s'agglomère à l'interface solide-liquide, mais sera fondue par l'avancée de la ZF. Dans tous les cas, les vitesses de déplacement des particules sont proches de 0.5 m/s, et leur déplacement est centrifuge ......76 Figure III-13 : séquence d'images (f = 3 kHz) décrivant le mouvement des particules en surface de ZF. La particule n°1 projetée au centre du bain liquide fond presque instantanément (0.33 ms). La grosse particule n°2 ne fond pas complètement lors de son transport par la ZF, et s'agglomère au bas du bain liquide. Elle se retrouvera comme agglomérat à la surface du mur solidifié contrairement aux particules n°3 et 4 qui seront Figure III-14 : (a) Interaction particule-zone fondue : une particule qui émerge à l'état solide (partiellement fondue) à l'arrière du bain liquide de la couche i sera refondue par le bain liquide de la couche (i+1) lorsque  $h > \Delta h$ , et restera agglomérée sur les parois lorsque  $h < \Delta h$ , (b) description schématique des mouvements fluides en zone fondue......77 Figure III-15 : Influence de la puissance P et la vitesse V sur les vitesses des particules transportées en surface de zone fondue : (a)  $V_{pBL} = f(P)$  pour V = 0.4 m/min (b)  $V_{pBL} = f(V)$  pour P=250 W (D<sub>m</sub> = 2 g/min).....78 Figure III-16 : Etat de surface (MEB) d'un mur élaboré avec P=320 W, V=0.2 m/min et Dm=1g/min. Les Figure III-18 : Types d'agglomérations de poudre (a) particules agglomérées à l'état solide et liquide (b) agglomérat de plusieurs particules (faible puissance laser)......80 Figure III-19 : Dispositifs utilisés pour le calibrage de l'émissivité de la caméra thermique (caméra IR + Figure III-20 : Calibration de l'émissivité de la caméra thermique par thermocouple - Evolution de la température à 1.5 mm du bas du substrat et à 18 mm du côté latéral : (a) avec des thermocouples de type K (b) avec la caméra IR et une émissivité de  $\varepsilon$ =0.6 (400 W - 0.4m/min – 1 g/min)......81 Figure III-21 : Champ de température mesuré par caméra thermique IR (SC4000). Le changement brusque de température apparente en bord de la zone fondue est dû à une chute d'émissivité du Ti-6Al-4V à l'état liquide 82 Figure III-23 : (a) Base théorique des méthodes pyrométriques utilisées et bande spectrale utilisée pour chaque Figure III-24 : courbe d'étalonnage des caméras avec calcul de l'incertitude de l'ordonnée à l'origine (b'=1.4584) et de la pente de la courbe d'étalonnage (k'=0.0045) selon la méthode LSM (moyenne des carrés Figure III-25 : Evolution de la température et de l'émissivité en fonction du temps dans une zone sonde de 0,56 mm de diamètre au centre du bain liquide : P=600 W, V=0.4 m/min et D<sub>m</sub>=1 g/min.......85 Figure III-26 : Cartographie de température (K) dans le bain liquide en fonction de la vitesse V en cours de FDPL : a) 0.4 m/min (b) 0.3 m/min (c) 0.2 m/min (d) 0.1 m/min (en haut : mesure coaxiale, en bas : mesure Figure III-27 : Evolution de la distribution de la température (K) dans le bain liquide en fonction de la puissance 

| Figure III-28 : Distribution de température T=f(y) en fonction de la puissance pour une projection de l'abscisse curviligne (vue coaxiale) (V=0.4 m/min et $D_m$ =1 g/min) [GHARBI 2012B]  |
|--|
| Figure III-29 : Distribution de température (en K) en ZF en fonction de la distribution spatiale de puissance (<br>P=400 W, V=0,4 m/min, Dm=1 g/min) (a) TH1,8 (b) TH1,2 (c) G1,288  |
| Figure III-30 : Evolution de la température en fonction de l'abscisse curviligne projeté y en fonction de la distribution de puissance (a) 320 W, (b) 500 W  |
| Figure III-31 : Evolution du gradient thermique max et moyen (a) en fonction de P pour une distribution Gaussienne (b) en fonction de la distribution spatiale de puissance pour P=500 W   |
| Figure III-32 : Coupes métallurgiques - Effet de la puissance laser sur la forme des zones fondues :(a) éclairement Gaussien, V=0.4 m/min, $D_m$ =1 g/min, P=320 W et P=500 W : la ZF est plus creusée à P élevée et les grains métallurgiques sont orientés en corolle, (b) distribution uniforme TH 1,8 V=0.2 m/min, $D_m$ = 1 g/min, P=320 W, 400 W, 500 W        |
| Figure III-33 : Coupes métallurgiques – influence de la distribution spatiale de puissance laser sur la forme des zones fondues (P= 500 W, V=0.4 m/min) : (a) G1.2, (b) TH 1.891   |
| Figure III-34 : Photos des murs élaborés en fonction de la vitesse (la longueur des murs est de 4 cm) (a) V=0.4 m/min ( $\Delta$ h=0.22 mm), (b) V=0.2 m/min ( $\Delta$ h=0.43 mm), (c) V=0.1 m/min ( $\Delta$ h=1.19 mm) pour P = 400 W etD <sub>m</sub> =2 g/min. La hauteur par couche $\Delta$ h augmente avec 1/V   |
| Figure III-35 : Débit massique surfacique efficace en fonction de la largeur du mur e : lorsque e augmente, la valeur de débit efficace tend vers la valeur de débit surfacique moyen $Dm^*(2 \text{ g/min/(}\pi\text{rjet}^2))$   |
| Figure III-36 : Cas d'une distribution Gaussienne – Influence de (P, V, Dm) sur les valeurs de $\Delta h$ (D <sub>m</sub> = 1 g/min et D <sub>m</sub> = 2 g/min)   |
| Figure III-37 : Influence de la distribution de puissance laser (Gaussien / uniforme) sur les hauteurs par couche (D <sub>m</sub> =1 g/min)94  |
| Figure III-38 : Comparaison du rendement massique théorique (avec correction de 15% sur la masse théorique projetée) et expérimental en fonction de la largeur du bain liquide « e » pour Ti-6Al-4V ( $D_m$ =1.5 et 2 g/min)95   |
| Figure III-39 : (a) Géométrie du bain liquide projetée dans le plan de travail, (b) surface d'interaction zone fondue / poudre discrétisée en éléments de 25 µm de côté  |
| Figure III-40 : Comparaison des valeurs de hauteurs par couche $\Delta h$ mesurées et calculées (D <sub>m</sub> =1.5 g/min - P=500 W)  |
| Figure III-41 : Défauts de surface des pièces fabriquées en FDPL (MEB)- (a) vue générale, (b) coupe transversale d'un mur : périodicité et l'effondrement des ménisques, (c) différentes types d'agglomérats (partiellement fondus/ non fondus) et localisations plus prononcées dans les parties concaves des ménisques, (d) plaques d'oxyde d'épaisseur micronique |
| Figure III-42 : Influence de la puissance sur les états de surface des murs (V=0.1 m/min et $D_m$ =1 g/min)98  |
| Figure III-43 : Evolution de l'état de surface (valeurs non filtrées) en fonction de P et V ( $D_m$ = 1 g/min) : (a) évolution de $R_a$ rugosité arithmétique moyenne (b) évolution de $R_p$ l'amplitude de rugosité moyenne : l'erreur présenté ici est la dispersion des différentes valeurs mesurées expérimetalement   |
| Figure III-44 :Etats de surface (MEB et profilométrie 3D) en fonction de la puissance laser (Dm=2 g/min, V=0.4 m/min) : (a)(b) P=320 W, (c) (d) P=500 W, (e) (f) P=600 W (éclairement top-hat 1.8 mm)101   |

| Figure III-45 : Evolution de l'amplitude de (a) la micro rugosité et de (b) l'ondulation en fonction de P et V102  |
|--|
| Figure III-46 : Evolution de l'état de surface par des images profilomètrique 3D des murs fabriqués en fonction de la puissance pour P=400 W et $D_m=1$ g/min (a) V=0,1 m/min, (b) V=0,4 m/min (granulométrie 25-45 $\mu$ m) 102   |
| Figure III-47 : (a) Evolution de la microrugosité moyenne en fonction du débit massique local en vis-à-vis du bord du mur (b) évolution du débit massique surfacique locale $D_m^*$ (g/s/m <sup>2</sup> ) en fonction de la largeur des murs   |
| Figure III-48 : (a) Evolution de l'amplitude d'ondulation $W_p$ en fonction du rapport de forme H/ $\Delta h$ (b) schématisation de l'effet de H et $\Delta h$ sur l'ondulation  |
| Figure III-49 : Evolution de l'amplitude de rugosité maximale en fonction de V, P et de l'état de la poudre à l'arrivée de la zone fondue  |
| Figure III-50 : Influence de la granulométrie (25-45 $\mu$ m ou 45-75 $\mu$ m) sur l'état de surface des murs en Ti-6Al-<br>4V (TH1.8 - V=0.4 m/min - Dm=1 g/min) : l'erreur présentée dans les deux figures est la dispersion des valeurs<br>de W <sub>p</sub> et R <sub>p</sub> mesurées expérimentalement             |
| Figure III-51 : Evolution de la distribution du jet de poudre en fonction de la granulométrie106   |
| Figure III-52 : Evolution de l'amplitude de rugosité brute (non filtrée) en fonction de la distribution du laser (TH1.8 et G1.2) [GHARBI 2012A]  |
| Figure III-53 : Evolution de l'amplitude de la micro-rugosité et de l'ondulation en fonction de la distribution du laser (TH1.8, TH1.2 et G1.2) V= $0.2 \text{ m/min} - \text{Dm} = 1 \text{ g/min}$ 107   |
| Figure III-54 : image de deux murs faits dans les mêmes conditions opératoires (P=400 W - $D_m=2$ g/min - V=0.4 m/min) et différents gaz de protection (a) Hélium (b) Argon108   |
| Figure III-55 - Influence de la nature du gaz vecteur (Ar ou He) sur : (a) les dimensions de la ZF P=400 W - $D_m$ = 2 g/min et V=0.4 m/min (b) les valeurs de rugosité non filtrées : l'utilisation d'He, qui réduit l'état d'oxydation, détériore l'état de surface, mais ne change pas la taille de la zone fondue108 |
| Figure III-56 : Forme du jet de poudre déterminée numériquement en alliage Ti-6Al-4V au plan focal poudre en fonction de la nature du gaz vecteur : (a) Argon (b) Hélium (granulométrie [45-75 µm], débit poudre de 1 g/min, débit du gaz porteur 2 l/min) [MORVILLE 2012A]  |
| Figure III-57 : Schématisation de la défocalisation du jet de poudre du plan de travail110   |
| Figure III-58 : Influence de la position du substrat par rapport au plan focal du jet de poudre (PFP) (V=0.4 m/min et $D_m=2$ g/min) : L'état de surface se dégrade lorsque l'on s'écarte du PFP car la distribution de poudre change et devient plus dispersée (éclairement laser TH1.8)                                |
| Figure III-59 : Evolution de la distribution du débit massique local en fonction de x (déterminée par la méthode traitement d'images du jet poudre) pour le plan focal poudre PFP et pour un plan défocalisé de 4 mm vers le bas   |
| Figure III-60 : Modèle analytique de calcul des hauteurs de ménisques $W_p$ , (a) formulation analytique des contours de la zone fondue, (b) principe du modèle : coupe transverse avec translation de la zone fondue de $\Delta h$ selon y, (c) zoom de la partie latérale avec point d'intersection ( $x_c$ , $y_c$ )  |
| Figure III-61 : Hauteurs de ménisques $W_p$ en fonction de H/ $\Delta h$ - Confrontation du modèle analytique (en considérant e/2 et n fixes ou variables) avec les résultats expérimentaux  |
| Figure III-62 : forme de la zone fondue à proximité des ménisques latéraux   |

| Figure III-63 : Lissage de surfaces FDPL en Ti-6Al-4V par fusion superficielle- (a) pinceau de lumière de 10 mm x 1 mm obtenu par lentille cylindrique, (b) état de surface avant et après fusion laser (V= 8 cm/s, P= 2 kW) 115  |
|---|
| Figure III-64 : Influence de la fusion laser sur le paramètre R (filtré). Après fusion, les paramètres Ra et Rt passent de 1 $\mu$ m à 0.25 $\mu$ m et de 15 $\mu$ m à 2 $\mu$ m  |
| Figure III-65 : Coupes métallurgiques – influence de la puissance laser sur l'orientation des grains colonnaires (a) 320 W, (b) 500 W (0,4 m/min et 1 g/min, éclairement gaussien G1.2)   |
| Figure III-66 : Coupes métallurgiques – influence du débit massique sur la forme du bain liquide et la structure des grains : $P=320 \text{ W} - V=0.1 \text{ m/min}$ (a) $D_m=3 \text{ g/min} - \text{grains}$ équiaxes, (b) $D_m=1.2 \text{ g/min} - \text{grains}$ colonnaires                                 |
| Figure III-67 : Images métallographiques des murs : Différence entre les microstructures des bandes claires (lamelles grossières) et celles du reste du mur (TH1.8, 500W, 0.2 m/min)117   |
| Figure III-68 : Profils de microdureté Vickers (charge = 100 g) en fonction de la puissance laser (G1.2, $V=0.2 \text{ m/min}$ ). La dureté locale augmente avec la puissance, donc avec l'échauffement du mur118   |
| Figure III-69 : Profils de micro-dureté Vickers (charge = 100 g). Influence de la distribution de puissance laser (320 W – 0.2 m/min)   |
| Figure III-70 : Illustration de l'effet de la hauteur de la zone fondue H sur l'ondulation  |
| Figure IV-1 : Exemple d'images scannées de murs de 40 mm de long élaborés en régime pulsé (P= 600 W - V= 0,4 m/min - $D_m$ = 1 g/min - f= 100 Hz). Comparaison avec le régime continu124  |
| Figure IV-2 : Comparaison des dimensions maximales des bains liquides H et e obtenues en régime pulsé (Gaussien 1.2 mm - P=600 W, V=0.4 m/min, dc variable) et en régime continu, à puissance moyenne équivalente : Aucune différence significative n'est mise en évidence  |
| Figure IV-3 : Comparaison des hauteurs par couche obtenues en régime pulsé et continu en fonction de la puissance moyenne : $\Delta h$ ne varie ni avec la P <sub>moy</sub> ni avec le régime d'interaction   |
| Figure IV-4 : Analyse par caméra rapide des fluctuations de la zone fondue en régime pulsé- $D_m = 1$ g/min, P=600 W, V=0.4 m/min, f=100 Hz, éclairement Gaussien ( $\tau_{laser} = 6$ ms, dc=0.6) variation de 50 % de la taille de la ZF  |
| Figure IV-5 : Analyse par caméra rapide des variations de la taille de la zone fondue en régime pulsé- $D_m = 1$ g/min, P=600 W - V=0.4 m/min - f=100 Hz, éclairement Gaussien ( $\tau_{laser}$ = 2 ms, dc= 0.2), solidification complète entre deux impulsions   |
| Figure IV-6 : Traitement des images pour un mur fabriqué avec P= 600W, f= 100 Hz : Evolution de la surface projetée de la zone fondue S (mm <sup>2</sup> ) au cours du temps : la surface varie de (a) $\Delta$ S/S= 60% pour dc=0,6 (b) $\Delta$ S/S= 100 % pour dc=0,2 solidification complète entre impulsions |
| Figure IV-7 : Schéma explicatif des différents types de comportement de la zone fondue en régime pulsé $(\Delta S/S = variation relative de surface apparente de la zone fondue)$   |
| Figure IV-8 : Coupes transverses des murs élaborés en régime pulsé (600 W $-$ 100 Hz). Influence du rapport cyclique : (a) dc= 0,45, (b) dc= 0.6, (c) dc= 0,75, (d) dc= 0,9   |
| Figure IV-9 : Parties supérieures des murs élaborés en régime pulsé (600 W – 100 Hz). Influence du rapport  |

Figure IV-9 : Parties supérieures des murs élaborés en régime pulsé (600 W - 100 Hz). Influence du rapport cyclique dc sur la forme des zones fondues. L'augmentation de la puissance moyenne (P x dc) entraîne un

Figure IV-10 : Formes des zones fondues obtenues en régime continu (P=500 W) ou pulsé (600 W - dc = 0.9) à puissance moyenne équivalente. Le passage en régime pulsé modifie la forme des zones fondues, augmente leur concavité, et augmente la hauteur apparente H, à largeur de mur et hauteur de ZAT équivalentes......130

Figure IV-12 : Evolution de la température maximale pour le régime pulsé en fonction du temps pour deux dc différents (0.53 et 0.9) pour P=600 W, f=100 hz,  $D_m=1$  g/min et V= 0.4 m/min......132

Figure IV-13 : Evolution de la température maximale en zone fondue pour le régime pulsé et le régime continu en fonction de la puissance moyenne (en régime pulsé  $P_c = 600$  W et f = 100 Hz) ......132

Figure IV-16 : Evolution de l'état de surface en fonction du rapport cyclique de ( $P_c = 600 \text{ W} - f = 60 \text{ Hz} - D_m = 1 \text{ g/min}$ ) –(a) dc= 0,36, (b) dc= 0,48, (c) dc= 0,6, (d) dc= 0,84 ......134

Figure IV-17 : profil 3D des états de surface en régime pulsé ( $P_c=500$  W, f=60 Hz,  $D_m=1g/min$ ) (a) dc=0,3 ( $R_{a, nf}=29 \ \mu m$ ), (b) dc=0,5 ( $R_{a, nf}=17 \ \mu m$ ), (c) dc=0.7 ( $R_{a, nf}=9 \ \mu m$ ), (d) dc=0.9 ( $R_{a, nf}=5 \ \mu m$ ) : l'augmentation du rapport cyclique dc et de la puissance moyenne qui en résulte ( $P_{moy}=P_c^*dc$ ) améliore l'état de surface......135

Figure IV-18 : Evolution de l'état de surface en fonction du rapport cyclique dc : (a) f= 100 Hz,  $P_c$ = 600 W, V=0.4 m/min) et du continu, (b) 500 W – f=60 Hz (cas d'une distribution gaussienne G1.2) ......136

Figure IV-19 : Evolution de l'état de surface en fonction de la puissance moyenne  $P_{moy}$ . Comparaison du pulsé (f=100 Hz - P=600 W - V=0.4 m/min) et du continu (cas d'une distribution gaussienne G1.2)......136

Figure V-2 : Comparaison des ZF obtenues à conditions équivalentes (4 g/min - P=400 W - 0.4 m/min) sur (a) la poudre TLS contaminée, (b) la poudre SM (protection locale), (c) la poudre SM (protection globale 60 ppm) 143

Figure V-3 : (a) Evolution de l'épaisseur des murs e (= la largeur des zones fondues) en fonction de P et V pour  $D_m$ = 4 g/min, (b) Evolution de la hauteur et de la longueur de la zone fondue apparente et réelle par caméra

| rapide (V=0,4 m/min) : les hauteurs et les largeurs réelles de la zone fondue sont obtenues par analyse des bains liquides obtenus avec la poudre TLS, qui ne présentent pas de croûte solide (Annexe – 8)   |
|--|
| Figure V-4 : Simulation numérique 3D du procédé de FDPL sur 316L (400 W – 0.4 m/min - 4 g/min). La dimension de la zone fondue correspond aux résultats expérimentaux en considérant une absorptivité A = 0.25.  |
| Figure V-5 : Coupe métallographique des quatre murs en 316L pour V=0.4 m/min, D <sub>m</sub> =4 g/min et des puissances croissantes (avec largeurs associées)  |
| Figure V-6 : Coupe métallographique des murs en 316L pour V=0.6 m/min, D <sub>m</sub> =4 g/min146  |
| Figure V-7 : (a) Evolution de la hauteur par couche $\Delta h$ (hauteur résiduelle) en fonction de V et P pour $D_m=4$ g/min : les hauteurs par couche diminuent légèrement avec P (b) Evolution du rendement massique $R_m$ en fonction de P et V pour $D_m=4$ g/min : les rendements massiques augmentent avec le rapport P/V (donc avec la taille de la zone fondue) mais sont faibles par rapport au Ti-6Al-4V |
| Figure V-8 : Comparaison du rendement massique théorique et expérimental en fonction de la largeur du bain liquide "e" pour le 316L (D <sub>m</sub> =4 g/min)  |
| Figure V-9 : Evolution de la température et de l'émissivité en fonction du temps dans une zone sonde de 0.56 mm de diamètre au centre du bain liquide : P=400 W, V=0,4 m/min et $D_m$ =4 g/min149  |
| Figure V-10 : Cartographie de température (K) dans le bain liquide en fonction de la vitesse V en cours du procédé de la FDPL : a) $0,1m/\min b$ ) $0,2m/\min c$ ) $0,4m/\min (P=400 \text{ W}, D_m=4 \text{ g/min}, \text{mesure coaxiale})150$   |
| Figure V-11 : Distribution de température T(K) dans la ZF d'un mur en 316L (V=0,4 m/min - $D_m$ = 2 g/min, poudre SM, 60 ppm O <sub>2</sub> : (a) P=320 W (b) P=400 W (c) P=500 W (d) P=600 W150   |
| Figure V-12 : Simulation thermo-hydrodynamique d'une zone fondue en 316L lors de la construction d'un mur en 316L (P=400 W, 0.4 m/min, D <sub>m</sub> =2 g/min) [MORVILLE 2012A]150  |
| Figure V-13 : Cycle thermique en un point de la surface (centre du mur) - Simulation 3D solide de la FDPL de 15 couches (P= 400 W $-$ V= 0,4 m/min $-$ D <sub>m</sub> = 2 g/min) sur (a)316L (A=0,25) (b)Ti-6Al-4V (A=0.4) : La surface de Ti-6Al-4V tend vers des températures moyennes T <sub>moy</sub> plus élevées en raison d'une absorptivité plus importante  |
| Figure V-14 : Influence de la puissance sur les états de surface des murs (V=0,1 m/min et $D_m=4g/min)$ - (a) P=200 W (b) P= 600 W. A 200 , on distingue les couches, et à 600 W, les agglomérats masquent les ménisques   |
| Figure V-15 : Profilomètrie 3D pour P= 320 W et $D_m$ = 4 g/min (a) V= 0,4 m/min et $\Delta h$ = 0,25 mm (b) V= 0.1 m/min et $\Delta h$ = 1 mm. Lorsque $\Delta h$ est importante et P faible, on arrive à distinguer les ménisques des agglomérats  |
| Figure V-16 : Présence de plaquettes d'oxyde à la surface du 316L153   |
| Figure V-17 : Images des murs élaborés avec une protection d'Argon globale (60 ppm d'O <sub>2</sub> (a)) ou locale 5000 ppm d'O <sub>2</sub> (b) (P = 400 W - V = 0.6 m/min et $D_m$ =4 g/min)   |
| Figure V-18 : Evolution de l'état de surface non filtré (l'amplitude de rugosité et la moyenne arithmétique de la rugosité) en fonction de la puissance P pour : (a) $V = 0.4$ m/min (b) $V = 0.6$ m/min   |
| Figure V-19 : Schéma explicatif de la formation des ménisques sur Ti-6Al-4V et 316L. Influence du sens de la convection thermocapillaire sur la largeur "e" des zones fondues et la hauteur des ménisques W  |

| Figure C- 1 : Mise en évidence des différentes contributions à la rugosité de surface (ménisques, agglomérats, bandes de solidification) (a) image MEB (b) image de profilomètrie 3D   |
|--|
| Figure C- 2 : (a) Evolution de l'amplitude d'ondulation $W_p$ en fonction du rapport de forme H/ $\Delta$ h (éclairement gaussien) (b) Creusement des centres de ZF et lissage des ménisques avec l'augmentation de P159   |
| Figure C-3: (a) Modèle analytique de calcul des hauteurs de ménisques (b) validation expérimentale159  |
| Figure C- 4 : (a) Apport du régime pulsé vis à vis des hauteurs de ménisques en fonction de la puissance moyenne, (b) état de surface optimal (dc= $0.84 - P = 600 \text{ W} - Ra = 4 \mu \text{m}$ )  |
| Figure C- 5 : Etats de surface optimal de murs en 316L (faible puissance en haut, puissance élevée en bas) et coupe transversale d'une zone fondue avec courbure centrale opposée à celle du Ti-6Al-4V en raison de $\gamma T = d\sigma/dT$ de signes différents |

| Figure A-1 : Etalonnage du système de projection de poudre   |
|--|
| Figure A- 2 : Courbe d'étalonnage du débit massique de poudre164   |
| Figure A-3 : Analyseur de faisceau PRIMES UFF 100 et paramètres de mesure associés166  |
| Figure A- 4 : (a) Distribution du faisceau laser 3D dans la plan défocalisé de 4.5 mm (b) distribution du faisceau laser 3D du plan focal laser  |
| Figure A- 5 : Sections de la distribution de puissance en fonction du pourcentage d'énergie laser167   |
| Figure A- 6 : (a) Distribution 2D de la densité de puissance du faisceau laser dans le plan focal laser (b) Distribution de la densité de puissance 2D du faisceau laser dans la plan défocalisé de 4.5 mm |
| Figure A-7 : Schématisation de l'interaction laser matière avant l'arrivée au bain liquide173  |
| Figure A- 8 : Géométrie du bain liquide dans le plan de travail176   |
| Figure A-9 : Evolution de la hauteur avec la vitesse pour un débit = $2 \text{ g/min}$ et un bain liquide [1/4, 3/4]177  |
| Figure A- 10 : Evolution de la taille et de la forme du bain liquide en fonction de la puissance et de la vitesse pour la poudre TLS et pour un débit de 4 g/min   |

## LISTE DES TABLEAUX

| Tableau I-1 : Récapitulatif des paramètres d'entrée et de sortie du procédé de projection laser17   |
|---|
| Tableau I-2 : Modèles analytiques de calcul des hauteurs par couche en FDPL   |
| Tableau II-1 : Débits des différents gaz en sortie de buse et vitesses fluides associées  |
| Tableau II-2 : Conditions expérimentales utilisées au cours de la thèse (P (W) puissance laser utilisée en régime continu)  |
| Tableau II-3 : Conditions expérimentales utilisées en régime pulsé  |
| Tableau II-4 : Vitesse des particules (Ti-6Al-4V) en fonction du débit du gaz porteur de poudre47   |
| Tableau II-5 : Composition de l'alliage Ti-6Al-4V selon la norme ASTM F136 [ROBERT 2007]55  |
| Tableau II-6 : Propriétés thermo-physiques du Ti-6Al-4V    56   |
| Tableau II-7 : Composition chimique de l'acier inoxydable 316L en pourcentage massique (Wilthan et al., 2007)   |
| Tableau II-8 : Propriétés thermo-physiques du 316L  |
| Tableau III-1 : Evolution de l'état d'oxydation des murs fabriqués en FDPL (P=320 W, V=0.4 m/min, 3 g/min) avec un taux d'oxygène de 500 ppm, 200 ppm et 20 ppm d'O <sub>2</sub> [GHARBI 2011B]               |
| Tableau III-2 : Résultats de l'analyse EDS des murs fabriqués par FDPL (mesure effectuée au centre de la dernière couche de chaque mur)   |
| Tableau IV-1 : Conditions expérimentales    124   |
| Tableau IV-2 : états de surface optimaux (valeurs non filtrées) obtenus avec le régime pulsé quasi-continu avec un débit massique constant $D_m=1$ g/min ( $R_m$ = rendement massique)                        |
| Tableau V-1 : Conditions expérimentales   |
| Tableau V-2 : Rappel des propriétés thermo-physiques comparées de Ti-6Al-4V et 316L (* entre 20°C et 800°C), **à 600°C (= température moyenne atteinte dans les murs au cours du procédé), ***[MILLS 2002]154 |
| Tableau V-3 : Influence des mouvements de convection sur la hauteur des ménisques à taille de ZF équivalente  |

(Ti-6Al-4V/ 316L), P=320 W - V=0.1 m/min (4 g/min (316L) ou 2 g/min (Ti-6Al-4V))......155

## LISTE DES PUBLICATIONS

#### 4 Articles dans revues scientifiques (dont 1 soumis)

• M. Gharbi, P. Peyre, C. Gorny, M. Carin, S. Morville, D. Carron, P. Le Masson, T. Malot et R. Fabbro, Influence of various process conditions on surface finishes induced by the direct metal deposition laser technique on a Ti-6Al-4V alloy, *Journal of Materials Processing technology*, Vol 213 Issue 5 pages 791-800, may 2013

• P. Peyre, M. Gharbi, C. Gorny, M. Carin, S. Morville, D. Carron, P. Le Masson et R. Fabbro, Surface finish issues after direct metal deposition, Materials Science Forums vols. 706-709, 2012, pp.228-233

• S. Morville, M. Carin, P. Peyre, M. Gharbi, D. Carron, P. Le Masson, R. Fabbro, 2D longitudinal modeling of heat transfer and fluid flow during multilayered direct laser metal deposition process, Journal of laser Applications volume 24, issue 3, 032008-032008-9 doi : 10.2351/1.4726445 ISSN : 1042346X

• M. Gharbi, P. Peyre, C. Gorny, M. Carin, S. Morville, D. Carron, P. Le Masson, T. Malot et R. Fabbro, Influence of a pulsed laser regime on surface finishes induced by the direct metal deposition process on a Ti64 alloy, Journal of Materials Processing Technology, (soumis), 2013

#### 5 Conférences internationales (dont 1 présentation)

• P. Peyre, M. Gharbi, C. Gorny, M. Carin, S. Morville, D. Carron, P. Le Masson, T. Malot et R. Fabbro, Surface finish issues after direct metal deposition, Proc. THERMEC 2011 conference, August 1-5 2011, Quebec, Canada

• <u>M. Gharbi</u>, P. Peyre, C. Gorny, R. Fabbro, S. Morville, M. Carin, T. Malot, *ICALEO 2011*, Influence of process conditions on surface finishes obtained with the Direct Metal Deposition laser technique, October 23-27 2011, Orlando (FL), USA

• S. Morville, M. Carin, M. Muller, M. Gharbi, P. Peyre, D. Carron, P. Le Masson et R. Fabbro, 2D axialsymmetric model for fluid flow and heat transfer in the melting and resolidification of a vertical cylinder, *Comsol conference 2010*, November 17-19 2010, Paris, France

• S. Morville, M. Carin, D. Carron, P. Le Masson, P. Peyre, M. Gharbi, C. Gorny et R. Fabbro, 2D finite element modeling of heat transfer and fluid flow during multi layered DMD laser process, *ICALEO 2011*, October 23-27 2011, Orlando (FL), USA

• S. Morville, M. Carin, M. Muller, M. Gharbi, P. Peyre, D. Carron, P. Le Masson et R. Fabbro, Numerical Modeling of Powder Flow during Coaxial Laser Direct Metal Deposition – Comparison between Ti-6Al-4V Alloy and Stainless Steel 316L, Comsol conference 2012, Octobre 10-12, Milan, Italie Conférence ou colloques nationaux (8 colloques nationaux, avec 3 présentations)

• <u>M. Gharbi</u>, P. Peyre, C. Gorny, R. Fabbro, M. Carin, S. Morville, D. Carron et P. Le Masson, Fabrication directe par projection laser : problèmes d'états de surface et solutions expérimentales, *colloque PMF 2011*, 25-27 mai 2011, Saint-Etienne, France

• <u>M. Gharbi</u>, P. Peyre, C. Gorny, R. Fabbro, M. Muller, M. Carin, S. Morville, D. Carron et P. Le Masson, Etude thermique des bains liquides et influence sur l'état de surface des pièces fabriquées par le procédé de Fabrication Directe par Projection Laser (FDPL), Congrès *SFT 2012*, 29 mai – 1 juin 2012, Bordeaux, France

• <u>M. Gharbi</u>, P. Peyre, C. Gorny, R. Fabbro, M. Carin, S. Morville, D. Carron et P. Le Masson, Etats de surface obtenus en fabrication directe par projection laser : Influence de la distribution de puissance et du régime d'interaction (pulsé, continu), Congrès *Laserap* 7 2012, 1 – 5 octobre 2012, Ile d'Oléron, France

• S. Morville, M. Carin, P. Peyre, M. Gharbi, P. Le Masson, D. Carron et R. Fabbro, Modélisation thermohydraulique des bains fondus – application à la fabrication directe par projection laser, Journées SF2M Grand Ouest, 3-5 avril 2012, Saint-Nazaire, France

• S. Morville, M. Carin, P. Le Masson, D. Carron, M. Gharbi, P. Peyre, C. Gorny et R. Fabbro, Modélisation thermohydraulique 2D d'un procédé de fabrication directe par projection laser, *colloque PMF 2011*, 25-27 mai 2011, Saint-Etienne, France

• S. Morville, M. Carin, P. Le Masson, D. Carron, P. Peyre, M. Gharbi et R. Fabbro, Amélioration de l'état de surface des pièces obtenues en fabrication directe par projection laser à l'aide d'un modèle numérique thermohydraulique 2D, *Congrès SFT 2012*, 29 mai – 1 juin 2012, Bordeaux, France

• S. Morville, M. Carin, D. Carron, P. Le Masson, P. Peyre, M. Gharbi, C. Gorny et R. Fabbro, Modélisation thermohydraulique 2D transitoire d'un procédé de Fabrication Directe par Projection Laser multicouche, 1ère journée ED SICMA, 6 septembre 2011, Brest, France

• S. Morville, M. Carin, P. Peyre, M. Gharbi, D. Carron, P. Le Masson et R. Fabbro, Modélisation thermohydraulique du procédé de Fabrication Directe par Projection Laser – Comparaison entre un alliage de titane Ti-6A1-4V et un acier inoxydable 316L Congrès Laserap 7 2012, 1 – 5 octobre 2012, Ile d'Oléron, France

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

[AHSAN 2011] M Naveed Ahsan et Andrew J Pinkerton. *An analytical - numerical model of laser direct metal deposition track and microstructure formation*. 2011.

[AIRLIQUIDE 2013] AirLiquide. http://encyclopedia.airliquide.com/encyclopedia.asp?GasID=3&CountryID=19&Lang uageID=2, 02 2013.

[ALIMARDANI 2007] Masoud Alimardani, Ehsan Toyserkani et Jan P. Huissoon. A 3D dynamic numerical approach for temperature and thermal stress distributions in multilayer laser solid freeform fabrication process. Optics and Lasers in Engineering, vol. 45, no. 12, pages 1115 – 1130, 2007.

[ALIMARDANI 2010] Masoud Alimardani, Vahid Fallah, Amir Khajepour et Ehsan Toyserkani. *The effect of localized dynamic surface preheating in laser cladding of Stellite 1*. 2010.

[ALIMARDANI 2012] Masoud Alimardani, Vahid Fallah, Mehrdad Iravani-Tabrizipour et Amir Khajepour. *Surface finish in laser solid freeform fabrication of an AISI 303L stainless steel thin wall*. Journal of Materials Processing Technology, vol. 212, no. 1, pages 113 – 119, 2012.

[ANCA 2009] A. Anca, P. Fachinotti et A. Cardona. *Finite element modeling of shape metal deposition*. Mecanica Computacional, vol. XXVIII, pages 3011 – 3035, 2009.

[BABU 1990] V. Babu, S.A. Korpela et N. Ramanan. *Flow and temp fields in weld pool formed by moving LASER*. Journal of Applied Physics, vol. 9, pages 3990–3998, 1990.

[BECKERMANN 1988] C. Beckermann et R. Viskanta. *Double-diffusive convection during dendritic solidification of a binary mixture*. Metallurgical and Materials Transactions, 1988.

[BECKERMANN 1996] C. Beckermann et C.Y. Wang. *Equiaxed dentritic solidification with convection : Part III comparision with NH4Cl-H2O experiements*. Metallurgical and Materials Transactions, vol. 27, pages 2784–2795, 1996.

[BERJEZA 1998] N.A. Berjeza et N.I. Misuchenko. *computational modeling of heat-mass transfer near the liquid solid interface during rapid solidification of binary metal alloys under laser treatment*. Canadien Metallurgical Quarterly, vol. 37(3-4), pages 313–321, 1998.

[BERTHIER 2010] Anne Berthier, M. Carin, S. Pellerin, F. Valensi et Pascal Paillard. *Physical and chemical mechanisms occurring during A-TIG welding: comparison between experimental investigations and simulations*. Materials Science Forum, vol. 638 - 642, 2010.

[BEVINGTON 2003] P. Bevington et K. Robinson. Data reduction and error analysis for the physical sciences. 2003.

[BOISSELIER 2011] D. Boisselier et S. Sankare. Influence of Powder Characteristics in Additive Laser manufacturing of Ss316L metallic Parts. (1709). In ICALEO, 2011.

[BOIVINEAU 2006] M. Boivineau, C. Cagran, D. Doytier, V. Eyraud, M. Nadal, B. Wilthan et G. Pottlacher. *Thermophysical Properties of Solid and Liquid Ti-6Al-4V (TA6V) Alloy.* International Journal of Thermophysics, vol. 27, pages 507–529, 2006.

#### **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

[BONTHA 2006a] S. Bontha. *The effect of process variables on microstructure in laser-deposited materials.* PhD thesis, Wright State University (USA), 2006.

[BONTHA 2006b] Srikanth Bontha, Nathan W. Klingbeil, Pamela A. Kobryn et Hamish L. Fraser. *Thermal process maps for predicting solidification microstructure in laser fabrication of thin-wall structures*. Journal of Materials Processing Technology, vol. 178, pages 135–142, 2006.

[BOYER 1996] R.R. Boyer. An overview on the use of titanium in the aerospace industry. Materials Science and Engineering : A, vol. 213, no. 102, pages 103 – 114, 1996. International Symposium on Metallurgy and Technology of Titanium Alloys.

[BRANDL 2011]E. Brandl et Palm F. et al. *Mechanical properties of additive manufactured titanium (Ti-6Al-4V)* blocks deposited by a solid-state laser and wire. 2011.

[BROIHANNE 1995] G. Broihanne. *Fonderie et moulage du titane et des alliages de titane*, . Techniques de l'Ingenieur, vol. M 825, 1995.

[CARBONI 2002] C. Carboni, P. Peyre, G. Beranger et C. Lemaitre. *Influence of high power diode laser surface melting on the pitting corrosion resistance of type 316L stainless steel*. Journal of Materials Science, vol. 37, pages 3715–3723, 2002.

[CEZAIRLIYAN 1971] A. Cezairliyan. *High-speed (subsecond) Measurement of Heat-capacity, Electrical Resistivity, and Thermal-radiation Properties of Niobium in Range 1500 To 2700 K.* Journal of Research of the National Bureau of Standards Section A-physics and Chemistry, vol. A75 Issue 6, pages 565–&, 1971.

[CEZAIRLIYAN 1992] A. Cezairliyan et A.P. Miiller. *Radiance Temperatures (in the Wavelength Range 522-906nm) of Niobium at Its Melting-point by a Pulse-heating Technique*. 2nd Workshop On Subsecond Thermophysics (Cnr, Ist Metrol Gustavo Colonnetti, Torino, Italy), vol. 13 Issue 1, pages 39–55, 1992.

[CHAN 1988] C.L. Chan, J. Mazumder et M.M. Chen. *effect of surface tensioon gradient driven convection in a laser melt pool : three dimensional perturbation Model*. Journal of Applied Physics, vol. 64(11), pages 6166–6174, 1988.

[CHANDE 1984] T. Chande et J. Mazunder. *Estimating efeffect of processing conditions and variable properties upon pool shape, cooling rates, and absorption coefficient in laser welding*. Journal of Applied Physics, vol. 56 (7), pages 1981–1986, 1984.

[CHEIKH 2012] H.El Cheikh. Fabrication directe par laser. Analyse experimentale de depots d'acier 316L sur acier bas carbone. Modellisation et simulation de geometrie des depots et des champs thermiques induits. PhD thesis, Universite de Nantes, 2012.

[CHOI 2005] J. Choi, L. Han et Y. Hua. *Modeling and Experiments of Laser Cladding With Droplet Injection*. Journal of Heat Transfer, vol. 127, no. 9, pages 978–986, 2005.

[CRETEIL 2012] Cour creteil. *http://www.ac-creteil.fr/lycees/94/ebranlycreteil/cours/techno/html/rugosite00.htm*. 2012.

[DEN BOSCH 2009] J. Van den Bosch et A. Almazouzi. *Compatibility of martensitic/austenitic steel welds with liquid lead bismuth eutectic environment*. Journal of Nuclear Materials, vol. 385, no. 3, pages 504 – 509, 2009.

[DEPRADEUX 2003] L. Depradeux. *Simulation numerique du soudage-Acier 316L. Validation sur cas tests de complexite croissante.* PhD thesis, INSA Lyon, 2003.

[EHLEN 1998] G. Ehlen, A. schweizer, A. Ludwig et P.R. Sahm. *Macroscopic modeling of Marangoni Flow and Solute redistribution During Laser Welding of Steel.* modeling of casting, welding and advanced solidification process, vol. VII, pages 289–296, 1998.

[EHLEN 2003] G. Ehlen, A. Ludwig et P.R. Sham. *Simulation of time dependent pool shape during laser spot welding: transient effects*. Metallurgical ans Materials Transactions A, vol. 34A, pages 2947–2961, 2003.

[EINSTEIN 1917] A. Einstein. Quantum theory of radiation and atomic processes. Physikalische Zeitschrift, 1917.

[EMMELMANN 2009] C. Emmelmann et M. Munsch. *Laser freeform fabrication of porous network structures for dental application*. In Actes de la 5eme conference WLT on Lasers In manufacturing (LIM), Munich, June 2009.

[FABBRO 2010] Remy Fabbro. Interaction laser-matiere. 2010.

[FATHI 2006] Alireza Fathi, Ehsan Toyserkani, Amir Khajepour et Mohammad Durali. *Prediction of melt pool depth and dilution in laser powder deposition*. Journal of Physics D: Applied Physics, vol. 39, no. 12, page 2613, 2006.

[FOROOZMEHR 2009] Ehsan Foroozmehr et Radovan Kovacevic. *Thermokinetic Modeling of Phase Transformation in the Laser Powder Deposition Process*. Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 40, pages 1935–1943, 2009.

[FRENK 1997] A. Frenk, M. Vandyoussefi, J.-D. Wagniere, W. Kurz et A. Zryd. *Analysis of the laser-cladding process for stellite on steel*. Metallurgical and Materials Transactions B, vol. 28, pages 501–508, 1997.

[FU 2002] Yunchang Fu, A. Loredo, B. Martin et A.B. Vannes. *A theoretical model for laser and powder particles interaction during laser cladding*. Journal of Materials Processing Technology, vol. 128, pages 106 – 112, 2002.

[GAO 2007] S.Y. GAO et Al. *Research on laser direct deposition process of Ti-6Al-4V alloy*. Acta Metall. Sin., vol. 20, pages 171–180, 2007.

[GELAS 1976] B. Gelas, M. Armand, L. Seraphin et Tricot R. *Titane et alliages de titane*. technique de l'ingenieur, 1976.

[GHARBI 2011a] M. Gharbi, P. Peyre, C. Gorny, R. Fabbro, M. Carin, S. Morville, D. Carron et P. Le Masson. *Fabrication directe par projection laser : problemes dâ* $\in$ <sup>TM</sup>*etats de surface et solutions experimentales*. In Conference PMF (St Etienne), Mai 2011.

[GHARBI 2011b] M. Gharbi, P. Peyre, C. Gorny, R. Fabbroand S. Morville, M. Carin et T. Malot. Influence of process conditions on surface finishes obtained with the Direct Metal Deposition laser technique. In ICALEO 2011, October 23-27 2011.

[GHARBI 2012a] M. Gharbi, P. Peyre, C. Gorny, R. Fabbro, M. Carin, S. Morville, D. Carron et P. Le Masson. *Etats de surface obtenus en fabrication directe par projection laser : Influence de la distribution de puissance et du regime d interaction (pulse, continu)*. In Congres Laserap 7 2012, 1 - 5 octobre 2012.

[GHARBI 2012b] M. Gharbi, P. Peyre, C. Gorny, R. Fabbro, M. Muller, M. Carin, S. Morville, D. Carron et P. Le Masson. *Etude thermique des bains liquides et influence sur l etat de surface des pieces fabriquees par le procede de Fabrication Directe par Projection Laser (FDPL)*. In Congres SFT 2012, 29 mai - 1 juin 2012.

[GHARBI 2013a] M. Gharbi, P. Peyre, C. Gorny, M. Carin, S. Morville, D. Carron, P. Le Masson et R. Fabbro. *Influence of a pulsed laser regime on surface finishes induced by the direct metal deposition process on a Ti64 alloy.* Journal of Materials Processing Technology, page (soumis), 2013.

[GHARBI 2013b] Myriam Gharbi, Patrice Peyre, Cyril Gorny, Muriel Carin, Simon Morville, Philippe Le Masson, Denis Carron et Remy Fabbro. *Influence of various process conditions on surface finishes induced by the direct metal deposition laser technique on a Ti-6Al-4V alloy.* Journal of materials processing technology, vol. 213 Isuue 5, pages 791–800, 2013.

[GHOSH 2005] Choi J. Ghosh S. *Three-dimensional transient finite element analysis for residual stresses in the laser aided direct metal/material deposition process.* Journal of Laser Applications, 2005.

[GUO 2005] Z. Guo, S. Malinov et W. Sha. *Modelling beta transus temperature of titanium alloys using artificial neural network*. Computational Materials Science, vol. 32, no. 1, pages 1 – 12, 2005.

[GUYON 2001] E. Guyon, JP. Hulin et Petit L. Hydrodynamique physique. 2001.

[HAN 2004] L. Han, K.M. Phatak et F.W. Liou. *Modeling of laser cladding with powder injection*. Metallurgical and Materials Transactions B, vol. 35, pages 1139–1150, 2004.

[HAUFFE 1965] K. Hauffe. Oxidation of metals. 1965.

[HE 2007] X. He et J. Mazumder. *Transport phenomena during direct metal deposition*. Journal of Applied Physics, vol. Vol. 101 Issue 5, pages 053113 – 9, 2007.

[HOADLEY 1991] A.F.A. Hoadley, M. Rappaz et M. Zimmermann. *Heat-flow simulation of laser remelting with experimenting validation*. Metallurgical Transactions B, vol. 22, pages 101–109, 1991.

[HOADLEY 1992] A.F.A. Hoadley et M. Rappaz. *A thermal model of laser cladding by powder injection*. Metallurgical Transactions B, vol. 23, pages 631–642, 1992.

[HOFMEISTER 2001] William Hofmeister et Michelle Griffith. *Solidification in direct metal deposition by LENS processing*. JOM, vol. 53, pages 30–34, 2001.

[HOPKINSON 2006] N. Hopkinson, R. J. M. Hague et P. M. Dickens. Rapid manufacturing: an industrial revolution for a digital age. 2006.

[IBARRA-MEDINA 2010] Juansethi Ibarra-Medina et Andrew J. Pinkerton. *A CFD model of the laser, coaxial powder stream and substrate interaction in laser cladding*. Physics Procedia, vol. 5, Part B, pages 337 – 346, 2010.

[JOUVARD 1997a] J-.M. Jouvard, D. F. Grevey, F. Lemoine et Vannes A. B. *Continuous wave Nd:YAG laser cladding modeling: A physical study of track creation during low power processing.* 1997.

[JOUVARD 1997b] J.M. Jouvard, D. Grevey, F. Lemoine et A.B. VANNES. *Depots par projection de poudre dans un faisceau laser Nd:YAG : cas des faibles puissances.* Journal de Physique III, 1997.

[JOUVARD 2001] J M Jouvard, K Girard et O Perret. *Keyhole formation and power deposition in Nd:YAG laser spot welding*. Journal of Physics D: Applied Physics, vol. 34, no. 18, page 2894, 2001.

[JULIEN 2008] Da Costa Teixeira Julien, Appolaire Benoit, Aeby-Gautier Elisabeth, Denis Sabine et Haricher Ludovic. *Modeling of the phase transformations in near-[beta] titanium alloys during the cooling after forging*. Computational Materials Science, vol. 42, no. 2, pages 266–280, 2008.

[KAHVECI 1986] A.I. Kahveci. *Effect of oxygen on the hardness and alpha/beta phase ratio pf Ti-6Al-4V alloy.* Scripta Metallurgica, vol. 20, pages 1287–1290, 1986.

[KELLY 2004a] Shawn Michael Kelly. *Thermal and Microstructure Modeling of Metal Deposition Processes with Application to Ti-6Al-4V*. PhD thesis, Virginia Polytechnic Institute and State University, 2004.

[KELLY 2004b] S.M. Kelly et S.L. Kampe. *Microstructural evolution in laser-deposited multilayer Ti-6Al-4V builds: Part II. Thermal modeling.* Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 35, pages 1869–1879, 2004.

[KIM 1975] C.S Kim. Thermophysical properties of stainless steels. 1975.

[KONG 2010] Fanrong Kong et Radovan Kovacevic. *Modeling of Heat Transfer and Fluid Flow in the Laser Multilayered Cladding Process*. Metallurgical and Materials Transactions, vol. B, Volume 41, Issue 6, pages 1310–1320, 2010.

[KOVALEV 2011] O. Kovalev, A. Zaitsev, D. Novichenko et I. Smurov. *Theoretical and Experimental Investigation of Gas Flows, Powder Transport and Heating in Coaxial Laser Direct Metal Deposition (DMD) Process.* Journal of Thermal Spray Technology, vol. 20, Number 3, March, pages 465–478(14), 2011.

[KOVALEVA 2011a] I. O. Kovaleva et O. B. Kovalev. *Simulation of Light-Propulsion Acceleration of Powder Particles for Laser Direct Metal Deposition*. Lasers In Manufacturing 2011: Proceedings of the Sixth International WIt Conference On Lasers In Manufacturing, vol. 12, 2011.

[KOVALEVA 2011b] I.O. Kovaleva et O.B. Kovalev. *Simulation of Light-Propulsion Acceleration of Powder Particles for Laser Direct Metal Deposition*. Physics Procedia, vol. 12, Part A, pages 285 – 295, 2011.

[KRUTH 2008] J.-P. Kruth, G. Levy, T. Schindel R. and Craeghs et E. Yasa. *Consolidation of Polymer Powders by Selective Laser Sintering*. 2008.

[KUBASCHEWSKI 1962] O. Kubaschewski et B.E. Hopkins. Oxidation of metals and alloys. 1962.

[KULKARNI 1996] Prashant Kulkarni et Debasish Dutta. *An accurate slicing procedure for layered manufacturing*. Computer-Aided Design, vol. 28, no. 9, pages 683 – 697, 1996.

[KUMAR 2006] Subrata Kumar et Subhransu Roy. *Development of theoretical process maps to study the role of powder preheating in laser cladding*. Computational Materials Science, vol. 37, no. 4, pages 425 – 433, 2006.

[KUMAR 2009] Amitesh Kumar et Subhransu Roy. *Effect of three-dimensional melt pool convection on process characteristics during laser cladding*. Computational Materials Science, vol. 46, no. 2, pages 495 – 506, 2009.

[KUMAR 2012] Atul Kumar, C. P. Paul, P. Pathak A. K.and Bhargava et L. M. Kukreja. A finer modeling approach for numerically predicting single track geometry in two dimensions during Laser Rapid Manufacturing. Optics and Laser Technology, vol. Volume 44, pages Issue 3, p. 555–565., 2012.

[KUMARA 2008] S. Kumara, S. Royb, C. P. Paulc et A. K. Nathb. *Three-Dimensional Conduction Heat Transfer Model for Laser Cladding Process*. Numerical Heat Transfer, vol. 53, Issue 3, pages 271–287, 2008.

[LABUDOVIC 2003] M. Labudovic, D. Hu et R. Kovacevic. *A three dimensional model for direct laser metal powder deposition and rapid prototyping*. Journal of Materials Science, vol. 38, pages 35–49, 2003.

[LAURENS 1997] P. Laurens, C. Dubouchet et D. Kechemair. Les traitements de surface par laser, 1997.

[LAVISSE 2003]L. Lavisse, C. langlade et P. Berger. Elaboration assistee a l'aide d'un laser impulsionnel et analyses d'oxydes de titane : condition de traitements et phenomenologie de l'oxynitruration du titane. Numeéro vol. 1 de Colectia "Tehnologie". Ed. Politehnica, 2003.

[LAVISSE 2007]L. Lavisse, G. Pillon, M.C. Sahour, C. Marco de Lucas, Ph. Naudy, J.M. Jouvard et D.D.G. Grevey. Fonctionnalisation des surfaces a l'aide de faisceaux lasers. Numeéro vol. 2 de LASERAP' 6 : Séminaire européen recherche - industrie : la maison du Beuvray 1-5 octobre 2007. Edition politehnica, 2007.

[LEE 1990] Y.T. et al. LEE. Young s modulus and damping of Ti-6Al-4V alloy as a function of heat treatment and oxygen concentration. Materials Science and Engineering, vol. A128, pages 77–89, 1990.

[LEMOINE 1993] F. Lemoine, D. Grevey, I. Vastra-Bobin et A. Vannes. *Modellisation de la section de deepots obtenus par fusion d une poudre metallique projetee dans un faisceau laser Nd-YAG*. Journal de Physique III 3, pages 2043 – 2052, 1993.

[LI 2007] Wen-Ya Li, Hanlin Liao, G. Douchy et C. Coddet. *Optimal design of a cold spray nozzle by numerical analysis of particle velocity and experimental validation with 316L stainless steel powder*. Materials & amp; Design, vol. 28, no. 7, pages 2129 – 2137, 2007.

[LIN 1999a] Jehnming Lin. *Concentration mode of the powder stream in coaxial laser cladding*. Optics & amp; Laser Technology, vol. 31, no. 3, pages 251 – 257, 1999.

[LIN 1999b] Jehnming Lin. *Temperature analysis of the powder streams in coaxial laser cladding*. Optics & amp; Laser Technology, vol. 31, no. 8, pages 565 – 570, 1999.

[LIU 1988] Z. LIU et al. *Literature survey on diffusivities of oxygen, aluminium, and vanadium in aplha titanium, beta titanium, and in rutile.* Metallurgical Transactions, vol. Vol.19A, page 1121, 1988.

[LIU 2004] Jichang Liu et Lijun Li. *In-time motion adjustment in laser cladding manufacturing process for improving dimensional accuracy and surface finish of the formed part*. Optics & Laser Technology, vol. 36, no. 6, pages 477 – 483, 2004.

[LIU 2005a] Jichang Liu et Lijun Li. *Effects of powder concentration distribution on fabrication of thin-wall parts in coaxial laser cladding*. Optics & amp; Laser Technology, vol. 37, no. 4, pages 287 – 292, 2005.

[LIU 2005b] Jichang Liu, Lijun Li, Yuanzhong Zhang et Xiaozhu Xie. *Attenuation of laser power of a focused Gaussian beam during interaction between a laser and powder in coaxial laser cladding*. Journal of Physics D: Applied Physics, vol. 38, no. 10, page 1546, 2005.

[LONGUET 2006] A. Longuet, Colin Christian, QUILICI Stephane et Cailletaud Georges. Modellisation de la fabrication directe de pieces par projection laser. ENSMP MAT and Centre des materiaux, 2006. Extr. de : 2006, 13-17 novembre 2006, Dijon, France.

[MAIMAN 1960] T.H. Maiman. Stimulated optical radiation in ruby. 1960.

[MAISONNEUVE 2006] Julie Maisonneuve, Christophe Colin, Yves Bienvenu et Pascal Aubry. *Etude des phenomenes thermiques associes a la fabrication directe de pieces en TA6V par projection laser*. In MATERIAUX 2006, page 12 p., Dijon, France, 2006. xx.

[MAISONNEUVE 2008] Julie Maisonneuve. Fabricat ion directe de pieces aeronautiques en TA6V Etenin718 : Projection laser et fusion selective par laser. PhD thesis, Centre des Materiaux - Ecole des Mines de Paris, 2008.

[MAJHI 1999] Jayanth Majhi, Ravi Janardan, Michiel Smid et Prosenjit Gupta. *On some geometric optimization problems in layered manufacturing*. Computational Geometry, vol. 12, pages 219 – 239, 1999.

[MALINOV 2000] S Malinov, W Sha et Z Guo. *Application of artificial neural network for prediction of time-temperature-transformation diagrams in titanium alloys*. Materials Science and Engineering: A, vol. 283, pages 1 – 10, 2000.

[MALINOV 2001] S. Malinov, Z. Guo, W. Sha et A. Wilson. *Differential scanning calorimetry study and computer modeling of*  $\beta$ +  $\alpha$  *phase transformation in a Ti-6Al-4V alloy*. Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 32, pages 879–887, 2001.

[MANVATKAR 2011] V.D. Manvatkar, A.A. Gokhale, G. Jagan Reddy, A. Venkataramana et A. De. *Estimation of Melt Pool Dimensions, Thermal Cycle, and Hardness Distribution in the Laser-Engineered Net Shaping Process of Austenitic Stainless Steel.* Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 42, pages 4080–4087, 2011.

[MATSUNAWA 1982] A. Matsunawa. Role of surface tensions in fusion welding (part 3) : hydrodynamic effects. Transactions of JWRI, pages 147–156, 1982.

[MATSUNAWA 1984] A. Matsunawa. Role of surface tensions in fusion welding (part 3): hydrodynamic effects. 1984.

[MAZUMDER 2000] J. Mazumder, D. Dutta, N. Kikuchi et A. Ghosh. *Closed loop direct metal deposition: art to part*. Optics and Lasers in Engineering, vol. 34, pages 397–414, 2000.

[MCCLURE 1997] J.L. McClure et A. Cezairliyance. *Radiance Temperatures (in The Wavelength Range 525 to 906 Nm) of Vanadium at Its Melting Point by a Pulse-heating Technique*. International Journal of Thermophysics, vol. 18 Issue 1, pages 291–302, 1997.

[MEDALE 2008] M. MEDALE, XHAARD Charline et FABBRO Remy. *A thermo-hydraulic numerical model to study spot laser welding*. Comptes Rendus Mecanique, vol. 335, pages 280 – 286, 2008.

[MENG 2010] T. Meng. Factors influencing the fluid flow and heat transfer in electron beam melting of Ti-6Al-4V. 2010.

[MILLS 2002] K.C mills. Recommended values of thermophysical properties for selected commercial alloys. Woodhead Publishing, 2002.

[MOKADEM 2004] Selim Mokadem. *Epitaxial laser treatment of single crystal nickel-base superalloys*. PhD thesis, Lausanne : EPFL, 2004.

[MORVILLE 2011a] S. Morville, M Carin, M Gharbi, P Peyre, D. Carron, P. Le Masson et R Fabbro. *Modellisation thermo-hydraulique 2D d un procede de fabrication directe par projection laser*. In Conférence PMF (St Etienne), Mai 2011.

[MORVILLE 2011b] S. Morville, M. Carin, P. Le Masson, D. Carron, M. Gharbi, P. Peyre, C. Gorny et R. Fabbro. *Modellisation thermohydraulique 2D dun procede de fabrication directe par projection laser*. In colloque PMF 2011, 25-27 mai 2011.

[MORVILLE 2012a] S. Morville. *Modelisation numerique du procede de fabrication directe par projection laser*. PhD thesis, universite de bretagne-SUD, 2012.

[MORVILLE 2012b] S. Morville, M Carin, M Gharbi, P Peyre, D. Carron, P. Le Masson et R Fabbro. 2D longitudinal modeling of heat transfer and fluid flow during mumultilayer direct laser metal deposition process. Journal of Laser Applications, vol. 24, 2012.

[MORVILLE 2012c] S. Morville, M. Carin, P. Le Masson, D. Carron, P. Peyre, M. Gharbi et R. Fabbro. *Amelioration de l etat de surface des pieces obtenues en fabrication directe par projection laser a l aide d un modele numerique thermohydraulique 2D*. In Congres SFT 2012, 29 mai - 1 juin 2012.

[MORVILLE 2012d] S. Morville, M. Carin, M. Muller, M. Gharbi, P. Peyre, D. Carron, P. Le Masson et R. Fabbro. *Numerical Modeling of Powder Flow during Coaxial Laser Direct Metal Deposition - Comparison between Ti-6Al-4V Alloy and Stainless Steel 316L.* In Comsol conference, Octobre 2012.

[MORVILLE 2012e] S. Morville, M. Carin, P. Peyre, M. Gharbi, D. Carron, P. Le Masson et R. Fabbro. Modelisation thermohydraulique du procede de Fabrication Directe par Projection Laser - Comparaison entre un alliage de titane Ti-6Al-4V et un acier inoxydable 316L. In Congres Laserap 7 2012, 1 - 5 octobre 2012.

[MORVILLE 2012f] S. Morville, P. Peyre M. Carin and, M. Gharbi, P. Le Masson, D. Carron et R. Fabbro. *Modellisation thermohydraulique des bains fondus - application a la fabrication directe par projection laser*. In Journees SF2M Grand Ouest, 3-5 avril 2012.

[MULLER 2012] M. Muller, R. Fabbro, H. El-Rabii et K. Hirano. *Temperature Measurement of Laser Heated Metals in Highly Oxidizing Environment using 2D Single-Band and Spectral Pyrometry*. Journal of Laser Applications, vol. 24 Issue 2, 2012.

[MULLER 2013] Maryse Muller. *Etude du processus d'initiation par laser de la combustion d'un allige metallique sous atmosphere d'oxygene*. PhD thesis, Ecole nationale superieur de mecanique et d'aeronautique, 2013.

[NETO 2002] O. O. Diniz Neto et R. Vilar. *Physicalâ*  $\in$  "computational model to describe the interaction between a laser beam and a powder jet in laser surface processing. Journal of Laser Applications, 2002.

[NOVICHENKO 2011] D. Novichenko, A. Marants, L. Thivillon, P. Bertrand et I. Smurov. *Metal Matrix Composite Material by Direct Metal Deposition*. Lasers In Manufacturing 2011: Proceedings of the Sixth International WIt Conference On Lasers In Manufacturing, Vol 12, Pt A, vol. 12, pages 296 – 302, 2011.

[OSTHOLT 2009] R. Ostholt, E. Willenbord et Wissenbach K. *Laser polishing of metallic freeform surfaces*. In Actes de la 5eme conference WLT on Lasers In manufacturing (LIM), a munich, June 2009.

[PAN 2005] Heng Pan et Frank Liou. *Numerical simulation of metallic powder flow in a coaxial nozzle for the laser aided deposition process*. Journal of Materials Processing Technology, vol. 168, no. 2, pages 230 – 244, 2005.

[PARTES 2009] Knut Partes. Analytical model of the catchment efficiency in high speed laser cladding. Surface and Coatings Technology, vol. 204, no. 3, pages 366 – 371, 2009.

[PATANKAR 2001] S.N. PATANKAR. *Influence of alpha casing on superplastic deformation of Ti-6Al-4V*. Journal of Engineering Materials and Technology, vol. 123, page 144, 2001.

[PEYRE 2008] P Peyre, P Aubry, R Fabbro, R Neveu et A Longuet. *Analytical and numerical modelling of the direct metal deposition laser process*. Journal of Physics D: Applied Physics, vol. 41, no. 2, page 025403, 2008.

[PEYRE 2011] P. Peyre, M. Gharbi, C. Gorny, M. Carin, S. Morville, D. Carron, P. Le Masson et R. Fabbro. *Surface finish issues after direct metal deposition*. In Proc. THERMEC 2011 conference, Quebec, Canada, August 1-5 2011.

[PEYRE 2012a] P Peyre. Traitements de surface par laser et tenue a la corrosion aqueuse. Techniques de l'Ingenieur, 2012.

[PEYRE 2012b] P. Peyre, M. Gharbi, C. Gorny, M. Carin, S. Morville, D. Carron, P. Le Masson et R. Fabbro. *Surface finish issues after direct metal deposition*. Materials Science Forums, vol. 706-709, pages 228–233, 2012.

[PI 2011] Gang Pi, Anfeng Zhang, Gangxian Zhu, Dichen Li et Bingheng Lu. *Research on the forming process of three-dimensional metal parts fabricated by laser direct metal forming*. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, vol. 57, pages 841–847, 2011.

[PICASSO 1991]M. Picasso et A.F.A. Hoadley. *the influence of convection in the laser cladding process*. Numerical methods in thermal problems, vol. 7(VII), pages 199–210, 1991.
[PICASSO 1994a] M. Picasso et A.F.A. Hoadley. *Finite element simulation of laser surface treatments including convection in the melt pool.* International Journal of Numerical Methods for Heat & Fluid Flow, vol. 4, pages 61–83, 1994.

[PICASSO 1994b] M. Picasso, C.F. Marsden, J.D. Wagniere, A. Frenk et M. Rappaz. *A simple but realistic model for laser cladding*. Metallurgical and Materials Transactions B, vol. 25, pages 281–291, 1994.

[PINKERTON 2003] Andrew J. Pinkerton et Lin Li. *An investigation of the effect of pulse frequency in laser multiple-layer cladding of stainless steel*. Applied Surface Science, vol. 208-209, pages 405 – 410, 2003.

[PINKERTON 2004] Andrew J. Pinkerton et Lin Li. *The significance of deposition point standoff variations in multiple-layer coaxial laser cladding (coaxial cladding standoff effects)*. International Journal of Machine Tools and Manufacture, vol. 44, no. 6, pages 573 – 584, 2004.

[PINKERTON 2005] A. J. Pinkerton et L. Li. *Multiple-layer laser deposition of steel components using gasand water-atomised powders: the differences and the mechanisms leading to them*. Applied Surface Science, vol. 247, no. 1-4, page European Mat Res Soc, Juillet 2005.

[PINKERTON 2007] Andrew J Pinkerton. *An analytical model of beam attenuation and powder heating during coaxial laser direct metal deposition*. Journal of Physics D: Applied Physics, vol. 40, no. 23, page 7323, 2007.

[PITT 2004] F. PITT. *Influence of grain size and microstrcuture on oxydation rates in titanium alloy Ti-6Al-4V under superplastic forming conditions.* Journal of Materials Engineering and Performance, vol. 3 (6), page 727, 2004.

[POTTLACHER 2007] G. Pottlacher, T. Hupf, B. Wilthan et C. Cagran. *Thermophysical Data of Liquid Vanadium*. Thermochimica Acta, vol. 461 Issue 1-2, pages 88–95, sept 2007.

[PRASAD 2001] Y.V.R.K. Prasad et al. Influence of oxygen content on the forging response of equiaxed  $(\hat{I}\pm+\hat{I}^2)$  preform of Ti-6Al-4V: commercial vs. ELI grade. Journal of Materials Processing Technology, vol. A34, pages 320–327, 2001.

[QI 2006] Jyotirmoy; Ki Hyungson Qi Huan; Mazumder. *Numerical simulation of heat transfer and fluid flow in coaxial laser cladding process for direct metal deposition.* 2006.

[RAI 2009] R. Rai, P. Burgardt, J. O. Milewski, T. J. Lienert et T. DebRoy. *Heat transfer and fluid flow during electron beam welding of 21Cr-6Ni-9Mn steel and Ti-6Al-4V alloy*. Journal of Physics D-applied Physics, vol. 42, no. 2, page 025503, Janvier 2009.

[ROBERT 2007] Yannick Robert. Simulation numerique du soudage du TA6V par laser yag impulsionnel: caracterisation experimentale et modelisation des aspects thermomecaniques associees a ce procede. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris, 2007.

[ROY 2006] G. G. Roy, J. W. Elmer et T. Debroy. *Mathematical modeling of heat transfer, fluid flow, and solidification during linear welding with a pulsed laser beam.* Journal of Applied Physics, vol. 100, Issue 3, pages 034903–034903 – 7, 2006.

[SAHOO 1988] P. Sahoo, T. Debroy et M.J. McNallan. *Surface tension of binary metal-surface active solute systems under conditions relevant to welding metallurgy*. Metallurgical Transactions B, vol. 19, pages 483–491, 1988.

[SCHMIDT-HOHAGEN 2006] Frank Schmidt-Hohagen, Ivan Egry, Rainer Wunderlich et Hans Fecht. *Surface tension measurements of industrial iron-based alloys from ground-based and parabolic flight experiments: Results from the thermolab project.* Microgravity - Science and Technology, vol. 18, pages 77–81, 2006.

[SCHNEIDER 2002] S. Schneider, I. Egry et I. Seyhan. *Measurement of the Surface Tension of Undercooled Liquid Ti90Al6V4 by the Oscillating Drop Technique*. International Journal of Thermophysics, vol. 23, pages 1241–1248, 2002.

[SCHNEIDER 2007] Matthieu Schneider, Laurent Berthe, Remy Fabbro, Maryse Muller et Mariette Nivard. *Gas investigation for laser drilling*. Journal of Laser Applications, vol. 19, no. 3, pages 165–169, Août 2007. REVUE COMITE DE LECTURE.

[SERAPHIN 1965] L. Seraphin. *Reponse des alliages de titane aux traitements thermiques*. Memoires scientifiques rev. Metallurg., vol. LXII N 4, 1965.

[SHAH 2010] K. Shah, Andrew J. Pinkerton, Ahmad Salman et Lin Li. *Effects of Melt Pool Variables and Process Parameters in Laser Direct Metal Deposition Aerospace Alloys*. Materials and Manufacturing Processes, vol. Volume 25, Issue 12, pages 1372–1380, 2010.

[S. MISHRA 2005] T. VebRoy S. Mishra. A heat-transfer and fluid-flow-based model to obtain a specific weld geometry using various combinations of weldingvariables. J. Appl. Phys. 98, 044902, 2005.

[SPIEGEL 1959] E. A. Spiegel et G. Veronis. On the Boussinesq Approximation for a Compressible Fluid Authors: Journal: , vol. 131, p.442 Bibliographic Code: 1960ApJ...131..442S. Astrophysical Journal, vol. 131, page 442, 1959.

[SYED 2005] Waheed Ul Haq Syed, Andrew J. Pinkerton et Lin Li. *A comparative study of wire feeding and powder feeding in direct diode laser deposition for rapid prototyping*. Applied Surface Science, vol. 247, no. 104, pages 268–276, 2005.

[TABERNERO 2010] I. Tabernero, A. Lamikiz, E. Ukar, L.N. Lopez de Lacalle, C. Angulo et G. Urbikain. *Numerical simulation and experimental validation of powder flux distribution in coaxial laser cladding*. Journal of Materials Processing Technology, vol. 210, no. 15, pages 2125 – 2134, 2010.

[TABERNERO 2012] I. Tabernero, A. Lamikiz, S. Martanez, E. Ukar et L.N. Lapez de Lacalle. *Modelling of energy attenuation due to powder flow-laser beam interaction during laser cladding process*. Journal of Materials Processing Technology, vol. 212, no. 2, pages 516 – 522, 2012.

[TAKATANI 2000] H. Takatani, Ch. A. Gandin et M. Rappaz. *EBSD characterisation and modeling of columnar dendritic ggrain growing in the presence of fluid flow*. Acta Materiala, vol. 48, pages 675–688, 2000.

[TAN 2012] Hua Tan, Fengying Zhang, Rujun Wen, Jing Chen et Weidong Huang. *Experiment study of powder flow feed behavior of laser solid forming*. Optics and Lasers In Engineering, vol. 50, no. 3, pages 391–398, Mars 2012.

[TEXIER 2005] Gwénael TEXIER. *Elaborations et Carecterisations micro et nanostructurales d alliages a base de titane a destination biomedicale*. PhD thesis, INSA Renne, 2005.

[THIVILLON 2009] L. Thivillon, P. Bertrand, B. Laget et I. Smurov. *Potential of direct metal deposition technology for manufacturing thick functionally graded coatings and parts for reactors components.* Journal of Nuclear Materials, vol. 385, no. 2, pages 236 – 241, Mars 2009.

[TOMASHCHUK 2011] Iryna Tomashchuk. *Assemblage heterogene cuivre-inox et TA6V-inox par les faisceaux de haute energie: comprehension et modElisation des phenomenes physico-chimiques*. PhD thesis, ICB - Laboratoire Interdisciplinaire Carnot de Bourgogne, 2011.

[TOYSERKANI 2003] Khajepour A. Corbin S. Toyserkani E. *Three-dimensional finite element modeling of laser cladding by powder injection: Effects of powder feedrate and travel speed on the process.* Journal of Laser Applications, vol. 15, page 153, 2003.

[WALTAR 1981] A.E. Waltar et A.B. Reynolds. Fast breeder reactors. Alan E. Waltar, 1981.

[WANG 2008] L. Wang, S. Felicelli, Y. Gooroochurn, P.T. Wang et M.F. Horstemeyer. *Optimization of the LENS process for steady molten pool size*. Materials Science and Engineering : A, vol. 474, no. 102, pages 148–156, 2008.

[WEN 2009] S.Y. Wen, Y.C. Shin, J.Y. Murthy et P.E. Sojka. *Modeling of coaxial powder flow for the laser direct deposition process*. International Journal of Heat and Mass Transfer, vol. 52, pages 5867–5877, 2009.

[WEN 2010] S. Wen et Y.C. Shin. *Modeling of transport phenomena during the coaxial laser direct deposition process.* Journal of Applied Physics, vol. 108, no. 4, 2010.

[WEN 2011] Shaoyi Wen et Yung C. Shin. *Modeling of transport phenomena in direct laser deposition of metal matrix composite*. International Journal of Heat and Mass Transfer, vol. 54, pages 5319–5326, 2011.

[WESTERBERG 1998] K. W. Westerberg, T.C. Merier, M.A. McClelland, D.G. Braun, L.V. Berzins, T.M. Anklam et J. Storer. Analysis of the e-beam evaporation of titanium and ti-6al-4v. (No. 19990039623). NASA., 1998.

[WILTHAN 2008] B. Wilthan, H. Reschab, R. Tanzer, W. Schatzenhafer et Gernot Pottlacher. *Thermophysical Properties of a Chromium-Nickel-Molybdenum Steel in the Solid and Liquid Phases*. International Journal of Thermophysics, vol. 29, pages 434–444, 2008.

[WINKLER 1998] C. Winkler, G. Amberg, H. Inoue et T. koseki. *a numerical And experimental investigation of qualitatively different weld pool sshape*. Mathematical modeling of weld Phenomena, 1998.

[WUNDERLICH 2005] RainerK. Wunderlich, Ragnhild Aune, Livio Battezzati, Rob Brooks, Ivan Egry, Hans-Jarg Fecht, Jean-Paul Garandet, KenC. Mills, Alberto Passerone, Pete rN. Quested, Enrica Ricci, Stephan Schneider, Seshadri Seetharaman et Bernard Vinet. *Surface tension and viscosity of industrial alloys from parabolic flight experiments: Results of theThermoLab project*. Microgravity - Science and Technology, vol. 16, pages 11–14, 2005.

[XUE 2011] L. Xue, Y. Li et S. Wang. *Direct manufacturing of net-shape functional componentstest-pieces for aerospace, automotive, and other applications.* Journal of Laser Applications, vol. 23, no. 4, 2011.

[YADROITSEV 2010] I. Yadroitsev, A. Gusarov, I. Yadroitsava et I. Smurov. *Single track formation in selective laser melting of metal powders*. Journal of Materials Processing Technology, vol. 210, no. 12, pages 1624 – 1631, 2010.

[YAKOVLEV 2005] A. Yakovlev, E. Trunova, D. Grevey, M. Pilloz et I. Smurov. *Laser-assisted direct manufacturing of functionally graded 3D objects*. Surface and Coatings Technology, vol. 190, no. 1, pages 15 – 24, 2005.

[YANG 2006a] F.L. Yang. Interaction law for a collision between two solid particles in a viscous liquid. PhD thesis, California Institue of Technology, 2006.

[YANG 2006b] Prosperetti A. Yang B. A second-order boundary-fitted projection method for free-surface flow computations. Journal of ComputationalPhysics, vol. 213, pages 574–590, 2006.

[YANG 2009] Nan Yang. Concentration model based on movement model of powder flow in coaxial laser cladding. Optics Lamp : Laser Technology, vol. 41, no. 1, pages 94–98, 2009.

[YARIN 2006] A. Yarin. *Drop impact dynamics: splashing, spreading, receding, bouncing*. Annual Review of Fluid Mechanics, vol. 38, pages 159–192, 2006.

[YIN 2010] H. Yin et S.D. Felicelli. *Dendrite growth simulation during solidification in the LENS process*. Acta Materialia, vol. 58, no. 4, pages 1455 – 1465, 2010.

[ZEKOVIC 2007] Srdja Zekovic, Rajeev Dwivedi et Radovan Kovacevic. *Numerical simulation and experimental investigation of gas powder flow from radially symmetrical nozzles in laser-based direct metal deposition*. International Journal of Machine Tools and Manufacture, vol. 47, no. 1, pages 112 – 123, 2007.

[ZHANG 2007] Kai Zhang, Weijun Liu et Xiaofeng Shang. *Research on the processing experiments of laser metal deposition shaping*. Optics & amp; Laser Technology, vol. 39, no. 3, pages 549 – 557, 2007.

[ZHAO 2011] C. Zhao. *Measurements of fluid flow in weld pools*. PhD thesis, Mechanical, Maritime and Materials Engineering, 2011.

[ZHU 2011] Gangxian Zhu, Dichen Li, Anfeng Zhang et Yiping Tang. *Numerical simulation of metallic powder flow in a coaxial nozzle in laser direct metal deposition*. Optics & Laser Technology, vol. 43, no. 1, pages 106 – 113, 2011.

[ZHU 2012a] Dichen; Zhang Anfeng; et al. Zhu Gangxian; Li. Optics and laser technology. 2012.

[ZHU 2012b] Gangxian Zhu, Dichen Li, Anfeng Zhang, Gang Pi et Yiping Tang. *The influence of laser and powder defocusing characteristics on the surface quality in laser direct metal deposition*. Optics & amp; Laser Technology, vol. 44, no. 2, pages 349 – 356, 2012.

Le procédé de fabrication directe par projection laser (FDPL), est un procédé de fabrication additive qui permet de fabriquer des pièces de forme complexe directement à partir d'un fichier CAO, sans outil et sans moule. L'un de ses inconvénients majeurs est la mauvaise qualité des états de surface obtenus (Ra supérieur à 15  $\mu$ m) qui nécessite systématiquement des étapes de ré-usinage. Dans ce contexte, et dans le cadre du projet ANR « ASPECT », cette thèse a pour double objectif une meilleure compréhension de l'origine des états de surface dégradés, et le développement de différentes solutions expérimentales innovantes permettant d'améliorer les états de surface.

Dans un premier temps, en considérant des géométries simples (murs) en alliage de titane Ti-6Al-4V, nous avons étudié l'interaction faisceau laser / jet de poudre / bain liquide métallique par différents diagnostics (caméra rapide, caméra thermique, pyrométrie...) pour comprendre l'évolution de la géométrie, la thermique et l'hydrodynamique de la zone fondue (ZF). Ces analyses nous ont permis de corréler les évolutions des ZF à celles des états de surface, et de mettre en évidence, sur le Ti-6Al-4V la prépondérance des effets de tension superficielle sur les effets de gravité, dans l'équilibre des ZF, et l'effet bénéfique de zones fondues larges et profondes combinées à de faibles hauteurs par couche, dans la réduction des micro et macro-rugosités. La réduction du débit massique local  $D_m^*$  en vis-à-vis des parois latérales et l'augmentation du rayon de courbure des ZF avec l'élargissement des ZF (donc avec des rapports  $E_i$ = P/V (J/m) élevés) sont à l'origine des effets bénéfiques obtenus. Différents modèles analytiques et numériques ont également été utilisés ou développés, en complément des résultats expérimentaux, pour décrire le procédé (modèle d'interaction laser-poudre, modèle numérique thermique 3D du procédé, modèle de calcul des ondulations périodiques).

En utilisant un large spectre de conditions expérimentales, et une caractérisation rigoureuse des conditions de fabrication (analyses de faisceau, de jet de poudre ...) nous avons également apporté des améliorations notables à la qualité des états de surface obtenus. Ainsi, l'utilisation d'un éclairement laser uniforme plutôt que quasi-Gaussien, ou l'utilisation d'un régime quasi-pulsé plutôt que continu ont permis, sur le Ti-6Al-4V de réduire significativement les gradients thermiques en ZF et les mouvements de convection de Marangoni associés, et d'obtenir des qualités d'états de surface fortement améliorées ( $R_a < 3 \mu m$ ) par rapport aux études antérieures sur le sujet.

Pour finir, une partie de l'étude s'est concentrée sur l'utilisation d'un autre matériau : l'acier inoxydable 316L, afin d'analyser l'influence de la nature chimique et des propriétés thermophysiques de la poudre projetée sur la qualité des états de surface. Les résultats ont montré que, contrairement à l'alliage de titane, les meilleures rugosités étaient obtenues pour les énergies linéiques  $E_1$  (J/m) les plus faibles, en raison de la formation, à  $E_1$  élevé, de macro-agglomérats de poudre sur les parois des murs. Ce résultat confirme la difficulté d'une approche prédictive globale des états de surface à partir des paramètres thermo-physiques des matériaux projetés.