HAL open science

Fusion sélective par laser de lits de poudre : Étude sur le recyclage de la poudre et détection de défauts au cours de la fabrication par imagerie thermique

Pierre Vinson

To cite this version:

Pierre Vinson. Fusion sélective par laser de lits de poudre : Étude sur le recyclage de la poudre et détection de défauts au cours de la fabrication par imagerie thermique. Matériaux. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2015. Français. NNT : 2015ENMP0068 . tel-03117437

HAL Id: tel-03117437

https://pastel.hal.science/tel-03117437v1

Submitted on 21 Jan 2021

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.

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY

MINES ParisTech

École doctorale n° 432 : Science des Métiers de l'ingénieur

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École nationale supérieure des mines de Paris

Spécialité " Science et Génie des Matériaux "
présentée et soutenue publiquement par

Pierre VINSON

le 21 décembre 2015

Fusion sélective par laser de lits de poudre : Étude sur le recyclage de la poudre et détection de défauts au cours de la fabrication par imagerie thermique

CONFIDENTIEL INDUSTRIE
(fin de confidentialité 30/09/2020)

Directeur de thèse : **Yves BIENVENU**
Co-encadrement de la thèse : **Christophe COLIN**

Jury

M. Jean-Pierre KRUTH, Professeur, KU Leuven University	Président
M. Rémy DENDIEVEL, Professeur, SIMAP, Grenoble INP	Rapporteur
M. Ghislain MONTAVON, Professeur, IRTES-LERMPS, UTBM	Rapporteur
M. Frédéric DESCHAUX-BEAUME, Professeur, Université de Montpellier	Examinateur
Mme Laëtitia KIRSCHNER, Ingénieur, Airbus Group Innovations	Examinateur
M. Christophe COLIN, Chargé de recherche, Centre des Matériaux, MINES-ParisTech	Examinateur
M. Yves BIENVENU, Professeur, Centre des Matériaux, MINES-ParisTech	Examinateur
M. Thomas VILARO, Docteur, Airbus Operations	Invité
M. Thierry THOMAS, Docteur, Safran Additive Manufacturing	Invité

T H È S E

MINES ParisTech
Centre des Matériaux UMR 7633
10, rue Henri Desbruères 91003 Evry Cedex

Au cœur de l'incertitude il y a toujours de l'espoir, si fragile soit-il.

Robert Choquette – Élise Velder, 1958

A bruise is a lesson… and each lesson makes us better.

George R. R. Martin – A Game of Thrones, 1996

Do… or do not. There is no try.

Maître Yoda – L'Empire contre-attaque, 1980

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Remerciements

Je tiens tout d'abord à exprimer ma gratitude aux membres du consortium FALAFEL et de l'Ecole des Mines de Paris sans qui cette aventure n'aurait pas été possible. Je remercie donc les pôles de compétitivité ASTech et Viaméca, ainsi que les end-users du projet FALAFEL : Airbus Group Innovations, Dassault Aviation, Safran Snecma, MBDA et Airbus Helicopters. J'associe à ces remerciements les différents partenaires de ce projet : TPSH, Poly-Shape, Irépa Laser, Ares Laser ; ainsi que les différents laboratoires qui y ont contribué : LERMPS-UTBM, Enise, Stamp-Arts et Métiers, et bien entendu le Centre des Matériaux de MINES-ParisTech

Au sein du Centre des Matériaux de MINES-ParisTech, je tiens tout particulièrement à remercier Yves Bienvenu et surtout Christophe Colin de m'avoir accordé leur confiance, de m'avoir soutenu et encouragé au long de ces cinq années de thèse. J'associe également à ces remerciements Jean-Dominique Bartout qui m'a énormément aidé par ses conseils et son encadrement, que ce soit pour des manips, des rapports ou autre.

Je tiens également à remercier mes rapporteurs et les membres du jury d'avoir évalué mon travail et d'avoir lu et commenté ce manuscrit finalement plus épais que je ne pensais au départ. Je remercie également tous les gens présents à la soutenance de ma thèse.

Au sein du Centre des Matériaux, je tiens à remercier aussi tous ceux qui m'ont formé, assisté et/ou conseillé dans quelque domaine que ce soit. Je pense notamment à Frank pour sa maîtrise de Matlab, Karine, Nicole, Anne et Brigitte pour tous leurs conseils sur la préparation d'échantillons, Yves pour s'être arraché les cheveux avec moi sur le collage des jauges, Maria, Fabrice et Lynh-Thy pour le MEB et la microsonde, ainsi que l'atelier pour l'usinage de mes éprouvettes. Je remercie également Konaly et Anne pour avoir géré le bazar administratif que peut-être une thèse, ainsi que Gérard et Olivier pour tous les coups de main au niveau informatique et pour nos discussions lors des repas.

Je remercie tout particulièrement Toinou Blanc pour m'avoir accompagné en tant que 2ème thésard FALAFEL (même si c'est plutôt l'inverse en réalité), notamment au travers des coups durs, et ce après avoir partagé 3 ans d'école d'ingénieur ensemble. Concernant les nombreux autres thésards et stagiaires du laboratoire, je tiens à remercier mes cobureaux Delphine, Fred, Manu et Vincent pour avoir instauré et entretenu cette légèreté d'esprit et cette atmosphère si particulière du bureau C119 où il a fait bon travailler entouré de Donatello et de Dark Vador (Zhu-Zhu forever !). Je remercie aussi les doctorants des autres bureaux pas loin (qu'ils soient MPE ou non et qu'ils aient soutenu ou non) pour avoir rendu le climat du laboratoire (et d'ailleurs) sympathique à vivre en tant que thésard, notamment Caroline, Manue, Doudou, Mickaël, Laure-Line, Guillaume, Daniel, Juline, Maxime, Thibaut.

Je veux remercier aussi mes amis qui m'ont soutenu même s'ils n'ont pas forcément compris en détail mon domaine de recherche : Anatole, Thomas, Marianne et Marianne, ainsi qu'Elodie. Merci aussi à ma (nombreuse) famille, et notamment à Manu, Nath et Damien pour m'avoir aidé à décompresser. Ma plus profonde gratitude va à mes parents et à mes sœurs Anne et Caroline pour m'avoir accompagné au jour le jour dans la grande majorité de ces cinq années, que ce soit dans les bonnes passes ou les mauvaises. Merci du plus profond de mon cœur, je vous aime. Enfin, mes plus grands remerciements vont à toi Marielle pour ton soutien indéfectible et ta patience. Je n'aurais jamais pu réussir ce travail sans toi. Maite zaitut.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Table des matières

Remerciements i
Table des matières i
Table des figures vii
Table des tableaux xix
Abréviations xxi
Notations xxvi

Introduction 1

Chapitre I Fabrication directe et additive 3
I.1 Principes, intérêts économiques et stratégiques 5
I.1.1 Principes de la fabrication additive 6
I.1.2 Avantages et inconvénients 7
I.1.3 Intérêts économiques et stratégiques 11
I.2 Techniques de fabrication additive directe 13
I.2.1 Définition de termes propres à la fabrication additive 14
I.2.2 Stéréolithographie 15
I.2.3 Procédé de flashage 16
I.2.4 Fabrication d'objets par laminage 18
I.2.5 Dépôt fil 19
I.2.6 Impression tridimensionnelle 21
I.2.6.1 3D printing 21
I.2.6.2 Inkjet printing 22
I.2.7 Fusion par faisceau d'électrons 23
I.2.8 Projection laser 25
I.2.9 Frittage et fusion sélective par laser 27
I.2.9.1 Problématique du lit de poudre 29
I.2.9.2 Description des paramètres opératoires utilisés en SLM 31
I.3 Conclusion du chapitre 32

Chapitre II Matériaux de l'étude 39
II.1 Alliages de titane 41
II.1.1 Alliages base titane 41

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

II.1.1.1 Éléments d'addition et microstructure 43
II.1.1.2 Classification des alliages de titane et propriétés mécaniques 49
II.1.2 Alliage TA6V 53
II.1.2.1 Composition et microstructure 54
II.1.2.2 Propriétés physiques et mécaniques 57
II.2 Alliages de nickel.....65
II.2.1 Superalliages base nickel 66
II.2.1.1 Éléments d'addition et microstructure 66
II.2.1.2 Propriétés mécaniques 70
II.2.2 Nimonic 263 71
II.2.2.1 Composition et microstructure 71
II.2.2.2 Propriétés physiques et mécaniques 75
II.3 Conclusion du chapitre.....78

Chapitre III Poudres brutes d'atomisation 83
III.1 Élaboration des poudres.....85
III.1.1 Importance des matériaux pulvérulents pour l'industrie 85
III.1.2 Atomisation des poudres 87
III.1.3 Autres voies d'élaboration des poudres 94
III.2 Cahier des charges des poudres adaptées au SLM 98
III.2.1 Objectif des spécificités demandées à la poudre 99
III.2.1.1 Spécificités chimiques..... 99
III.2.1.2 Spécificités granulométriques 99
III.2.2 Récapitulatif des spécificités requises 100
III.2.2.1 Poudre C263..... 101
III.2.2.2 Poudre TA6V 101
III.2.2.3 Granulométries souhaitées des poudres 101
III.2.3 Méthodes de vérification de la poudre lors de sa réception.....102
III.2.3.1 Granulométrie 102
III.2.3.2 Porosité de la poudre et du lit de poudre..... 103
III.3 Caractérisation physico-chimique des poudres utilisées.....106
III.3.1 Poudre C263 106
III.3.1.1 Description des lots réceptionnés..... 106
III.3.1.2 Analyse granulométrique et évaluation de la densité relative..... 108
III.3.1.3 Analyse morphologique 110
III.3.1.4 Autres analyses 113

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

III.3.2 Poudre TA6V 115
III.3.2.1 Description des lots réceptionnés 115
III.3.2.2 Analyse granulométrique et évaluation de la densité relative 116
III.3.2.3 Analyse morphologique 119
III.3.2.4 Autres analyses 122
III.4 Conclusion du chapitre 125

Chapitre IV Étude du recyclage 129
IV.1 Présentation de l'étude 131
IV.1.1 Intérêts du recyclage de la poudre 131
IV.1.2 Démarche et mise en œuvre de l'étude 132
IV.1.2.1 Mise en place de l'étude 132
IV.1.2.2 Présentation de la procédure de recyclage 133
IV.2 Évolution des propriétés mécaniques des pièces fabriquées à partir de la poudre recyclée 139
IV.2.1 Essais de traction 139
IV.2.1.1 Présentation des moyens d'essais 139
IV.2.1.2 Résultats 141
IV.2.2 Essais de dureté 151
IV.3 Évolution de la poudre au fil des recyclages 155
IV.3.1 Bilan massique de l'étude du recyclage 155
IV.3.2 Évolution de la taille, morphologie et composition de la poudre 158
IV.3.2.1 Poudre recyclée 160
IV.3.2.2 Poudre rebutée lors du tamisage du bac de fabrication et du cendrier. 164
IV.4 Effet de la dilution de la poudre recyclée sur les propriétés mécaniques des pièces 172
IV.5 Conclusion du chapitre 179

Chapitre V Modèle de consolidation du lit de poudre 183
V.1 Bref état de l'art sur la formation d'un cordon dans un lit de poudre 184
V.2 Modèle bidirectionnel anisotrope 187
V.2.1 Présentation du modèle 187
V.2.2 Confrontation avec les données expérimentales 194
V.3 Calcul de la productivité du procédé SLM 197
V.3.1 Présentation du calcul du temps de fabrication 197
V.3.2 Présentation du calcul du débit volumique et du temps de mise en couche 201

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

V.3.3 Influence des paramètres opératoires sur le temps de fabrication des pièces, le temps admissible de mise en couche et les débits volumiques de matière consolidée 203
V.3.3.1 Influence de la vitesse de balayage du faisceau laser 204
V.3.3.2 Influence du diamètre du faisceau laser 204
V.3.3.3 Influence de la hauteur de couche programmée 205
V.3.3.4 Influence du taux de recouvrement 206
V.3.3.5 Influence de la fraction du plateau de fabrication balayée par le laser . 207
V.3.3.6 Influence de la dimension des rectangles de lasage 208
V.3.3.7 Influence du facteur β 209
V.4 Conclusion du chapitre 210

Chapitre VI Partie A – Mise en place de l'étude paramétrique et thermique 213
VI.1 Présentation des moyens d'essais 214
VI.1.1 Suivi coaxial du bain de fusion 214
VI.1.1.1 Système de renvoi d'angle et caméra thermique 216
VI.1.1.2 Étalonnage de la caméra 221
VI.1.2 Traitement Matlab 228
VI.2 Essais préliminaires sur monocordons à hauteur de couche fixée 233
VI.2.1 Présentation des essais 234
VI.2.2 Approximation de l'émissivité du C263 236
VI.2.3 Singularités observables sur les images de bains 238
VI.2.3.1 Projections de gouttes de liquide 239
VI.2.3.2 Balling 243

Chapitre VI Partie B – Résultats de l'étude paramétrique et thermique 249
VI.3 Bref état de l'art sur l'observation des cordons et leur stabilité en SLM 251
VI.4 Étude paramétrique 1D : essais en "manip coin" 252
VI.4.1 Présentation des essais 252
VI.4.2 Résultats obtenus 258
VI.4.2.1 Résultats généraux 258
VI.4.2.2 Stabilité de construction 261
VI.4.2.3 Zone refondue 267
VI.4.2.4 Imagerie thermique 284
VI.5 Étude paramétrique 2D : fabrication de draps 290
VI.5.1 Présentation des essais 291
VI.5.2 Résultats obtenus 297

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

VI.5.2.1 Résultats généraux 297
VI.5.2.2 Zone pré-génératrice 300
VI.5.2.3 Balling 301
VI.5.2.4 Projections 305
VI.5.2.5 Imagerie thermique 308
VI.6 Introduction de défauts contrôlés 310
VI.6.1 Contre-dépouille 311
VI.6.2 Projections 315
VI.6.3 Défauts de mise en couche 317
VI.6.3.1 Amas de poudre 318
VI.6.3.2 Manque de poudre 321
VI.6.4 Fumées 323
VI.6.5 Coupure laser 325
VI.7 Conclusion du chapitre 326

Conclusion 333

Bibliographie générale 337

Annexe A Observation du lit de poudre en un point fixe A-1
A.1 Présentation du moyen A-2
A.2 Observation de fabrications A-4
A.2.1 Observations générales A-4
A.2.2 Particularités observables sur les films A-9
A.3 Conclusion de l'annexe A-10

Annexe B FALAFEL - L2.4.1 - Détail de la procédure de recyclage à appliquer en SLM_v5 ..... B-1

Annexe C Modèle de consolidation avec terme du 2nd ordre C-1
C.1 Équations C-2
C.2 Cartographies de retrait C-2

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Table des figures

Figure I-1 : Organigramme présentant certains procédés de fabrication directe 4
Figure I-2 : Création d'un hyperboloïde couche par couche par fabrication additive (ici un matériau polymère mis en forme par FDM photographié à différents stades de la fabrication) (OhmEye1, 2012) 5
Figure I-3 : Synoptique d'élaboration d'une pièce par fabrication additive 6
Figure I-4 : Slicing d'un tube en fonction de son orientation dans la chambre de fabrication par rapport à la direction de fabrication 7
Figure I-5 : Schématisation de l'évolution de la résolution géométrique d'une pièce de ..180 µm de haut en fonction de la hauteur de couche considérée lors de l'étape de *slicing* 7
Figure I-6 : Exemples de pièces aux géométries complexes qu'il est possible d'obtenir par fabrication additive (ici par frittage laser sélectif, SLS, et fusion laser sélective, SLM) (Binder, 2011), (TWI Ltd., 2014), (Phoenix DeVentures, 2012) 8
Figure I-7 : Exemples de structures auxétiques réalisées par fabrication additive (Yang, et al., 2012), (Dirrenberger, 2013) 9
Figure I-8 : Injecteur de carburant de General Electrics formé par fabrication additive en une seule pièce 25 % plus légère que lorsqu'il est obtenu par l'assemblage de 18 pièces différentes conventionnellement utilisé (Toensmeier, et al., 2014) 10
Figure I-9 : Répartition des différents procédés de mise en forme en fonction de la taille des séries à produire et de la complexité géométrique des pièces (d'après (Levy, et al., 2003)) 12
Figure I-10 : Démonstrateur monobloc de grande dimension (mélangeur air chaud / air froid de 700 mm de long) réalisé conjointement par SLM et DMD 14
Figure I-11 : Schématisation du procédé de stéréolithographie 16
Figure I-12 : Schématisation du procédé de flashage 17
Figure I-13 : Schématisation du procédé de fabrication d'objets par laminage (CustomPartNet, 2009) 19
Figure I-14 : Schématisation du procédé de dépôt fil (cas de l'extrusion d'un fil thermofusible et d'une source de chaleur électrique) 20
Figure I-15 : Schématisation du procédé de 3D *printing* 22
Figure I-16 : Schématisation du procédé d'impression tridimensionnelle *inkjet printing* 23
Figure I-17 : Schématisation du procédé de fusion par faisceau d'électrons 24
Figure I-18 : Schématisation du procédé de projection laser (d'après (Orecchia, 2008)) 26
Figure I-19 : Schématisation du procédé de frittage ou fusion sélective par laser 28
Figure I-20 : Schématisation de formes accessibles par procédé lits de poudre qu'il serait impossible de réaliser par dépôt fil ou projection 30

Figure II-1 : Structures cristallographiques du titane (d'après (Combres, et al., 1995)) 42
Figure II-2 : Effet du taux d'éléments interstitiels sur les propriétés mécaniques du titane non allié (d'après (Lampman, 1990)) 43
Figure II-3 : Classification des éléments d'addition des alliages de titane (d'après (Barralis, et al., 2002), (Combres, 1997) et (Lampman, 1990)) 46
Figure II-4 : Microstructures d'un alliage quasi-α (Ti-8Al-1Mo-1V) après forgeage à différentes températures, observées après attaque chimique au Kroll (grandissement x250) (d'après (Lampman, 1990)) 50

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Figure II-5 : Diagramme $[Al]_{eq}$-$[Mo]_{eq}$ et classification des alliages de titane (d'après (Combres, 1997)) 52
Figure II-6 : Diagramme pseudo-binaire et structures potentielles des familles d'alliages de titane (d'après (Combres, et al., 1995) et (Maisonneuve, 2008).....53
Figure II-7 : Diagramme TRC du TA6V à partir du domaine β obtenu après une mise en solution à 1025°C (Combres, et al., 1995).....56
Figure II-8 : Cartographie de solidification du TA6V en fonction de différents procédés d'élaboration (d'après (Kobryn, et al., 2003)) 56
Figure II-9 : Fractions volumiques de phase α et β après trempe en fonction de la température de trempe à l'eau dans le domaine α + β (d'après (Castro, et al., 1966), (Longuet, 2010) et (Jovanović, et al., 2006)) 56
Figure II-10 : Microstructures observables dans le TA6V avec un grandissement x250 d'après (Wood, et al., 1972).....57
Figure II-11 : Évolution des propriétés en traction du TA6V en fonction de la température de remise en solution suivie d'un revenu à 540°C / 4h, trempe à l'air ou non (d'après (Lampman, 1990)).....58
Figure II-12 : Microstructure du TA6V brut de SLM et après traitement BT, observée par microscopie optique (MO) et microscopie électronique à balayage (MEB) (d'après (Vilaro, et al., 2011)) 60
Figure II-13 : Microstructure du TA6V après traitement HT sub- et super-transus, observée par microscopie optique (MO) et microscopie électronique à balayage (MEB) (d'après (Vilaro, et al., 2011)) 61
Figure II-14 : Évolution de la limite élastique à 0,2 % de déformation du superalliage Inconel 718 comparé à l'acier 12Cr-0,6Mo en fonction de la température (d'après (Stoloff, 1990)).....65
Figure II-15 : Procédés d'élaboration des semi-produits en superalliages (d'après (Lours, 2009)).....66
Figure II-16 : Éléments importants dans la composition des alliages base nickel (d'après (Sims, et al., 1972), (Sims, et al., 1987) et (Reed, 2006)) 67
Figure II-17 : Mouvement des dislocations dans le cas d'un alliage γ + γ' (d'après (Lours, 2009)) 71
Figure II-18 : Composition des quatre phases précipitant dans l'alliage Nimonic 263 (à gauche, d'après (Zhao, et al., 2001)) et fraction molaire des différentes phases à l'équilibre (à droite, d'après (Zhao, et al., 2002)) 72
Figure II-19 : Diagramme TTT du Nimonic 263 (d'après (Zhao, et al., 2001)) 73
Figure II-20 : Courbes de croissance de la taille moyenne des particules de γ' en fonction du temps pour différentes températures dans le Nimonic 263 après traitement thermique (1 150°C / 2h, trempe à l'eau + 800°C / 8h trempe à l'air) (Betteridge, et al., 1959).....74
Figure II-21 : Microstructure du Nimonic 263 après traitement thermique (1 150°C / 2h, trempe à l'eau + 800°C / 8h trempe à l'air) suivi d'un maintien à 900°C pendant 3 000 heures observée au microscope optique (x300) après attaque chimique (Betteridge, et al., 1959) 74
Figure II-22 : Effet de l'amincissement du matériau sur les propriétés en traction à 780°C du Nimonic 263 laminé à froid et traité thermiquement (1150°C / 2h, trempe à l'air + 800°C / 8h, trempe à l'air) (Betteridge, et al., 1959).....76
Figure II-23 : Évolution des propriétés mécaniques du Nimonic 263 en barreau (à gauche) et en tôle (à droite) après traitement thermique aéronautique standard (d'après (Special Metals Corporation, 2004)) 76

Figure III-1 : Évolution des productions de pièces mécaniques réalisées par métallurgie des poudres d'après (Eudier, 1994) 86
Figure III-2 : Schématisation de la rupture d'un jet liquide par les instabilités capillaires de Rayleigh (d'après (Gomez, et al., 2012)) 88

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Figure III-3 : Schématisation de l'atomisation d'une poudre par action dynamique d'un fluide (Masounave, et al., 1987) 88
Figure III-4 : Modèle de désintégration en trois étapes d'une nappe liquide conique sous l'effet d'un jet de gaz à haute vitesse (d'après (German, 1994) et (Dunkley, 1998)) 89
Figure III-5 : Particules non sphériques issues d'une poudre d'acier inoxydable atomisée à l'eau (à gauche) et poudre de fer après atomisation à l'eau, réduction par hydrogène et broyage (à droite) (German, 1994) 90
Figure III-6 : Poudre de TA6V atomisée et séparée par tamisage 91
Figure III-7 : Schématisation de procédés d'atomisation centrifuge 92
Figure III-8 : Schématisation de l'atomisation par dégazage d'hydrogène avant et pendant atomisation (Masounave, et al., 1987) 92
Figure III-9 : Scories présentes dans la poudre de TA6V provenant de l'atomisation au gaz 93
Figure III-10 : Agglomérat de petite taille présent dans de la poudre atomisée de TA6V 94
Figure III-11 : Cellule électrolytique permettant la création de poudre (le matériau brut contenant du fer ou du cuivre étant décomposé à l'anode et les ions précipitant à la cathode) et aspect spongieux d'une poudre de cuivre ainsi obtenue (d'après (German, 1994)) 95
Figure III-12 : Schématisation du procédé de broyage (d'après (German, 1994)) 96
Figure III-13 : Poudre d'aluminium obtenue par découpe (à gauche, (German, 1994)) et poudre de titane de forme angulaire obtenue par hydruration, broyage et déshydruration (à droite (Moll, et al., 1998)) 96
Figure III-14 : Schématisation du procédé de mécanosynthèse (d'après (German, 1994)) 97
Figure III-15 : Poudres composites agglomérées pour l'élaboration d'un CMM Ti-Al renforcé par fibres courtes ou particules de Nb d'après (Armines, et al., 2013) 97
Figure III-16 : Différents types de poudres utilisables en métallurgie des poudres (d'après (Masounave, et al., 1987) et (Armines, et al., 2013)) 98
Figure III-17 : Mésestimation de la taille des particules lors de l'observation de poudres enrobées et polies (la particule 1 étant en réalité bien plus grande que la particule 2) 102
Figure III-18 : Augmentation de la densité relative d'un lit de poudre constitué d'un mélange homogène de deux poudre dont l'une est composée de particules sphériques iso-dimensionnelles d'une petite taille et l'autre d'une grosse taille en fonction de la proportion de particules de fort diamètre (d'après (German, 1994)) 105
Figure III-19 : Non conformité de la première réception de la poudre Metallied (ici le lot D') 107
Figure III-20 : Non conformité de la seconde réception de la poudre Metallied (ici le lot D') 108
Figure III-21 : Répartition granulométrique en classes de taille des lots C (à gauche), D' (à droite) et C élutrié (en bas) 109
Figure III-22 : Poudre C263 : vue générale de la poudre enrobée et polie au micron et observée au MO (en haut, lot C) et scotchée et observée au MEB en SE (au centre, lot D') et détail sur une particule de poudre observée au MEB en SE (en bas, lot D') 111
Figure III-23 : Défauts apparaissant dans la poudre C263 : particules non sphériques (a, lot D' observé au MEB en SE), *splats* (b, lot C, observé au MEB en SE), satellites (c, lot D' observé au MEB en SE), gaz occlus (d, lot B enrobé et poli, observé au MO) et porosité débouchante (e, lot B observé au MEB en SE) 112
Figure III-24 : Particule de poudre (lot B) enrobée, polie et attaquée au Glycérégia observée au MEB en SE 113
Figure III-25 : Cartographies X du d'une particule de poudre (lot A) enrobée et polie 114
Figure III-26 : Diagramme de DRX de la poudre C263 scotchée (lot C élutrié) 114
Figure III-27 : Analyse thermique différentielle d'un échantillon de poudre C263 (lot D') de masse m = 461,8 mg 115

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Figure III-28 : Conditionnement des poudres TA6V livrées par TLS Technik 116
Figure III-29 : Répartition granulométrique en classes de taille des lots 0989/3 EADS (à gauche), 0974/3 MBDA (à droite) et 0874/3 (en bas) 117
Figure III-30 : Poudre TA6V : vue générale de la poudre issue du lot 0974/3 MBDA (en haut) enrobée et polie au micron et observée au MO (à gauche) et scotchée et observée au MEB en SE (à droite) et détail sur une particule de poudre observée au MEB en SE (en bas).....119
Figure III-31 : Défauts apparaissant dans la poudre TA6V : particules non sphériques (a, lot MBDA observé au MEB en SE), splats (b, lot EADS, observé au MEB en SE), satellites (c, lot MBDA observé au MEB en SE), gaz occlus (d, lot MBDA enrobé, poli et observé au MO) et porosité débouchante (e, lot MBDA observé au MEB en SE).....120
Figure III-32 : Particule de poudre (lot 0974/3 MBDA) enrobée, polie et attaquée au Kroll observée au MEB en SE.....121
Figure III-33 : Comparaison de la morphologie des poudres TA6V entre les lots 0989/3 EADS (en haut) et 0974/3 MBDA (en bas) observés au MEB en SE aux grossissements x100 (à gauche) et x200 (à droite).....121
Figure III-34 : Diagramme de DRX de la poudre TA6V (lot 0974/3 MBDA) 124
Figure III-35 : Analyse thermique différentielle d'un échantillon de poudre TA6V (lot 0974/3 MBDA) de masse m = 270,19 mg 124
Figure III-36 : Cartographies X d'une particule de poudre (lot 0974/3 MBDA) enrobée et polie 125

Figure IV-1 : Exemple de matériaux architecturés de structures dites *lattices* fabriquées par SLM au Centre des Matériaux 132
Figure IV-2 : Schématisation de l'étude du recyclage du TA6V sur la machine Trumpf LF 250 de Poly-Shape 134
Figure IV-3 : Schématisation des blocs parallélépipédiques fabriqués aux cycles A1, B1, C1, D1 et E1, et géométrie des éprouvettes CEAT TP5 134
Figure IV-4 : Schématisation des quantités de poudre pouvant être recueillies dans la machine SLM après le cycle de fabrication Xi, dans le cas d'une machine à système d'alimentation par piston (à gauche) ou par trémie (à droite) 136
Figure IV-5 : Tubes de section carrée destinés à l'étude de l'influence de la surface enveloppe des pièces sur la poudre récupérée. 137
Figure IV-6 : Synoptique détaillé de l'étude du recyclage de la poudre de TA6V réalisé sur la machine Trumpf LF 250 de Poly-Shape.....138
Figure IV-7 : Machine de traction utilisée pour la caractérisation mécanique des éprouvettes (à gauche), différence de géométrie entre les éprouvette A1-ST4 et B1-ST2 suite à un problème d'usinage (à droite) 139
Figure IV-8 : Influence du temps et de la température sur la relaxation des contraintes résiduelles dans l'alliage TA6V (d'après (Combres, et al., 1995)).....140
Figure IV-9 : Évolution du module d'Young en fonction de la teneur en oxygène dissous (d'après (Lee, et al., 1990)) 142
Figure IV-10 : Évolution du module d'Young, de la limite d'élasticité à 0,2 % et de la résistance maximale à la traction d'éprouvettes fabriquées dans le sens long et dans le sens transverse à partir de poudre de plus en plus recyclée.....143
Figure IV-11 : Évolution de l'allongement à rupture et du coefficient d'écrouissage des éprouvettes fabriquées dans le sens long et dans le sens transverse à partir de poudre de plus en plus recyclée 143

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Figure IV-12 : Défauts repérés dans les chutes d'usinage des éprouvettes C1-SL polies et observées au MO proche de la face supérieure des blocs fabriqués (à gauche) et proche de l'interface contour/remplissage (à droite).....145
Figure IV-13 : Courbes contrainte-déformation des éprouvettes de traction des cycles B1 et C1.....146
Figure IV-14 : Croissance colonnaire typique des fabrications SLM observée au MO après attaque chimique sur les tubes A2 (à gauche) et A5 (au milieu), détail de la macrostructure du tube A5 (à droite) et microstructure martensitique α' observée au MEB en mode BSE après attaque chimique sur le tube A5 (en bas).....147
Figure IV-15 : Défauts observés sur les faciès de rupture des éprouvettes ST : porosités de diamètre avoisinant la taille des particules de poudre (a), particules infondues de taille avoisinant celle de la poudre (b), et manques de fusion de surface étendue dont la longueur représentative est la largeur du cordon (c) 148
Figure IV-16 : Manque de liaison ou de dilution entre les couches apparaissant sur les faciès de rupture des éprouvettes SL (en haut) et sur les éprouvettes ST à différentes couches (en bas) 149
Figure IV-17 : Ensemble du faciès de rupture de l'éprouvette A1-ST2 (a) ayant cassé trop tôt (A = 1,27 %), présentant des zones lisses (b à d) dans lesquelles peuvent se trouver des défauts (c et d) et des zones ductiles à cupules (e et f) dans lesquelles peuvent également se trouver des porosités (f) 150
Figure IV-18 : Faciès de rupture de l'éprouvette C1-ST3 ayant cassé avant la striction (A = 3,47 %) présentant une zone fragile.....151
Figure IV-19 : Faciès de rupture des éprouvettes B1-ST3 (à gauche) et A1-SL2 (à droite) ayant cassé après la striction (A > 8 %) et ne présentant pas de zone fragile 151
Figure IV-20 : Dureté Vickers des éprouvettes suivant leur direction de fabrication et leur niveau de recyclage 152
Figure IV-21 : Dureté Rockwell du TA6V trempé depuis le domaine β et depuis le domaine (α + β) en fonction de la concentration massique en oxygène dissous dans l'alliage (d'après (Kahveci, et al., 1986)) 153
Figure IV-22 : Dureté Rockwell et taux d'oxygène dissous calculé des éprouvettes suivant leur direction de fabrication et leur niveau de recyclage.....153
Figure IV-23 : Évolution du taux de recyclage en fonction de la surface enveloppe et de la séquence 157
Figure IV-24 : Évolution du taux de pertes au tamisage du cendrier en fonction de la surface enveloppe et de la séquence.....158
Figure IV-25 : Évolution de taux de poudre récupérée dans le cendrier par rapport à celle récupérée dans le bac de fabrication en fonction de la surface enveloppe et de la séquence 158
Figure IV-26 : Répartitions granulométriques en nombre et en volume du lot 0974/3 (MBDA) tamisé à 75 µm avant étude du recyclage et du reliquat de poudre neuve contenu dans la trémie d'alimentation après le cycle A5 tamisée à 75 µm 159
Figure IV-27 : Répartitions granulométriques en volume de la poudre recyclée en fonction de la surface enveloppe pour les séquences A et B et de son niveau de recyclage (détail en fonction du niveau de recyclage en bas à droite).....161
Figure IV-28 : Observation de la poudre neuve (à gauche) et recyclée 2x (à droite) sur scotch au MEB en mode SE 162
Figure IV-29 : Microstructures de la poudre neuve (à gauche) et recyclée 5x (à droite) observées au MEB en mode SE après enrobage, polissage et attaque chimique.....162
Figure IV-30 : Cartographies X d'une particule de poudre issue du bac de fabrication à la fin du cycle E1 avant tamisage enrobée et polie 163

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Figure IV-31 : Diagramme de diffraction des rayons X obtenu pour la poudre neuve, la poudre recyclée 5x (fin de cycle E1) et la poudre rebutée lors du tamisage du cendrier au cycle E1.....164
Figure IV-32 : Observation de la poudre recyclée 2x à l'issue du tamisage du bac de fabrication du cycle B2 (à gauche), de la poudre rebutée par ce tamisage (au centre) et de la poudre rebutée au tamisage du cendrier du cycle B2 (à droite) sur scotch au MEB en mode SE 167
Figure IV-33 : Distributions granulométriques de la poudre rebutée au tamisage du bac de fabrication (à gauche) et du cendrier (à droite) en fonction du niveau de recyclage.....167
Figure IV-34 : Projections de particules de fort diamètre lors du lasage d'un lit de poudre (à gauche) et observation d'escarbilles en surface du lit de poudre (à droite).....168
Figure IV-35 : Poudre issue du bac de fabrication avant tamisage du cycle B1 (à gauche) et E1 (à droite) démontrant un trop faible nombre de particules de diamètre supérieur à 100 µm pour être repérable sur scotch au MEB en mode SE 168
Figure IV-36 : Microstructure d'une projection de forte taille retenue lors du tamisage du cendrier du cycle E1 observée au MEB en mode SE après enrobage, polissage et attaque chimique 169
Figure IV-37 : Cartographies X de particules de poudre rebutées lors du tamisage du cendrier du cycle E1 enrobée et polie.....169
Figure IV-38 : Agglomération de petites particules sur une plus grosse (à gauche, poudre rebutée au tamisage du cendrier du cycle B2), amas de plusieurs centaines de microns de long composé de petites particules de moins de 10 µm en taille (à droite, poudre rebutée au tamisage du cendrier du cycle B4) 170
Figure IV-39 : Cols (ou cous) de frittage observés entre les particules provenant d'amas de particules retenus lors du tamisage du cendrier aux cycles A1 (à gauche) et E1 (à droite), observés au MEB en mode SE 171
Figure IV-40 : Poil de carbone (à gauche, poudre rebutée au tamisage du bac de fabrication du cycle E1) et scorie résiduelle de l'atomisation de la poudre (à droite, poudre rebutée au tamisage du cendrier du cycle A2) 171
Figure IV-41 : Oxydation de plusieurs particules de poudre isolées (à gauche) ou au sein d'un amas de fines particules (à droite) rebutés au tamisage du cendrier du cycle B2 et observées scotchées au MEB en mode SE.....172
Figure IV-42 : Distribution granulométrique des lots de poudre neuve, diluée à 75 %, à 50 % et de poudre recyclée 5 fois 173
Figure IV-43 : Particules de poudre diluée à 50 % (à gauche) et à 75 % (à droite) observées au MEB aux grandissements x200 (en haut) et x500 (en bas).....174
Figure IV-44 : Particules de poudre diluée à 50 % (à gauche) et à 75 % (à droite) issues du bac de fabrication avant tamisage et observées au MEB au grandissement x200 et distribution granulométrique de ces prélèvements (en bas).....175
Figure IV-45 : Particules de poudre diluée à 50 % (à gauche) et à 75 % (à droite) rebutées lors du tamisage du cendrier et observées au MEB au grandissement x100 et distribution granulométrique de ces prélèvements (en bas) 176
Figure IV-46 : Courbes contrainte-déformation des éprouvettes de traction réalisées à partir de poudre diluée 177
Figure IV-47 : Faciès de rupture d'une éprouvette ayant rompu au début de la zone plastique et présentant de nombreux manques de fusion atteignant plusieurs centaines de microns de large.....178

Figure V-1 : Multiples réflexions du faisceau laser au sein du lit de poudre (d'après (Fischer, et al., 2003)) 185

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Figure V-2 : Température à la surface supérieure du lit de poudre (en haut) et profondeur refondue (en bas) (d'après (Gusarov, et al., 2007)) 186
Figure V-3 : Cordons vu de dessus pour différentes cinétiques de consolidation (d'après (Gusarov, et al., 2010)) et photo du lit de poudre vu de dessus après le lasage d'un cordon (d'après (Yadroitsev, et al., 2010)) 186
Figure V-4 : Schématisation du lasage d'un substrat massif (en haut à gauche) et d'un lit de poudre (à droite et en bas) 189
Figure V-5 : Schématisation des morphologies potentielles du cordon pour différentes valeurs de Ψ.....190
Figure V-6 : Schématisation de l'évolution de la hauteur de poudre déposée en fonction de la couche lasée pour un retrait axial de 50 % 192
Figure V-7 : Évolution de la hauteur de poudre étalée et de la hauteur consolidée rapportée à la descente du piston à chaque couche pour des valeurs de ω positives (en haut) et négatives (en bas) 193
Figure V-8 : Profil non lissé du substrat de fabrication avec et sans poudre au voisinage d'un cordon consolidé (ΔZ_{poudre} = 100 µm) 195
Figure V-9 : Cartographie de la porosité du lit de poudre en fonction du coefficient d'anisotropie du matériau d'après le modèle bidirectionnel anisotrope : $\omega = -\Delta Z / Z$ et $\omega * \Psi = - \Delta X / X$ 196
Figure V-10 : Schématisation de la correction à apporter à la mesure de ΔX compte tenu de l'effondrement du bord du talus.....196
Figure V-11 : Schématisation de différentes stratégies de balayages.....198
Figure V-12 : Découpage du lit de poudre par rectangles de lasage 199
Figure V-13 : Influence de la vitesse de balayage du faisceau laser sur le temps de fabrication, les débits volumiques et le temps de mise en couche admissible pour une pièce de hauteur définie...204
Figure V-14 : Influence du diamètre du faisceau laser sur le temps de fabrication, les débits volumiques et le temps de mise en couche admissible pour une pièce de hauteur définie 205
Figure V-15 : Influence de la hauteur de couche programmée sur le temps de fabrication, les débits volumiques et le temps de mise en couche admissible pour une pièce de hauteur définie 206
Figure V-16 : Influence du taux de recouvrement sur le temps de fabrication, les débits volumiques et le temps de mise en couche admissible pour une pièce de hauteur définie.....207
Figure V-17 : Influence du pourcentage de la surface lasée du plateau de fabrication lasé sur le temps de fabrication, les débits volumiques et le temps de mise en couche admissible pour une pièce de hauteur définie 208
Figure V-18 : Influence de la largeur des rectangles de lasage sur le temps de fabrication, les débits volumiques et le temps de mise en couche admissible pour une pièce de hauteur définie 209
Figure V-19 : Influence de la longueur des rectangles de lasage sur le temps de fabrication, les débits volumiques et le temps de mise en couche admissible pour une pièce de hauteur définie 209
Figure V-20 : Influence du facteur de forme β sur le temps de fabrication, les débits volumiques et le temps de mise en couche admissible pour une pièce de hauteur définie.....210

Figure VI-1 : Système de visualisation en un point fixe (à gauche) et de manière coaxiale au faisceau laser adjoint à un système de filtres et à un microscope optique (à droite).....216
Figure VI-2 : Système de renvoi d'angle démonté et à l'envers (en haut) et intégré à la machine (en bas) équipé d'une caméra rapide.....217
Figure VI-3 : Schématisation des modes de *trigger* proposés par la caméra FLIR SC2500.....220
Figure VI-4 : Étalon platine utilisé pour l'étalonnage de la caméra thermique 223

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Figure VI-5 : Étalon de platine porté à 1300°C observé en *full frame* à *TI* = 1000 µs, sur la plage de longueur d'onde 1350–1450 nm avec un MO x5 (à gauche) et un MO x20 (à droite), et niveaux d'intensité lumineuse observés à cette température selon le profil n°1 pour différents temps d'intégration caméra 223
Figure VI-6 : Niveau d'intensité lumineuse en fonction de la température équivalente de platine sur la plage 1350–1450 nm 224
Figure VI-7 : *Fit* des courbes d'étalonnage par la loi de Planck sur la plage de longueur d'onde 1350–1450 nm pour différentes valeurs de *TI*....225
Figure VI-8 : Niveau d'intensité lumineuse du bruit de fond en fonction de *TI* (à gauche) et régression linéaire de la fonction *F*(*TI*) supposée constante pour un *TI* donné inférieur à 2000 µs sur la plage de longueur d'onde 1350–1450 nm (à droite) 226
Figure VI-9 : Courbes d'étalonnage $T_{eq\ Pt}$–*DL* de la caméra thermique pour différentes valeurs de *TI* sur la plage de longueur d'onde 1350–1450 nm....226
Figure VI-10 : Distribution de Planck (Ridha, 2008)....227
Figure VI-11 : Évolution des courbes d'étalonnage $T_{eq\ Pt}$–*DL* pour différentes plages de longueur d'onde de 100 nm de large à différentes valeurs de *TI* 228
Figure VI-12 : Traitement effectué par le programme Matlab préliminaire : image brute en DL du lasage d'un lit de poudre (à gauche), image seuillée en DL (au centre) et image en température équivalente platine (à droite)....229
Figure VI-13 : Traitement du programme Matlab : image initiale en température équivalente platine (à gauche), image seuillée à T_1 = 800°$C_{eq\ Pt}$ avec les axes d'inertie (au centre) et image seuillée à T_2 = 1400°$C_{eq\ Pt}$ avec les axes d'inertie détectés à T_1 (à droite) 231
Figure VI-14 : Principe du calcul des gradients thermiques dans la matière solide sur une image thermique seuillée aux températures équivalentes de platine T_1 et T_2....232
Figure VI-15 : Variation des gradients thermiques dans le cas d'une construction stable en régime permanent ou stationnaire 233
Figure VI-16 : Profil gaussien et enveloppe du faisceau laser 234
Figure VI-17 : Pièce en C263 lasée à P175V1750ΔZ50 sur 668 couches (les "rayures" horizontales correspondent à un décalage de la pièce entre deux couches suite à une mauvaise fixation du substrat))....236
Figure VI-18 : Monocordons lasés à P175V1750ΔZ50 sur un support présentant une mauvaise rugosité entraînant des portions stables et instables sur les cordons (à gauche) et supports de rugosité trop importante ayant bloqué le système d'étalement de la poudre même après de multiples relasages (ou refusions) de la dernière couche (à droite) 236
Figure VI-19 : Formation des micro-explosions et des éjections de liquide hors du bain 240
Figure VI-20 : Chambre de fabrication au cours d'une fusion sélective par faisceau d'électrons (à gauche) et par faisceau laser (à droite)....240
Figure VI-21 : Escarbilles produites lors du lasage de cordons par SLM (Okunkova, et al., 2014)....240
Figure VI-22 : Projection de matière fondue hors du bain visible sur le film thermique (1,05 ms entre chaque image) 242
Figure VI-23 : Projections de matière fondue hors du bain dans différentes directions à différentes vitesses observées par caméra thermique ainsi que du *balling* (1,05 ms entre chaque image)....242
Figure VI-24 : Images thermiques consécutives révélant des projections se déplaçant dans la direction opposée au sens de lasage ainsi que du *balling* (1,05 ms entre chaque image)....243
Figure VI-25 : Images thermiques consécutives révélant une projection se déplaçant à forte vitesse (1,05 ms entre chaque image) 243
Figure VI-26 : Instabilités de Rayleigh au sein d'un écoulement liquide (d'après (Eggers, 1997)) 244

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Figure VI-27 : Schématisation du bain liquide sous la forme d'une portion de cylindre mouillant plus ou moins le substrat et cartographie de stabilité du cordon suivant le rapport d'élancement du bain liquide (d'après (Gusarov, et al., 2010)) 244
Figure VI-28 : Cordons présentant du *balling*....245
Figure VI-29 : Schématisation de l'apparition du *balling* 247
Figure VI-30 : Schématisation du *balling* entre deux *frames* d'un film thermique 247
Figure VI-31 : Observation du *balling* dans le cas d'un relasage lent (P175V175) d'une zone ayant précédemment formé du *balling* (2,10 ms entre chaque image) 248
Figure VI-32 : Schématisation de la "manip coin" pour l'EP1D par insertion d'une cale sous un des côtés du plateau....253
Figure VI-33 : Profils transversaux (parallèles à la génératrice) non lissés obtenus par profilométrie laser sur le substrat avec et sans poudre dans le cas de la "manip coin" mettant en évidence un cordon lasé pour une hauteur de couche de 65 µm 254
Figure VI-34 : Profilomètre laser utilisé pour la mesure de la hauteur de couche (en haut) et substrat lasé avec et sans couche de poudre (en bas)....255
Figure VI-35 : Hauteurs de couche de poudre mesurées par profilométrie laser pour différentes conditions *P-V*....256
Figure VI-36 : Déplacement de la tache lumineuse au cours du lasage d'un cordon de grande dimension à cause des phénomènes de diffraction....257
Figure VI-37 : Vue d'ensemble des monocordons obtenus pour l'EP1D après soufflage de la poudre....259
Figure VI-38 : Profils transversaux (parallèles à la génératrice) non lissés obtenus par profilométrie sur le substrat avec et sans poudre dans le cas de la "manip coin" mettant en évidence la non adhérence d'un cordon lasé à P175V1750ΔZ151 ou la fusion incomplète de la hauteur de poudre 260
Figure VI-39 : Projections de billes et de billes de *balling* n'ayant pas adhéré au substrat et se retrouvant à la surface du lit de poudre (l'ensemble de ces billes peut être soufflé du substrat)....260
Figure VI-40 : Hauteur de couche maximale pour laquelle il y a tout juste adhérence au substrat 261
Figure VI-41 : Naissance et croissance des instabilités au sein de cordons de paramétries P50V200, P50V100 et P50V50, observées au MEB en mode SE 262
Figure VI-42 : Stabilité des monocordons en fonction des paramètres opératoires 264
Figure VI-43 : Représentation en 3 dimensions de la stabilité des monocordons en fonction des paramètres opératoires....264
Figure VI-44 : Domaines de stabilité des monocordons en fonction des paramètres combinés : énergie linéique (à gauche) et temps d'interaction laser (à droite)....265
Figure VI-45 : Erreur faite sur l'approximation de la surface consolidée du cordon par le produit e_{app} * H_{app} au lieu de la surface S_c d'un segment circulaire de corde e_{app} et de hauteur H_{app} 267
Figure VI-46 : Comparaison des débits volumiques de cordon consolidé théorique et expérimental en fonction du rapport d'élancement du cordon 267
Figure VI-47 : Grandeurs géométriques relatives à un cordon ancré sur un substrat....268
Figure VI-48 : Morphologie et stabilité des cordons observés au même grossissement en fonction de leur paramétrie (*P* ; *V*) pour une découpe à une distance de 43 mm de la généra trice affichant une épaisseur moyenne de poudre de 80 µm....270
Figure VI-49 : Cartographie de stabilité des cordons pour un lasage à hauteur de poudre constante (d'après (Vilaro, 2011) en haut, et (Childs, et al., 2004) en bas)....270
Figure VI-50 : Morphologie des cordons observés au MEB en mode SE au même grossissement après attaque chimique 273
Figure VI-51 : Schématisation des effets de la convection de Marangoni (courants de convection dans le liquide à la suite d'un gradient de tension de surface du bain $\partial\gamma_{lv}/\partial T$ sur la forme du bain

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

(d'après (Rombouts, et al., 2006)) (vue en coupe en haut, et vue de dessus en bas) et mouvements convectifs observables dans un cordon acier en SLM enrobé, poli et attaqué (Averyanova, 2011)....274
Figure VI-52 : Schématisation de la formation du capillaire dans le cadre du soudage par faisceau de haute énergie (d'après (Cazes, 1994))....274
Figure VI-53 : Microstructure d'un cordon lasé à P150V600 dans le cas d'une refusion du substrat (à gauche), d'un *balling* (au centre) et microstructure d'une poudre atomisée issue du lot B de taille avoisinant celle du *balling* (à droite)....274
Figure VI-54 : Détail de la microstructure d'un cordon dans le cas d'un contact établi avec le substrat (à gauche), d'un contact ponctuel (au centre) et sans contact (à droite) observée au même grossissement par MEB en mode SE après attaque chimique....275
Figure VI-55 : Schématisation de la forme d'un cordon et de l'angle de mouillage, dans le cas du modèle de la sphère....275
Figure VI-56 : Représentation schématique de la forme des bains (cordon et zone refondue)....276
Figure VI-57 : Dimensions du cordon et de la zone refondue pour les paramétries stables en fonction de la vitesse de balayage du laser....278
Figure VI-58 : Dimensions du cordon et de la zone refondue pour les paramétries stables en fonction de la hauteur de couche de poudre....279
Figure VI-59 : Dimensions du cordon et de la zone refondue pour les paramétries stables en fonction de l'énergie linéique....280
Figure VI-60 : Dimensions du cordon et de la zone refondue pour les paramétries stables en fonction de l'énergie volumique....281
Figure VI-61 : Critères géométriques du cordon et de la zone refondue pour les paramétries stables en fonction de l'énergie volumique....282
Figure VI-62 : Cartographie des rapports d'élancement et de dilution idéaux sur lesquelles figurent les points expérimentaux obtenus durant l'EP1D....283
Figure VI-63 : Retrait axial ω pour les paramétries considérées stables en fonction de l'énergie volumique où figurent les limites des domaines d'anisotropie du modèle de consolidation du monocordon....283
Figure VI-64 : Cartographie de $\omega * \Psi$ (valeurs calculées) en fonction de ω (valeurs mesurées) pour une porosité du lit de poudre estimée à 0,5....284
Figure VI-65 : Aire de la tache lumineuse seuillée à 800°$C_{eq\ Pt}$ (à gauche) et à 1400°$C_{eq\ Pt}$ (à droite) en fonction de ΔZ_{poudre}, de E_l et de $E_{vol,1}$....286
Figure VI-66 : Gradient thermique *G2* en fonction de ΔZ_{poudre}, de E_l et de $E_{vol,1}$....287
Figure VI-67 : Cartographie de solidification pour un superalliage base nickel....288
Figure VI-68 : Évolution du gradient thermique *G2* et de la hauteur de couche en fonction de la distance lasée pour la paramétrie P175V1750....289
Figure VI-69 : Évolution du gradient thermique *G2* et de la hauteur de couche en fonction de la distance lasée pour la paramétrie P100V200....289
Figure VI-70 : Schématisation du taux de recouvrement entre deux cordons....291
Figure VI-71 : Schématisation de la "manip coin" mise en œuvre dans l'EP2D....292
Figure VI-72 : Images thermiques obtenues lors du lasage d'un drap à P175V1750Ev60 : durant le premier cordon (à gauche) et durant le 7ème, avec recouvrement (à droite)....294
Figure VI-73 : Lasage d'un monocordon à P175V175ΔZ50 sur une trajectoire présentant un angle : image seuillée à 800°$C_{eq\ Pt}$ (à gauche) et à 1400°$C_{eq\ Pt}$ (à droite)....295
Figure VI-74 : Schématisation du traitement Matlab effectué pour imposer l'axe d'inertie : cas ne nécessitant pas de modifier l'axe d'inertie (à gauche) et le nécessitant (à droite)....296
Figure VI-75 : Cordons et draps sur substrat C263 obtenus à la fin de l'EP2D en "manip coin"....299

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Figure VI-76 : Ancrage d'instabilités de contre-dépouille au niveau de la génératice 301
Figure VI-77 : Comparaison des instabilités entre le monocordon et le drap à Ev120 302
Figure VI-78 : Comparaison des instabilités entre P100V500Mono et P100V500Ev60 à ΔZ_{poudre} = 75 µm 303
Figure VI-79 : Détail sur la non refusion du *balling* formé au premier cordon dans le cas du drap P175V1750Ev60 à ΔZ_{poudre} = 97 µm 304
Figure VI-80 : Comparaison des instabilités entre monocordons et draps à Ev60 et Ev120 pour deux paramétries différentes 305
Figure VI-81 : Projection ayant rebondi sur le lit de poudre avant de se coller à la surface du cordon P175V700Mono dans une zone où ΔZ_{poudre} = 22 µm 306
Figure VI-82 : Repassage du laser sur des projections collées en surface de draps à P150V600 engendrant une refusion nulle (a), partielle (b) ou quasi-totale (c) de ces particules.....307
Figure VI-83 : Évolution du gradient thermique *G2* et de la hauteur de couche ΔZ_{poudre} en fonction du temps pour le lasage du drap P175V1750Ev60 (les zones correspondant au domaine instable du monocordon sont indiquées par des surfaces légèrement grisées) 309
Figure VI-84 : Évolution du gradient thermique *G2* et de la hauteur de couche ΔZ_{poudre} en fonction du temps pour le lasage du drap P175V1750Ev120 (les zones correspondant au domaine instable du monocordon sont indiquées par des surfaces légèrement grisées) 310
Figure VI-85 : Détail de la trajectoire des fabrications P150V750Mono et P150V750Ev60 se trouvant franchir le trou de vis central du substrat de l'EP2D 311
Figure VI-86 : Détail des instabilités engendrées lors du passage du drap P150V750Ev60 au dessus du trou de vis central du substrat de l'EP2D.....312
Figure VI-87 : Évolution du gradient thermique *G2*, de la température du point chaud, de l'aire et de la longueur de la tache à deux seuils de température équivalente platine ainsi que de la hauteur de couche lors du lasage de P150V750Mono 314
Figure VI-88 : Particule projetée collée en surface du cordon lasé à P175V200ΔZ80 avec des particules de poudre DMD saupoudrées en surface plateau de fabrication.....315
Figure VI-89 : Évolution du gradient thermique *G2*, de la température du point chaud de l'aire de la tache seuillée à 800 et 1400°$C_{eq\ Pt}$ et du nombre de taches détectées par le programme Matlab après suppression du bruit de fond et positions des particules de poudre DMD et de la particule projetée en surface du cordon saupoudrées en surface du bac de fabrication 317
Figure VI-90 : Cordon stable lasé à P175V200ΔZ80 (a) au travers d'un amas de particules (b) constitué de particules issues du lit de poudre ayant fritté entre elles (c) et qui a été écrasé lors de l'étalement de la couche par le rouleau (d) 319
Figure VI-91 : Évolution du gradient thermique *G2*, de la température du point chaud, des aires de la tache lumineuse seuillée à 800 et 1400°$C_{eq\ Pt}$ et du nombre de taches détectées par le programme de traitement d'images en fonction de la distance parcourue par le faisceau laser (la position estimée de l'amas est signalée par la zone légèrement grisée) 319
Figure VI-92 : Images thermiques obtenue après suppression du bruit de fond pour le monocordon P175V200ΔZ80 dans sa zone stable (a) et durant le passage dans l'amas (b) prises au même grandissement.....321
Figure VI-93 : Sillons creusés dans le lit de poudre afin de simuler un défaut de mise en couche.....322
Figure VI-94 : Évolution du gradient thermique *G2*, de la température du point chaud, des aires de la tache lumineuse seuillée à 800 et 1400°$C_{eq\ Pt}$ et du nombre de taches détectées par le programme de traitement d'images en fonction de la distance parcourue par le faisceau laser (la position du fond du sillon est signalée par les repères verticaux) 323
Figure VI-95 : Évolution du gradient thermique *G2*, de la température du point chaud, des aires de la tache lumineuse seuillée à 800 et 1400°$C_{eq\ Pt}$ et du nombre de taches détectées par le programme de

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

traitement d'images en fonction de la distance parcourue par le faisceau laser en l'absence d'aspiration des fumées 323
Figure VI-96 : Occultation laser survenue durant le lasage d'un cordon à P175V200ΔZ80.....325
Figure VI-97 : Évolution du gradient thermique *G2*, de la température du point chaud, des aires de la tache lumineuse seuillée à 800 et 1400°$C_{eq\ Pt}$ et du nombre de taches détectées par le programme de traitement d'images en fonction de la distance parcourue par le faisceau laser durant une coupure laser (signalée par les repères verticaux).....326

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Table des tableaux

Tableau II-1 : Avantages et inconvénients des microstructures des alliages quasi-α et α + β (d'après (Lampman, 1990), (Maisonneuve, 2008)) 51
Tableau II-2 : Composition de l'alliage TA6V standard et ELI (d'après (Donachie, 1984)) 54
Tableau II-3 : Propriétés du TA6V en fonction de son état 62
Tableau II-4 : Propriétés physiques et mécaniques du titane pur d'après (Lampman, 1990), (Combres, et al., 1995), (Gerberich, et al., 1968), (Maisonneuve, 2008), (Vilaro, et al., 2011), (Donachie, 1984) 63
Tableau II-5 : Propriétés physiques et mécaniques du TA6V d'après (Lampman, 1990), (Combres, et al., 1995), (Gerberich, et al., 1968), (Maisonneuve, 2008), (Vilaro, et al., 2011), (Donachie, 1984) 64
Tableau II-6 : Effet des éléments d'addition sur la microstructure et les propriétés d'usage des superalliages base nickel (d'après (Stoloff, 1990)) 67
Tableau II-7 : Composition de l'alliage Nimonic 263 (d'après (Betteridge, et al., 1959)) 72
Tableau II-8 : Propriétés physiques et mécaniques du Nimonic 263 d'après (Special Metals Corporation, 2004), (Betteridge, et al., 1959), (Wang, et al., 2009), (Singh, et al., 1996) et (Vilaro, 2011) 77

Tableau III-1 : Composition chimique (% massique) de la poudre C263 demandée dans le cadre du projet FALAFEL 101
Tableau III-2 : Composition chimique (% massique) de la poudre TA6V demandée dans le cadre du projet FALAFEL 101
Tableau III-3 : Granulométries souhaitées suivant les machines utilisées 101
Tableau III-4 : Densité relative optimale pour des arrangements de mélanges de poudre iso-dimensionnelles (d'après (German, 1994)) 105
Tableau III-5 : Répartition granulométrique des différents lots de poudre C263 reçus 108
Tableau III-6 : Répartition granulométrique (en pourcentage en volume) obtenue par tamisage pour les différents lots de poudre C263 fournis par Metallied 109
Tableau III-7 : Densités relatives ($\rho_{r,i}$) et porosités ($P_{t,i}$) versées et tassées des poudres C263 issues des lots C et D' 110
Tableau III-8 : Masse volumique apparente, masse volumique théorique pour le matériau massif parfaitement dense et porosité intraparticulaire de la poudre issue des lots C élutrié et D' 110
Tableau III-9 : Composition chimique de la poudre C263 réalisée par WDS (lot A) 115
Tableau III-10 : Répartition granulométrique des différents lots de poudre TA6V reçus pour les études SLM 117
Tableau III-11 : Densités relatives ($\rho_{r,i}$) et porosités ($P_{t,i}$) versées et tassées des poudres TA6V issues des lots 0874/3, 0989/3 EADS et 0974/3 MBDA 118
Tableau III-12 : Masse volumique apparente, masse volumique théorique pour le matériau massif parfaitement dense et porosité intraparticulaire de la poudre issue des lots 0874/3, 0989/3 EADS et 0974/3 MBDA 118
Tableau III-13 : Composition chimique de la poudre TA6V (lot 0974/3 MBDA) analysée par WDS et ICP-AES (en % massique) 123
Tableau III-14 : Paramètres de maille calculés par DRX d'un échantillon de poudre de TA6V, et valeurs trouvées dans la littérature (Combres, et al., 1995), (Maisonneuve, 2008) 124

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Tableau IV-1 : Évolution de propriétés mécaniques des éprouvettes fabriquées dans le sens long et dans le sens transverse à partir de poudre de plus en plus recyclée 142
Tableau IV-2 : Composition chimique (en % massique) des éprouvettes ST fabriquées à partir de poudre neuve (cycle A1) et de poudre recyclée 4 fois (cycle E1) obtenue par ICP-AES et fusion réductrice 154
Tableau IV-3 : Masses de poudre (en kg) recueillies au cours de l'étude du recyclage du TA6V 155
Tableau IV-4 : Évolution des diamètres équivalents (en µm) de la poudre neuve avant et après étude du recyclage de la poudre 160
Tableau IV-5 : Composition chimique (en % massique) de la poudre neuve, de la poudre recyclée 4 fois (fin du cycle D1) et 5 fois (fin du cycle E1) obtenue par ICP-AES et fusion réductrice 163
Tableau IV-6 : Paramètres de maille calculés par DRX sur des échantillons de poudre neuve, recyclée 5x et rebutée au tamisage du cendrier au cycle E1 164
Tableau IV-7 : Récapitulatif des différentes granulométries obtenues au cours de l'étude du recyclage 172
Tableau IV-8 Propriétés mécaniques des éprouvettes SL fabriquées à partir de poudre neuve, diluée à 75 %, diluée à 50 % et recyclée 4x 177

Tableau V-1 : Hauteur de poudre étalée et hauteur de couche consolidée en fonction du numéro de la couche considérée 192
Tableau V-2 : Retraits axial et radial mesurés par profilométrie pour différentes paramétries stables 196

Tableau VI-1 : Comparaison des largeurs des bains entre les observations au MO et les images thermiques des bains 237
Tableau VI-2 : Récapitulatif des paramétries utilisées pour l'EP1D 258
Tableau VI-3 : Évolution qualitative des paramètres géométriques du cordon en fonction des paramètres opératoires 277
Tableau VI-4 : Distance parcourue entre deux images du film thermique en fonction de la vitesse de balayage 289
Tableau VI-5 : Fréquence d'acquisition *f* et temps d'intégration *TI* maximum permettant de visualiser un défaut d'une taille *d* donnée à une vitesse de balayage *V* donnée 290
Tableau VI-6 : Récapitulatif des paramétries utilisées pour l'EP2D 293
Tableau VI-7 : Évolutions du gradient thermique *G2* en fonction de la puissance, de la vitesse de balayage, de l'épaisseur de poudre et du taux de recouvrement 327
Tableau VI-8 : Signature thermique des défauts observables par caméra thermique coaxiale 328

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Abréviations

Chapitre I :

Acronyme	Signification
3D	3 Dimensions, tridimensionnel
3D *laser cladding*	Rechargement laser 3D
3D *printing*	Imprimante 3D ou impression 3D
ABS	Acrylonitrile Butadiène Styrène
AFNOR	Association Française de NORmalisation
ALM	Additive Layer Manufacturing (fabrication additive couche par couche)
AM	Additive Manufacturing (fabrication additive)
ASTM	American Society for Testing and Materials (société américaine pour les essais et les matériaux)
CAO	Conception Assistée par Ordinateur
CFAO	Conception et Fabrication Assistées par Ordinateur
CGDM	Cold Gas Dynamic Manufacturing (fabrication additive par *Cold Spray*)
CIC	Compression Isostatique à Chaud
CMM	Composite à Matrice Métallique
DLP	Digital Light Processing (traitement numérique de la lumière)
DMD	Direct Metal Deposition (projection laser)
DMLS	Direct Metal Laser Sintering (fabrication directe par frittage laser)
EBM	Electron Beam Melting (fusion par faisceau d'électrons)
EDM	Electric Discharge Machining (électro-érosion)
FALAFEL	Fabrication Additive par procédés LAser et Faisceau d'ELectrons
FDM	Fused Deposition Modeling (dépôt fil)
FUI	Fonds Unique Interministériel
HIP	High Isostatic Pressing (compression isostatique à chaud)
HSM	High Speed Machining (usinage grande vitesse)
Inkjet printing	Procédé de fabrication additive similaire aux imprimantes conventionnelles (le nom signifie littéralement "impression par jet d'encre")
ISO	International Organization for Standardization (organisation internationale de normalisation)
LENS	Laser Engineered Net Shaping (fabrication d'ébauches par laser)
LOM	Laminated Object Manufacturing (fabrication d'objets par laminage)
MEMS	MicroElectroMechanical Systems (microsystèmes électromécaniques)
MIM	Metal Injection Molding (moulage métallique par injection)
MIT	Massachusetts Institute of Technology (institut technologique du Massachusetts)
nEUROn	Drone de combat furtif européen construit par Dassault Aviation

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

PLA	Acide polyactique
PM100	Machine SLM commercialisée par Phénix Systems
PRECIOUS M 080	Machine SLM commercialisée par EOS GmbH destinée à la fabrication de pièces en métaux précieux
SGC	Solid Ground Curing (flashage)
SL	StéréoLithographie
SLA	StéréoLithography Apparatus (stéréolithographie)
SLE	Scanning Laser Epitaxy (épitaxie par balayage laser)
SLM	Selective Laser Melting (fusion sélective par laser)
SLS	Selective Laser Sintering (frittage sélectif par laser)
TA6V	Alliage de titane Ti-6Al-4V
UGV	Usinage Grande Vitesse
UV	UltraViolet
XLine 1000R	Machine SLM de grande dimension commercialisée par Concept Laser GmbH

Chapitre II :

Acronyme	Signification
AFNOR	Association Française de NORmalisation
BT	Basse Température
CC	Cubique Centrée
CFC	Cubique à Faces Centrées
CIC	Compression Isostatique à Chaud
CMM	Composite à Matrice Métallique
DMD	Direct Metal Deposition (projection laser)
DRX	Diffraction des Rayons X
EBM	Electron Beam Melting (fusion par faisceau d'électrons)
ELI	Extra Low Interstitial (très peu d'intermétalliques)
ESR	Electro-Slag Remelting (refusion sous laitier électro-conducteur)
FALAFEL	Fabrication Additive par procédés LAser et Faisceau d'ELectrons
HCP	Hexagonale Pseudo-Compacte
HIP	High Isostatic Pressing (compression isostatique à chaud)
HT	Haute Température
MC	Carbure primaire de solidification
MdP	Métallurgie des Poudres
MEB	Microscopie Électronique à Balayage
MO	Microscopie Optique
RMS	ReMise en Solution
SL	Sens Long (parallèle aux couches)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

SLM	Selective Laser Melting (fusion sélective par laser)
ST	Sens Transverse (perpendiculaire aux couches)
TA6V	Alliage de titane Ti-6Al-4V
TCP	Topologically Close-Packed (topologiquement dense)
TiCP	Alliage de Titane Commercialement Pur
TRC	Transformation en Refroidissement Continu
TTT	Temps-Température-Transformation
TZM	Alliage base molybdène contenant du titane et du zirconium
UNS	Unified Numbering System (système de numérotation unifié)
VAR	Vacuum Arc Remelting (refusion sous vide par arc)
VIM	Vacuum Induction Melting (fusion sous vide par induction)
W-Nr	Werkstoffnummer (numéro matériau)

Chapitre III :

Acronyme	Signification
ATD	Analyse Thermique Différentielle
BSE	Back Scattered Electrons (électrons rétrodiffusés)
CAO	Conception Assistée par Ordinateur
CFC	Cubique Face Centrée
CIC	Compression Isostatique à Chaud
CMM	Composite à Matrice Métallique
CVD	Chemical Vapor Deposition (dépôt chimique en phase vapeur)
DMD	Direct Metal Deposition (projection laser)
DRX	Diffraction des Rayons X
EBM	Electron Beam Melting (fusion par faisceau d'électrons)
ELI	Extra Low Interstitial (très peu d'intermétalliques)
FALAFEL	Fabrication Additive par procédés LAser et Faisceau d'ELectrons
HIP	High Isostatic Pressing (compression isostatique à chaud)
ICP-AES	Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectrometry (spectrométrie d'émission optique)
MEB	Microscope Électronique à Balayage
MO	Microscope Optique
PVD	Physical Vapor Deposition (dépôt physique par phase vapeur)
RT	Rayleigh-Taylor
SE	Secondary Electrons (électrons secondaires)
SLM	Selective Laser Melting (fusion sélective par laser)
SLS	Selective Laser Sintering (frittage sélectif par laser)
TA6V	Alliage de titane Ti-6Al-4V
WDS	Wavelength Dispersive (X-Ray) Spectroscopy (spectroscopie à dispersion de longueur d'onde)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Chapitre IV :

Acronyme	Signification
ATEX	ATmosphères EXplosives
BT	Basse Température
CIC	Compression Isostatique à Chaud
DMD	Direct Metal Deposition (projection laser)
EBM	Electron Beam Melting (fusion par faisceau d'électrons)
EDM	Electrical Discharge Machining (électro-érosion)
FALAFEL	Fabrication Additive par procédés LAser et Faisceau d'ELectrons
ICP-AES	Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectrometry (spectrométrie d'émission optique)
MEB	Microscope Électronique à Balayage
MO	Microscope Optique
SE	Secondary Electrons (électrons secondaires)
SL	Sens Long (parallèle aux couches)
SLM	Selective Laser Melting (fusion sélective par laser)
SLS	Selective Laser Sintering (frittage sélectif par laser)
ST	Sens Transverse (perpendiculaire aux couches)
TA6V	Alliage de titane Ti-6Al-4V

Chapitre V :

Acronyme	Signification
3D	3 Dimensions, tridimensionnel
ACV	Analyse du Cycle de Vie
CFAO	Conception et Fabrication Assistées par Ordinateur
DMD	Direct Metal Deposition (projection laser)
ENISE	École Nationale d'Ingénieurs de Saint-Étienne
FALAFEL	Fabrication Additive par procédés LAser et Faisceau d'ELectrons
KU Leuven	Katholieke Universiteit Leuven (Université catholique de Louvain, Belgique)
SLM	Selective Laser Melting (fusion sélective par laser)
TA6V	Alliage de titane Ti-6Al-4V
ZR	Zone refondue

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Chapitre VI :

Acronyme	Signification
1D	Une dimension
2D	Deux dimensions
3D	Trois dimensions
ASCII	American Standard Code for information Interchange (code américain normalisé pour l'échange d'information)
CFAO	Conception et Fabrication Assistées par Ordinateur
CND	Contrôle Non Destructif
DL	Digital Level (niveau d'intensité lumineuse)
DMD	Direct Metal Deposition (projection laser)
EBM	Electron Beam Melting (fusion par faisceau d'électrons)
EP1D	Étude paramétrique à une dimension
EP2D	Étude paramétrique en deux dimensions
FALAFEL	Fabrication Additive par procédés LAser et Faisceau d'ELectrons
FPGA	Field-Programmable Gate Array (réseau de portes programmables *in situ*)
LVDT	Linear Variable Differential Transformer (capteur de déplacements linéaires)
MEB	Microscope Électronique à Balayage
MO	Microscope Optique
NIR	Near-InfraRed (proche infrarouge)
NUC	Non-Uniformity Correction (correction de non-homogénéité)
SE	Secondary Electrons (électrons secondaires)
SLM	Selective Laser Melting (fusion sélective par laser)
SLS	Selective Laser Sintering (frittage sélectif par laser)
SWIR	Short-Wavelength InfraRed (proche infrarouge, litt. infrarouge à faible longueur d'onde)
TI	Temps d'intégration
Voxel	Volumetric pixel (pixel en 3D)
ZAT	Zone Affectée Thermiquement
ZR	Zone Refondue

Annexe A :

Acronyme	Signification
SLM	Selective Laser Melting (fusion sélective par laser)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Notations

Chapitre I :

Symbole	Dénomination	Unités
Ev	Écart-vecteur	µm
P	Puissance laser	W
V	Vitesse de balayage du faisceau laser	mm/s
ΔZ_{piston}	Abaissement programmé du piston de fabrication selon l'axe Z	µm
ΔZ_{poudre}	Hauteur selon l'axe Z du lit de poudre après étalement	µm
τ_r	Taux de recouvrement entre deux cordons juxtaposés	%
Φ_l	Diamètre du faisceau laser	µm

Chapitre II :

Symbole	Dénomination	Unités
$\%\alpha_{volume}$	Fraction volumique de phase α dans le TA6V	% volumique
$\%\beta_{volume}$	Fraction volumique de phase β dans le TA6V	% volumique
$[Al]_{eq}$	Équivalent aluminium	% massique
$[i]$	Concentration massique en élément i	% massique
$[Mo]_{eq}$	Équivalent molybdène	% massique
$[O]_{eq}$	Équivalent oxygène	% massique
A	Déformation à la rupture	%
a	Paramètre de maille d'une structure hexagonale (ou cubique)	Å
Abs^{massif}	Absorptivité à l'état dense et solide	-
Abs^{poudre}	Absorptivité à l'état de poudre	-
c	Paramètre de maille d'une structure hexagonale	Å
Cp_l	Capacité calorifique massique du liquide	$J.kg^{-1}.K^{-1}$
Cp_s	Capacité calorifique massique du solide	$J.kg^{-1}.K^{-1}$
d	Dimension moyenne du grain	µm
E	Module d'Young	GPa
G	Module de torsion	GPa
HRC	Dureté Rockwell	HRC
KCU	Résilience	J/cm^2
KCV	Résilience	J/cm^2
K_s	Diffusivité thermique du solide	$m^2.s^{-1}$
k_y	Constante de la loi de Hall-Petch	$MPa.\mu m^{-1/2}$
M	Masse molaire	g/mol

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

$M_{23}C_{6,solvus}$	Température de solvus des carbures $M_{23}C_6$	°C
M_f	Température de fin de transformation martensitique	°C
M_s	Température d'apparition de la phase α'	°C
pH	Potentiel Hydrogène	-
Rm	Résistance maximale à la traction	MPa
T	Température	°C
T_1	Température supérieure au transus β	°C
T_2	Température inférieure au transus β	°C
T_{amb}	Température ambiante	°C
$T_{éb}$	Température d'ébullition	°C
T_f	Température de fusion de l'alliage	°C
T_l	Température de liquidus	°C
T_s	Température de solidus	°C
T_α	Transus α	°C
T_β	Transus β	°C
V_α^{TA6V}	Fraction volumique de phase α dans le TA6V	% volumique
V_β^{TA6V}	Fraction volumique de phase β dans le TA6V	% volumique
α	Coefficient de dilatation thermique	$10^{-6}.K^{-1}$
γ_{lv}	Tension de surface du liquide	$N.m^{-1}$
γ'_{solvus}	Température de solvus de la phase γ'	°C
ΔH_f	Chaleur latente de fusion	$J.g^{-1}$
ΔH_{tr}	Chaleur latente de transition (α → β)	$J.g^{-1}$
ΔH_v	Chaleur latente de vaporisation	$J.g^{-1}$
$\Delta V_s / V_s$	Retrait à la solidification	%
$\Delta V_\alpha / V_\beta$	Variation du volume lors du passage du transus β → α	%
ε	Émissivité	-
η	Viscosité dynamique du liquide	Pa.s
λ	Conductivité thermique	$W.m^{-1}.K^{-1}$
μ	Viscosité	$kg.m^{-1}.s^{-1}$
ν	Coefficient de Poisson	-
ρ	Masse volumique	g/cm^3
ρ_e	Résistivité électrique	μΩ.cm
σ_i	Constante de la loi de Hall-Petch	MPa
σ_y	Limite d'élasticité	MPa
$Rp_{0,2}$	Limite d'élasticité à 0,2% de déformation plastique	MPa

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Chapitre III :

Symbole	Dénomination	Unités
A	Paramètre dépendant du système d'atomisation	$m^{-1}.s$
a	Paramètre de maille d'une structure hexagonale	Å
B	Paramètre dépendant du système d'atomisation	$kg^{-1}.s$
c	Paramètre de maille d'une structure hexagonale	Å
D^*	Densité relative optimale d'un mélange de poudres iso-dimensionnelles	-
d_0	Diamètre de l'orifice d'écoulement du jet liquide	m
d_{10}	Diamètre équivalent supérieur ou égal à celui de 10% des particules analysées	µm
d_{50}	Diamètre équivalent supérieur ou égal à celui de 50% des particules analysées	µm
d_{90}	Diamètre équivalent supérieur ou égal à celui de 90% des particules analysées	µm
d_g	Diamètre de la goutte	m
d_p	Diamètre de la particule sphérique	m
g	Accélération de la pesanteur	m/s^2
H_{ZR}	Hauteur de zone refondue	µm
IS	Intervalle de solidification	°C
k	Nombre d'onde	m^{-1}
m	Masse de l'échantillon	mg
M_g	Débit massique du gaz	kg/s
M_m	Débit massique du métal	kg/s
P_f	Porosité fermée d'un corps solide	-
P_t	Porosité totale d'un arrangement de poudre	-
$P_{t,inter}$	Porosité interparticulaire d'un arrangement de particules de poudre	%
$P_{t,intra}$	Porosité intraparticulaire de la poudre	%
$P_{t,tassée}$	Porosité de la poudre tassée	-
$P_{t,versée}$	Porosité de la poudre versée	-
R	Rayon du disque tournant	m
r_p	Rayon de la particule sphérique	m
T_f	Température de fusion	°C
T_L	Température de liquidus	°C
T_S	Température de solidus	°C
T_β	Transus β	°C
V	Vitesse de balayage du faisceau laser	mm/s
v_g	Vitesse du gaz	m/s
v_p	Vitesse de la particule sphérique en déplacement dans le gaz	m/s
X^*	Proportion massique de particules de la poudre la plus grosse d'un mélange de poudre iso-dimensionnelles	-

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

ΔZ_{piston}	Hauteur de couche programmée	µm
ΔZ_{poudre}	Hauteur de poudre étalée	µm
ε	Paramètre de Bradley	-
η_g	Viscosité dynamique du gaz	Pa.s
η_m	Viscosité dynamique du métal liquide	Pa.s
λ	Longueur d'onde des perturbations capillaires	m
λ_{max}	Longueur d'onde maximum des perturbations d'après Bradley	m
λ_{min}	Longueur d'onde minimum des perturbations d'après Bradley	m
λ_{opt}	Longueur d'onde optimale des perturbations d'après Rayleigh	m
ρ	Masse volumique	g/cm^3
ρ^*	Masse volumique	g/cm^3
ρ_m	Masse volumique du métal	kg/m^3
$\rho_{r,tassée}$	Densité relative de la poudre tassée	-
$\rho_{r,versée}$	Densité relative de la poudre versée	-
$\rho_{tassée}$	Masse volumique apparente de la poudre tassée	-
$\rho_{versée}$	Masse volumique apparente de la poudre versée	g/cm^3
σ_{lg}	Tension de surface liquide-gaz	N/m
Φ_l	Diamètre de spot laser	µm
ω	Vitesse angulaire du disque tournant	rd/s

Chapitre IV :

Symbole	Dénomination	Unités
$[O]$	Concentration en oxygène dissous dans le TA6V	% massique
A	Déformation à la rupture	%
a	Paramètre de maille d'une structure hexagonale	Å
A_{SL}	Déformation à la rupture en sens long	%
A_{ST}	Déformation à la rupture en sens travers	%
A_{Vil}	Déformation à la rupture obtenue par Thomas Vilaro	%
c	Paramètre de maille d'une structure hexagonale	Å
C_{ox}	Coefficient d'influence de l'oxygène sur le module d'Young	GPa/ (% massique)
d_{10}	Diamètre équivalent supérieur ou égal à celui de 10% des particules analysées	µm
d_{50}	Diamètre équivalent supérieur ou égal à celui de 50% des particules analysées	µm
d_{90}	Diamètre équivalent supérieur ou égal à celui de 90% des particules de la poudre	µm
d_{90}	Diamètre équivalent supérieur ou égal à celui de 90% des particules analysées	µm
d_{max}	Diamètre équivalent maximum des particules analysées	µm
d_{min}	Diamètre équivalent minimum des particules analysées	µm

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

E	Module d'Young	GPa
$E_0(TTH)$	Module d'Young de l'alliage de TA6V sans oxygène dissous pour un traitement thermique considéré	GPa
E_{SL}	Module d'Young obtenu en sens long	GPa
E_{ST}	Module d'Young obtenu en sens travers	GPa
E_{Vil}	Module d'Young obtenu par Thomas Vilaro	GPa
HRC	Dureté Rockwell	HRC
HV	Dureté Vickers	HV
HV_i	Dureté Vickers à une charge de i kg	HV
L_0	Longueur de jauge de l'extensomètre	mm
$m_{bac\ alim,\ Xi}$	Masse de poudre restante dans le bac d'alimentation après le cycle Xi	kg
$m_{bac\ fab,\ Xi}$	Masse de poudre non fondue restante dans le bac de fabrication après le lasage du cycle Xi	kg
$m_{cendrier,\ Xi}$	Masse de poudre recueillie dans le cendrier à l'issue de la fabrication Xi	kg
$m_{complément\ poudre\ recyclée\ X\text{-}1\ fois,\ Xi+1}$	Masse de poudre récupérée après tamisage de la masse de poudre $m_{cendrier,\ Xi}$ ajoutée à la poudre du bac de fabrication au début du cycle Xi+1	kg
$m_{pertes\ fab,\ Xi}$	Masse de poudre perdue par évaporation ou lors de la manutention durant le cycle Xi	kg
$m_{pertes\ tamis\ bac\ fab,\ Xi}$	Masse de poudre retenue par le tamis après tamisage de la masse de poudre $m_{bac\ fab,\ Xi}$	kg
$m_{pertes\ tamis\ cendrier,\ Xi}$	Masse de poudre retenue par le tamis après tamisage de la masse de poudre $m_{cendrier,\ Xi}$	kg
$m_{pièces\ fab,\ Xi}$	Masse de poudre consolidée au cycle Xi	kg
$m_{poudre\ neuve}$	Masse de poudre neuve intervenant dans la dilution de la poudre recyclée	kg
$m_{poudre\ recyclée}$	Masse de poudre recyclée intervenant dans la dilution de la poudre recyclée	kg
$m_{recyclée,\ Xi}$	Masse de poudre recyclée X fois récupérée après tamisage de la masse de poudre $m_{bac\ fab,\ Xi}$	kg
$m_{totale\ du\ mélange\ de\ poudre}$	Masse totale de poudre diluée	kg
$m^{X\text{-}1}_{bac\ alim}$	Masse de poudre recyclée i fois introduite dans la machine préalablement au cycle X1	kg
n	Coefficient d'écrouissage	-
n_{SL}	Coefficient d'écrouissage en sens long	-
n_{ST}	Coefficient d'écrouissage en sens travers	-
P	Puissance laser	W
Rm	Résistance maximale à la traction	MPa
Rm_{SL}	Résistance maximale à la traction en sens long	MPa
Rm_{ST}	Résistance maximale à la traction en sens travers	MPa
Rm_{Vil}	Résistance maximale à la traction obtenue par Thomas Vilaro	MPa
$Rp_{0,2}$	Limite d'élasticité à 0,2% de déformation plastique	MPa
$Rp_{0,2\ SL}$	Limite d'élasticité à 0,2% de déformation plastique en sens long	MPa
$Rp_{0,2\ ST}$	Limite d'élasticité à 0,2% de déformation plastique en sens travers	MPa

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

$Rp_{0,2\ Vil}$	Limite d'élasticité à 0,2% de déformation plastique obtenue par Thomas Vilaro	MPa
S_{env}	Surface enveloppe totale	cm^2
$S_{env,\ Xi}$	Surface enveloppe totale des pièces réalisées au cycle Xi	cm^2
t_{int}	Temps d'interaction	ms
T_β	Transus β	°C
V	Vitesse de balayage du faisceau laser	mm/s
$\Delta V_{solidification}$	Diminution du volume du métal lors de sa solidification	g/cm^3
ν	Coefficient de Poisson	-
ρ	Masse volumique	g/cm^3
ρ_l	Masse volumique à l'état liquide	g/cm^3
ρ_s	Masse volumique à l'état solide	g/cm^3
$\tau_{cendrier/bac\ fab,\ Xi}$	Proportion de poudre récupérée dans le cendrier à la fin du cycle Xi par rapport à la poudre récupérée dans le bac de fabrication	-
$\tau_{dilution}$	Taux de dilution de la poudre recyclée	-
$\tau_{pertes\ tamis\ cendrier,\ Xi}$	Taux poudre mise au rebut lors du tamisage du cendrier au cycle Xi	-
$\tau_{recyclage\ bac\ fab,\ Xi}$	Taux de recyclage de la poudre récupérée au cycle Xi	-
Φ_l	Diamètre du faisceau laser	µm

Chapitre V :

Symbole	Dénomination	Unités
d	Longueur des rectangles de lasage	µm
D_v^{crit}	Débit volumique critique correspondant à un temps de mise en couche nul et à un taux de recouvrement nul	cm^3/h
D_v^{exp}	Débit volumique expérimental	cm^3/h
$D_v^{souhaité}$	Débit volumique souhaité	cm^3/h
e_{app}	Largeur apparente du cordon	µm
e_{int}	Largeur du volume d'interaction laser-lit de poudre	µm
Ev	Écart-vecteur	µm
H_{app}	Hauteur apparente du cordon	µm
$H_{app,i}$	Hauteur apparente du cordon à la couche i	µm
H_{total}	Hauteur totale de la pièce envisagée	µm
H_{ZR}	Hauteur de la zone refondue	µm
l	Largeur des rectangles de lasage	µm
N_{cord}	Nombre de cordons lasés par rectangle de lasage	-
$N_{couches}$	Nombre de couches	-
P	Puissance laser	W
P_t	Porosité totale du lit de poudre	-
r_e^{cordon}	Rapport d'élancement du cordon	%

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

S	Section du lit de poudre affecté par le laser	μm^2
S_{bac}	Surface du bac de fabrication	μm^2
S_l	Surface des rectangles de lasage	μm^2
$S_{las,i}$	Surface à laser à la couche *i*	μm^2
t_{fab}	Temps de fabrication	s
$t_{las,i}$	Temps de lasage de la couche *i*	s
t_{ls}	Temps de lasage surfacique d'un rectangle de lasage	s/mm^2
t_{ls}^{*}	Temps de lasage surfacique correspondant à un taux de recouvrement nul sans retrait radial	s/mm^2
t_{ls}^{crit}	Temps de lasage surfacique critique correspondant à un taux de recouvrement nul	s/mm^2
t_{mc}	Temps de mise en couche	s
$t_{mc}^{admissible}$	Temps de mise en couche maximum pour obtenir $D_v^{souhaité}$	s
V	Vitesse de balayage du laser	mm/s
α_i	Nombres de rectangles de lasage nécessaires pour laser la couche *i*	-
β	Facteur de forme de l'interaction laser-matière	-
γ	Facteur de forme de l'interaction laser-matière	-
Γ_i	Fraction surfacique du bac de fabrication à consolider à la couche *i*	-
δ_i	Facteur de forme appliqué à la couche *i*	-
ΔX	Retrait radial du lit de poudre après la formation du cordon	µm
$\Delta X / X$	Retrait radial adimensionnalisé du lit de poudre après la formation du cordon	-
ΔZ	Retrait axial du lit de poudre après la formation du cordon	µm
$\Delta Z / Z$	Retrait axial adimensionnalisé du lit de poudre après la formation du cordon	-
ΔZ_{piston}	Abaissement programmé du piston de fabrication	µm
ΔZ_{poudre}	Hauteur du lit de poudre	µm
$\Delta Z_{poudre,i}$	Hauteur du lit de poudre étalé à la couche *i*	µm
ρ_l	Masse volumique du liquide	g/cm^3
ρ_s	Masse volumique du solide	g/cm^3
τ_r	Taux de recouvrement entre deux cordons juxtaposés	%
Φ_l	Diamètre du faisceau laser	µm
ω	Retrait axial adimensionné du lit de poudre après la formation du cordon	-
Ψ	Coefficient d'anisotropie	-

Chapitre VI :

Symbole	Dénomination	Unités
Abs^{poudre}	Absorptivité de la poudre	%
c	Vitesse le la lumière dans le vide	m/s

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Cp_l	Capacité calorifique massique du liquide	$J.kg^{-1}.K^{-1}$
Cp_s	Capacité calorifique massique du solide	$J.kg^{-1}.K^{-1}$
d	Taille du défaut à observer	mm
d_{10}	Diamètre équivalent supérieur ou égal à celui de 10% des particules analysées	µm
d_{50}	Diamètre équivalent supérieur ou égal à celui de 50% des particules analysées	µm
d_{90}	Diamètre équivalent supérieur ou égal à celui de 90% des particules analysées	µm
d_i	Distance séparant deux isothermes suivant la direction i	µm
$d_{i,Tj}$	Distance séparant le point chaud du contour de la tache seuillée à la température équivalente de platine T_j suivant la direction i	µm
Dil	Dilution	%
DL	Niveau d'intensité lumineuse	-
$D_v^{cordon,exp}$	Débit volumique expérimental de cordon consolidé	mm^3/s
$D_v^{cordon,théo}$	Débit volumique théorique de cordon consolidé	mm^3/s
D_v^{poudre}	Débit volumique de poudre	mm^3/s
D_v^{ZR}	Débit volumique de zone refondue	mm^3/s
e_{app}	Largeur apparente du cordon	µm
e_{int}	Largeur du volume d'interaction laser-lit de poudre	µm
E_l	Énergie linéique	J/mm
E_s	Énergie surfacique	J/mm^2
Ev	Écart-vecteur	µm
$E_{vol,1}$	Énergie volumique	J/mm^3
E_λ	Émittance énergétique d'un corps chaud à la longueur d'onde λ dans toutes les directions du demi-espace dans lequel il rayonne	$W.m^{-3}$
F	Fonction du temps d'intégration caméra	-
f	Fréquence d'acquisition de la caméra	Hz
F_{C263}	Fonction du temps d'intégration caméra intégrant la valeur d'émissivité du Nimonic 263	-
G	Gradient thermique dans le bain liquide	$°C_{eq\ Pt}/µm$
$G1$	Gradient thermique en amont du bain	$°C_{eq\ Pt}/µm$
$G2$	Gradient thermique en aval du bain	$°C_{eq\ Pt}/µm$
$G3$	Gradient thermique sur la gauche du bain	$°C_{eq\ Pt}/µm$
$G4$	Gradient thermique sur la droite du bain	$°C_{eq\ Pt}/µm$
h	Constante de Planck	J.s
H_{bain}	Hauteur du bain (cordon et zone refondue)	µm
H_{app}	Hauteur apparente du cordon	µm
H_{ZR}	Profondeur de la zone refondue	µm
I	Intensité laser	W/mm^2
k	Constante de Boltzmann	J/K
L	Longueur du cordon fondu assimilé à un demi-cylindre	µm
l_{app}	Longueur apparente du bain liquide	µm

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

L_λ	Luminance énergétique d'un corps chaud à la longueur d'onde λ dans toutes les directions du demi-espace dans lequel il rayonne	$W.m^{-3}.sr$
M_λ	Émittance énergétique d'un corps chaud à la longueur d'onde λ dans toutes les directions du demi-espace dans lequel il rayonne	$W.m^{-3}$
$N_{couches}$	Nombre de couches	-
$Ø$	Diamètre du cordon fondu assimilé à une portion de cylindre	µm
P	Puissance laser	W
P_t	Porosité totale du lit de poudre	-
$P_{t,inter}$	Porosité interparticulaire d'un arrangement de particules de poudre	%
$P_{t,intra}$	Porosité intraparticulaire de la poudre	%
r_e^{bain}	Rapport d'élancement du bain	%
r_e^{cordon}	Rapport d'élancement du cordon	%
r_e^{ZR}	Rapport d'élancement de la zone refondue	%
S_c	Surface transversale du cordon	$µm^2$
Seuil	Seuil caméra	-
S_{ZR}	Surface transversale de la zone refondue	mm^2
T	Température	K (ou °C)
T_1	Température de seuil	$°C_{eq\ Pt}$
T_2	Température de seuil	$°C_{eq\ Pt}$
$t_{2,T1}$	Instant auquel un point situé sur la direction 2 est à la température T_1	s
$t_{2,T2}$	Instant auquel un point situé sur la direction 2 est à la température T_2	s
T_{amb}	Température ambiante	K (ou °C)
$T_{eq\ Pt}$	Température équivalente de l'étalon de platine	$°C_{eq\ Pt}$
T_f	Température de fusion	$°C_{eq\ Pt}$
T_i	Température du point i	K
TI	Temps d'intégration de la caméra	µs
t_{int}	Temps d'interaction laser	ms
T_{pic}	Température pic	K (ou °C)
$\dot{T}_r$	Vitesse de refroidissement	$°C_{eq\ Pt}/s$
V	Vitesse de balayage du laser	mm/s
V_r	Vitesse de refroidissement	$°C_{eq\ Pt}/s$
V_s	Vitesse de solidification	$°C_{eq\ Pt}/s$
γ_i	Tension de surface du point i	J/m^2
ΔH_f	Chaleur latente de fusion	$J.g^{-1}$
ΔZ_{piston}	Abaissement programmé du piston de fabrication	µm
ΔZ_{poudre}	Hauteur de couche de poudre à laser	µm
ε	Émissivité hémisphérique	-
ε_{C263}	Émissivité du C263	-
ε_n	Émissivité normale	-
λ	Longueur d'onde d'un rayonnement électromagnétique	nm

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

λ_{max}	Longueur d'onde du maximum d'émission du corps noir	µm
λ_{osc}	Longueur d'onde des instabilités de Rayleigh	mm
λ_{th}	Conductivité thermique	$W.cm^{-1}.K^{-1}$
ρ	Masse volumique	g/cm^3
τ_r	Taux de recouvrement entre deux cordons juxtaposés	%
Φ	Angle du bain liquide assimilé à une portion de cylindre avec le substrat	°
ω	Retrait axial adimensionné du lit de poudre après la formation du cordon	-
Ψ	Coefficient d'anisotropie	-

Annexe A :

Symbole	Dénomination	Unités
d_{90}	Diamètre équivalent supérieur ou égal à celui de 90% des particules analysées	µm
f	Fréquence d'acquisition de la caméra	Hz
P	Puissance laser	W
t	Temps	ms
V	Vitesse de balayage du laser	mm/s
λ	Longueur d'onde d'un rayonnement électromagnétique	nm

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Introduction

Qualifiée par certains de "nouvelle révolution industrielle", la fabrication additive regroupe un ensemble de procédés innovants très différents des procédés plus conventionnels de mise en forme tels que la coulée ou le forgeage. Ces techniques additives permettent d'obtenir des pièces de géométries pouvant être très complexes, tout en diminuant les délais de fabrication. L'industrie, notamment aéronautique et aérospatiale, est très intéressée par ces technologies nouvelles et commence leur implantation à grande échelle. Toutefois, les procédés ne sont pas encore tout à fait matures et il est nécessaire de continuer à les améliorer. Le projet FUI-9 FALAFEL s'intéresse au développement et à l'amélioration de deux procédés de fabrication additive que sont la projection laser (DMD) et la fusion sélective par laser de lits de poudre métallique (SLM). C'est dans le cadre de ce projet que les travaux de thèse sur le SLM présentés ici ont été menés.

Le premier chapitre de cette thèse consistera en une présentation de la fabrication additive en général. Les tenants et aboutissants de cette famille de procédés seront abordés, ainsi que leur intérêt économique et stratégique. Plusieurs procédés de fabrication additive seront décrits et une attention plus particulière sera apportée aux procédés utilisant des lits de poudre, notamment au SLM.

Le deuxième chapitre abordera les matériaux utilisés dans ces travaux de thèse, à savoir l'alliage de titane TA6V et le superalliage Nimonic 263. Une étude bibliographique sur la composition, la microstructure, les traitements thermiques et les propriétés physiques et mécaniques de ces alliages sera présentée.

Le troisième chapitre concernera de la matière première utilisée en SLM : la poudre métallique. Une étude bibliographique sur la mise en forme des poudres sera présentée, notamment en ce qui concerne le procédé d'atomisation par gaz qui a concerné les poudres du projet FALAFEL. Le cahier des charges établi pour les poudres du projet sera également présenté. Enfin, le chapitre traitera de l'analyse des poudres réceptionnées, notamment vis-à-vis des exigences en termes de composition chimique, de morphologie et de distribution granulométrique des particules de poudre.

Le quatrième chapitre traitera de l'étude du recyclage de la poudre qui a été menée durant le projet FALAFEL sur le TA6V. L'intérêt et la démarche d'une telle étude seront présentés ainsi que le protocole de recyclage qui a été défini. Il sera aussi question de l'évolution des propriétés mécaniques des pièces fabriquées à partir de la poudre recyclée. De plus, l'évolution de la granulométrie, de la morphologie et de la composition chimique de la poudre sera investiguée au cours de son recyclage. Enfin, ce chapitre abordera le cas de la dilution qui consiste à fabriquer des pièces à partir d'un mélange de poudre neuve et de poudre recyclée.

Le cinquième chapitre présentera un modèle de consolidation bidirectionnel anisotrope du lit de poudre dans le cas du SLM et de sa confrontation aux données expérimentales. Ce modèle permet de calculer le temps de fabrication d'une pièce et les débits volumiques associés. L'influence des paramètres opératoires sur le temps de fabrication sera également présentée.

Enfin le dernier chapitre traitera de l'étude paramétrique et thermique du procédé SLM avec le Nimonic 263 dans l'optique de mettre en place une solution de contrôle procédé. La première partie de ce chapitre abordera le système de visualisation coaxiale mis en place dans la machine Phénix PM100 du Centre des Matériaux, ainsi que le traitement d'images utilisé pour analyser les films thermiques. Le calcul de l'émissivité du Nimonic 263 sera présenté ainsi que les images thermiques obtenues, notamment celles montrant deux types de défauts caractéristiques du SLM : les projections de gouttelettes liquides hors du bain fondu et le phénomène de *balling*. La seconde partie du chapitre

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

abordera les résultats de l'étude paramétrique sur cordons et sur draps, notamment en ce qui concerne la stabilité des cordons et les données thermiques. Enfin, l'étude de la signature thermique de défauts typiques du SLM sera présentée.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Chapitre I Fabrication directe et additive

Résumé :

La fabrication directe, et plus particulièrement la fabrication additive est une voie d'élaboration en rupture avec les procédés conventionnels de mise en forme. Très intéressantes d'un point de vue industriel, les technologies de fabrication additive n'ont cessé de se développer depuis l'apparition du prototypage rapide dans les années 1980.

Les grandes lignes de la fabrication additive sont présentées dans ce chapitre, de même que les enjeux qu'elle soulève. Différents procédés seront présentés, notamment le procédé SLM qui est au cœur de ce manuscrit.

Sommaire :

I.1 Principes, intérêts économiques et stratégiques 5
I.1.1 Principes de la fabrication additive 6
I.1.2 Avantages et inconvénients 7
I.1.3 Intérêts économiques et stratégiques 11
I.2 Techniques de fabrication additive directe 13
I.2.1 Définition de termes propres à la fabrication additive 14
I.2.2 Stéréolithographie 15
I.2.3 Procédé de flashage 16
I.2.4 Fabrication d'objets par laminage 18
I.2.5 Dépôt fil 19
I.2.6 Impression tridimensionnelle 21
I.2.6.1 3D printing 21
I.2.6.2 Inkjet printing 22
I.2.7 Fusion par faisceau d'électrons 23
I.2.8 Projection laser 25
I.2.9 Frittage et fusion sélective par laser 27
I.2.9.1 Problématique du lit de poudre 29
I.2.9.2 Description des paramètres opératoires utilisés en SLM 31
I.3 Conclusion du chapitre 32

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

La fabrication directe (*direct manufacturing* en anglais) regroupe un ensemble de technologies utilisées pour fabriquer des ébauches tridimensionnelles (3D) ou des pièces directement à partir du fichier de conception assistée par ordinateur (CAO). Cette définition ne se trouve pas dans le dictionnaire, du moins pas encore. En effet, la fabrication directe est une technologie assez récente qui est en pleine expansion.

Aussi appelée fabrication rapide, la fabrication directe dérive du prototypage rapide qui est apparu dans les années 1980. Ce dernier consiste à obtenir des pièces au plus près des cotes, directement à partir d'un fichier numérique de CAO. Comme son nom l'indique, le prototypage rapide n'a pas pour vocation d'obtenir des pièces à intégrer directement dans une machine. Les pièces formées servent généralement à valider un design de composant sur des critères purement géométriques, sans tenir compte des propriétés physiques ou mécaniques desdites pièces. La fabrication directe, elle, s'intéresse à cet aspect, et les pièces obtenues doivent répondre à un cahier des charges industriel défini, tant d'un point de vue géométrique que mécanique.

Le prototypage rapide a subi une démocratisation importante ces dernières années par l'apparition d'imprimantes 3D à très bas coût que l'on peut même trouver sur les sites des grandes surfaces (Carrefour, 2014). La mode est désormais à l'impression 3D qui pour certains est la prochaine révolution industrielle. Le grand public s'extasie devant ces nouveaux procédés sans toutefois en comprendre réellement les tenants et aboutissants, car la "fabrication directe" qu'ils vantent reste du prototypage plus que de la fabrication à proprement parler. En effet, l'utilisation que tout un chacun fait de ces imprimantes 3D (si tant est qu'il ne l'ait pas acheté pour suivre un effet de mode) consiste à fabriquer des pièces en polymère (généralement ABS ou PLA), et les propriétés des matériaux obtenus ne sont généralement pas prises en compte. Cependant, il arrive que les propriétés mécaniques offertes par ces imprimantes 3D suffisent à répondre aux besoins d'un usage domestique la plupart du temps.

On restreint très souvent la fabrication directe à la fabrication additive, aussi appelée *additive manufacturing* (AM) ou *additive layer manufacturing* (ALM) dans la langue de Shakespear. Cette dernière consiste à créer une pièce par ajouts successifs de couches de matière, généralement sur un substrat qui sera séparé de la pièce après fabrication. Elle est à différencier de la fabrication soustractive qui consiste à usiner un bloc de matière plus important que le volume de la pièce finale. Toutefois, à proprement parler, la fabrication directe comprend aussi certains procédés de fabrication soustractive tels que l'UGV (usinage grande vitesse, aussi appelé HSM pour *high speed machining*, cf. Figure I-1). Ces procédés soustractifs ne seront pas abordés dans le cadre de ces travaux de thèse.

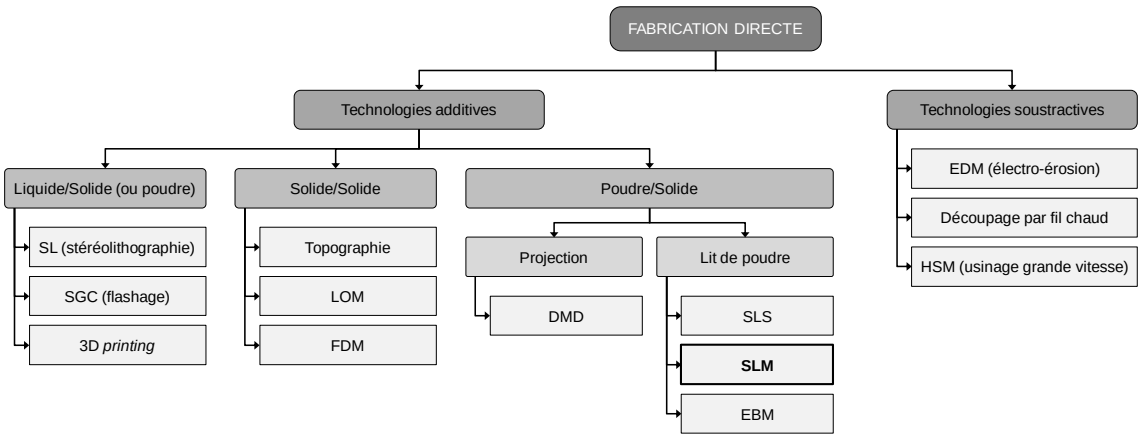


Figure I-1 : Organigramme présentant certains procédés de fabrication directe

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

La fabrication additive n'est pas encore tout à fait mûre pour une application industrielle à grande échelle. C'est pourquoi de nombreux projets sont lancés à travers le monde pour développer les différentes technologies et améliorer leur fiabilité en vue de leur industrialisation. Nous nous trouvons à une époque charnière où l'ALM doit finir de faire ses preuves. Le projet FUI-9 FALAFEL (pour Fabrication Additive par procédés LAser et Faisceau d'ELectrons) a été lancé fin 2010 et vise à développer certains procédés de fabrication additive, notamment en développant une nouvelle génération de machine et des systèmes de *monitoring*/contrôle procédé. Il réunit plusieurs grands acteurs de l'aéronautique et de l'aérospatiale française (Airbus Group Innovations, Dassault Aviation, Safran Snecma, MBDA et Airbus Helicopters) ainsi que différentes PME et laboratoires travaillant dans le domaine de la fabrication additive. Les travaux présentés dans ce manuscrit ont été financés par le biais de ce projet.

I.1 Principes, intérêts économiques et stratégiques

La fabrication additive regroupe un ensemble de techniques innovantes qui sont en rupture avec les méthodes usuelles de mise en forme. Disposer d'une machine capable de créer des pièces à partir de rien (ou presque) présente de nombreux avantages, ce qui rend ces procédés très attractifs, notamment aux yeux de l'industrie aéronautique et aérospatiale. Comme dit précédemment, ce chapitre ne traitera que de la fabrication additive (fabrication de pièces couche par couche, cf. Figure I-2) et délaissera les solutions de fabrication directe soustractive (usinage). Certains procédés de fabrication additive seront décrits plus en détails dans la section I.2.

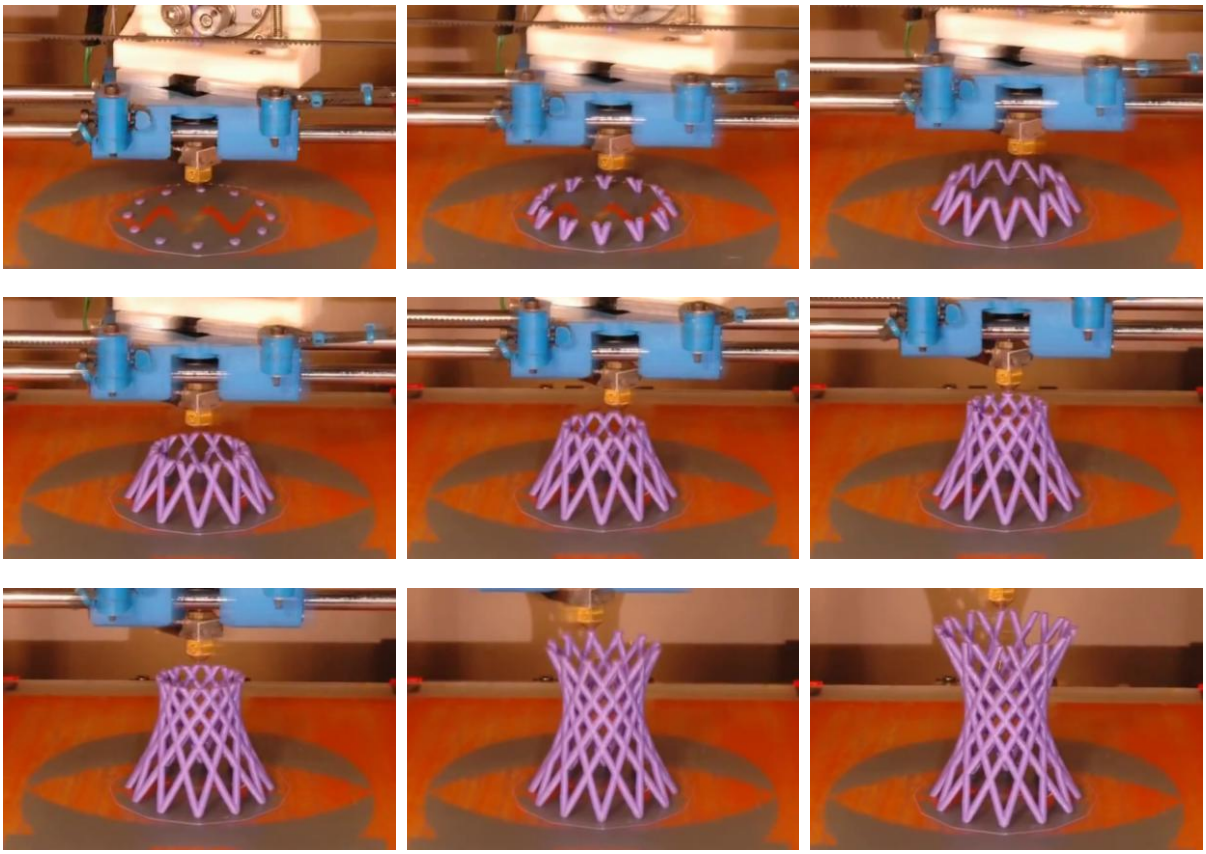


Figure I-2 : Création d'un hyperboloïde couche par couche par fabrication additive (ici un matériau polymère mis en forme par FDM photographié à différents stades de la fabrication) (OhmEye1, 2012)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

I.1.1 Principes de la fabrication additive

Peu importe le procédé utilisé, la fabrication additive se caractérise par une relative simplicité d'utilisation puisqu'elle ne nécessite théoriquement que le fichier de CAO de la pièce à fabriquer (ainsi que la matière première sous la forme adéquate au procédé considéré). Cependant, le monde réel est bien loin de cette approche "presse bouton" que les vendeurs d'imprimantes 3D grand public utilisent souvent pour faire la promotion de leurs produits. Obtenir une pièce par ALM nécessite de passer par plusieurs étapes (cf. Figure I-3).

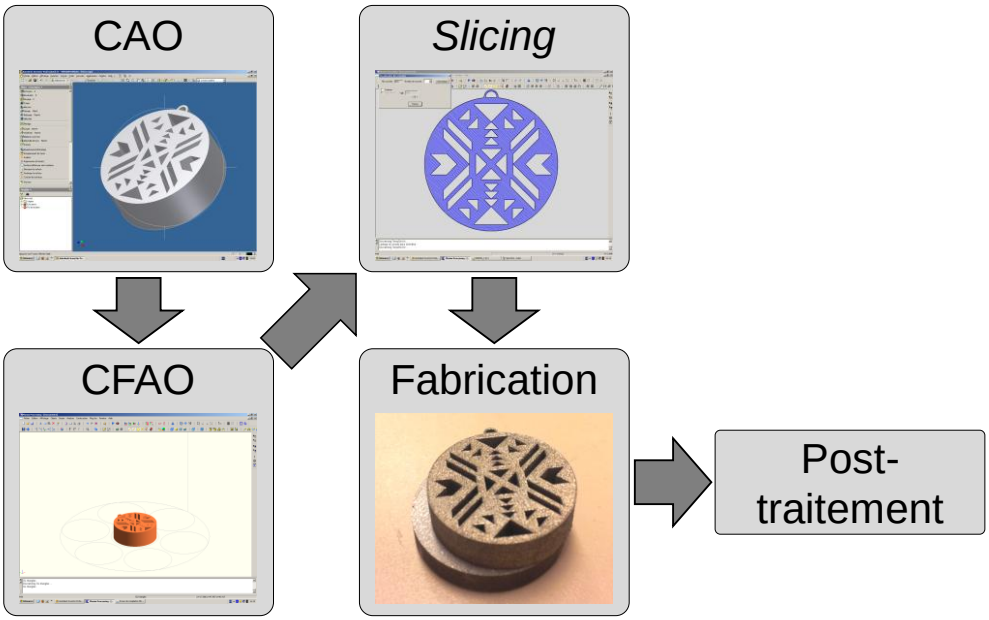


Figure I-3 : Synoptique d'élaboration d'une pièce par fabrication additive

En fabrication additive, tout part effectivement du fichier CAO de la pièce considérée. La plupart du temps, celui-ci est enregistré au format .stl ; ce format ne décrit que la géométrie de surface de la pièce sans une quelconque information sur sa couleur, sa texture ou ses propriétés qui sont généralement renseignées en CAO. Une fois ce fichier arrêté, il convient de le retravailler par un logiciel de CFAO (conception et fabrication assistées par ordinateur), généralement propre au procédé, voire à la machine considérée. Cette étape permet de paramétrer la manière dont la pièce sera construite : l'orientation de la pièce dans la machine (donc son sens de fabrication), l'épaisseur des couches nécessaires, l'utilisation de supports de soutènement ou non, etc. Cette étape est cruciale à la qualité de la pièce ; en effet, les contre-dépouilles (*i.e.* les zones non soutenues verticalement par d'autres couches précédemment solidifiées) nécessitent généralement des supports afin d'améliorer la stabilité de la construction et d'éviter que la pièce ne s'effondre sur elle-même lors de sa fabrication. Certains logiciels destinés à la fabrication additive, tel que Magics, proposent des modules permettant de dimensionner et positionner automatiquement ces supports qui seront enlevés manuellement après fabrication (Materialise, 2014), mais cette étape nécessite néanmoins une supervision humaine.

Ensuite intervient le tranchage (*slicing*) de la pièce (ou des pièces et de leurs supports). Cette étape, effectuée par le logiciel de CFAO, va découper la géométrie en couches, chacune correspondant à la section de la pièce selon un plan perpendiculaire à la direction de fabrication (cf. Figure I-4). Le nombre de couches obtenu dépend de la hauteur de la pièce et de l'épaisseur de couche souhaitée : une pièce de 100 mm de haut paramétrée avec des couches de 40 µm sera donc composée de 2 500 couches. Suite à cette étape, il convient de régler les paramètres opératoires de la machine de

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

fabrication additive, notamment l'apport d'énergie et de matière. Suivant le *slicing* mis en œuvre, la résolution géométrique de la pièce selon la direction de fabrication peut être plus ou moins bonne (cf. Figure I-5).

La pièce peut alors être fabriquée couche par couche en déposant et consolidant successivement de la matière (cf. Figure I-2). Chaque couche peut être obtenue progressivement (par exemple en faisant fondre de la poudre sous un laser se déplaçant, cf. section I.2.9), ou en une fois (par exemple à l'aide d'une résine photopolymérisante et d'un masque, cf. section I.2.3). Enfin, tout ou partie de la pièce peut éventuellement être post-traitée (réusinage, traitement de surface, traitement thermique, etc.).

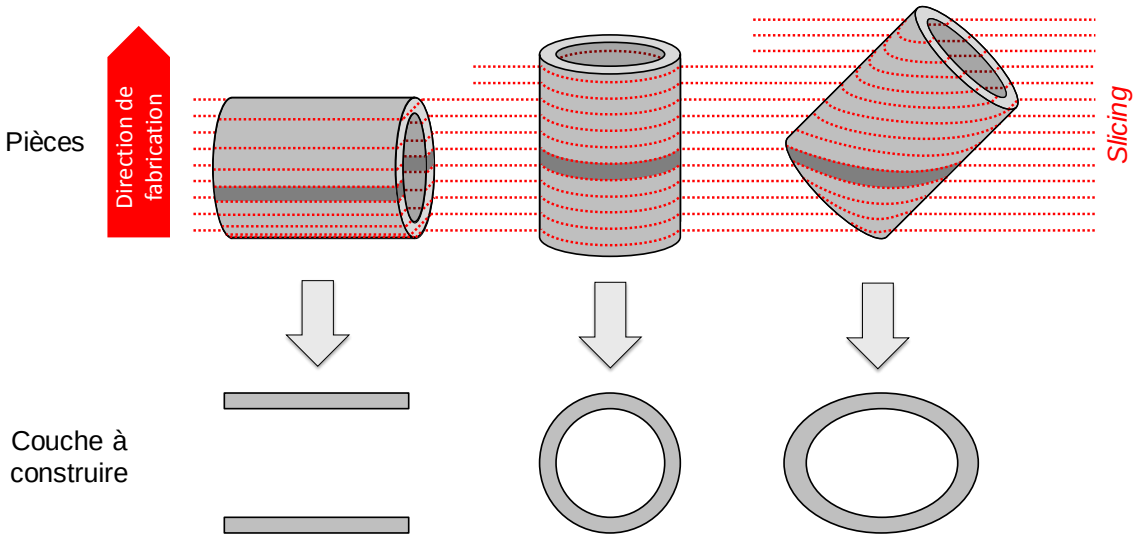


Figure I-4 : Slicing d'un tube en fonction de son orientation dans la chambre de fabrication par rapport à la direction de fabrication

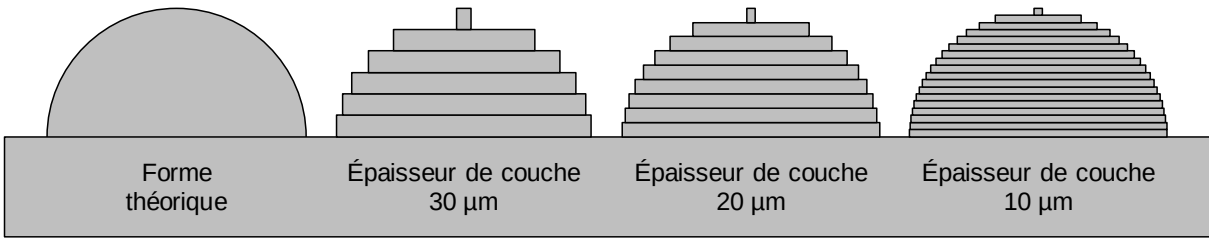


Figure I-5 : Schématisation de l'évolution de la résolution géométrique d'une pièce de 180 µm de haut en fonction de la hauteur de couche considérée lors de l'étape de *slicing*

I.1.2 Avantages et inconvénients

Le principal avantage de la fabrication additive est de pouvoir fabriquer des pièces de géométries complexes qu'il serait impossible d'obtenir par usinage. Certains procédés, notamment les procédés par lits de poudre, permettent par exemple de créer des structures creuses (cf. Figure I-6), ce qui ouvre de nouvelles perspectives, par exemple pour obtenir des conduits de refroidissement qu'il serait impossible de percer dans une pièce massive. Il est également possible d'obtenir des structures équivalentes à des mousses métalliques ou en nids d'abeilles pour des applications du type échangeurs thermiques. De même, il est possible d'obtenir des structures en treillis, ce qui permet de gagner de la masse comparée à une structure massive. Ces structures peuvent également être conçues pour exhiber

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

un coefficient de Poisson qui peut être contrôlé (Yang, et al., 2012) (et même nul ou négatif, voire pouvant varier en différents endroits de la pièce (Chen, 2014)). Ceci ouvre de nouvelles perspectives de conception car il est alors possible d'avoir des matériaux (ou plutôt des géométries) métalliques auxétiques (cf. Figure I-7) alors que cela était jusqu'à présent réservé à un nombre très restreint de matériaux (certaines mousses polymères, certains composites et quelques minéraux tels que les zéolithes). Ajoutons par ailleurs que la fabrication additive s'utilise de manière globale sur tous les matériaux, que ce soient des métaux (Maisonneuve, 2008), (Vilaro, 2011), des céramiques (Shaker-Hermier, 2015), des polymères (Dumoulin, 2013), voire des composites à matrice métallique et à renforts particulaires (Orecchia, 2008), (Gu, et al., 2014) ou encore des matériaux à gradients de composition (Qian, et al., 2014).

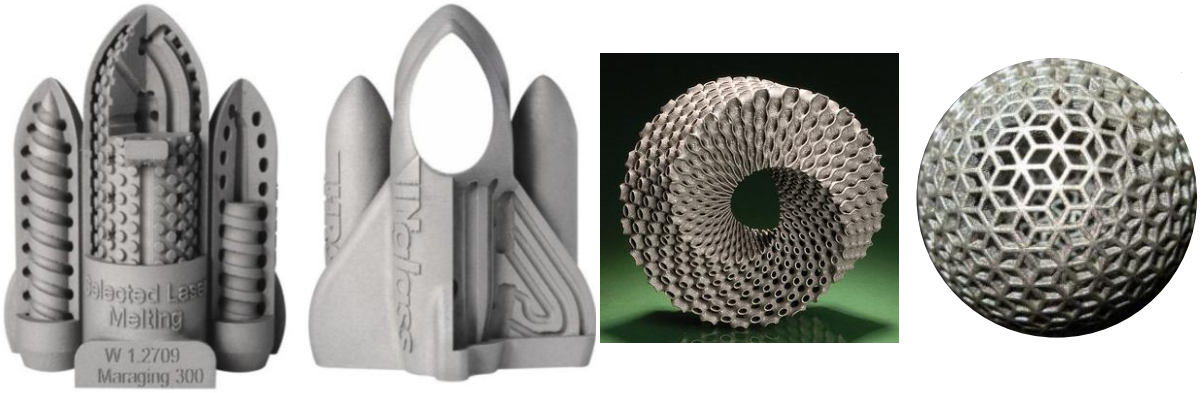


Figure I-6 : Exemples de pièces aux géométries complexes qu'il est possible d'obtenir par fabrication additive (ici par frittage laser sélectif, SLS, et fusion laser sélective, SLM) (Binder, 2011), (TWI Ltd., 2014), (Phoenix DeVentures, 2012)

D'autres procédés, tels que les procédés par dépôt (de poudre ou de fil) présentent l'avantage de pouvoir fonctionnaliser des pièces déjà existantes, c'est-à-dire, par exemple, ajouter des pattes de fixation sur une pièce qui n'en avait pas, ou évaser un tube ne présentant pas le bon diamètre. Ces procédés peuvent aussi être mis en œuvre afin de réparer des pièces abîmées sans avoir à repartir de zéro. Notons aussi que la fabrication additive permet d'obtenir facilement de nouvelles pièces dont les moules originels auraient été perdus, endommagés ou jetés du fait de la vétusté de la machine en question. En scannant une pièce, même cassée, il est possible d'en obtenir un modèle 3D que l'on peut alors modifier (pour "réparer" le défaut sur la CAO). Il ne reste alors plus qu'à fabriquer la nouvelle pièce et la remettre dans la machine (Buican, et al., 2014). Il est même possible d'utiliser la fabrication additive pour recréer les moules perdus, ou même en concevoir de nouveaux ; dans ce cas, le terme d'outillage rapide peut alors être utilisé pour parler de fabrication directe. Il est même possible de créer des conduits de refroidissement complexes au plus proche de la surface moulant, ce qu'on appelle plus communément le *conformal cooling*. De par les libertés géométriques qu'elle offre, les moulistes se penchent sur la fabrication additive (Marcos, 2016).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

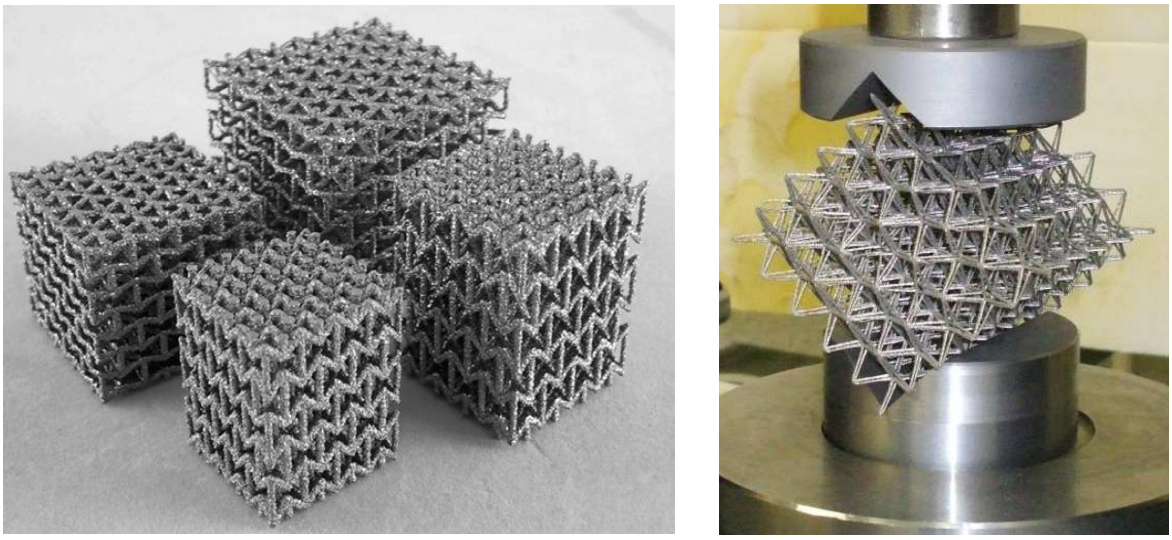


Figure I-7 : Exemples de structures auxétiques réalisées par fabrication additive (Yang, et al., 2012), (Dirrenberger, 2013)

L'infinité (relative) de géométries atteignables par ALM est extrêmement intéressante pour l'industrie aéronautique et aérospatiale où l'on cherche à avoir des structures plus résistantes et plus légères. La fabrication additive est en effet parfaitement adaptée à l'optimisation topologique. Cette technique consiste, à partir de simulations numériques, à déterminer les zones de la pièce où se trouvent les contraintes et à modifier sa géométrie de manière à n'avoir de la matière que là où elle est nécessaire. Cette approche amène à des designs souvent assez organiques et entraîne un allègement maximal des pièces ; elle a déjà été mise en œuvre avec succès par Airbus Astrium pour des pièces de satellites (Michaud, 2014). Outre l'optimisation topologique, la fabrication additive permet de modifier la manière de concevoir les pièces. Il est possible d'obtenir une pièce d'un seul tenant à la place d'un assemblage de plusieurs pièces (cf. Figure I-8). L'aéronautique est sensible à cet aspect car les opérations d'assemblage sont systématiquement contrôlées, ce qui a un coût. D'autre part, la fabrication additive ouvre de nouveaux horizons quant à l'obtention de pièces à gradients de propriétés structurales. On peut en effet envisager d'avoir une pièce présentant des contours denses et un cœur poreux, ou l'inverse (Petzoldt, et al., 2014).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Figure I-8 : Injecteur de carburant de General Electrics formé par fabrication additive en une seule pièce 25 % plus légère que lorsqu'il est obtenu par l'assemblage de 18 pièces différentes conventionnellement utilisé (Toensmeier, et al., 2014)

L'autre gros point fort de la fabrication additive est que pour un matériau donné, la pièce est obtenue "directement" depuis le fichier CAO. Ce point soulève plusieurs aspects :

- Il n'est pas nécessaire de réaliser de moule donc les pièces sont plus rapidement produites. La fabrication additive accélère les temps de développement des pièces et diminue leurs coûts.
- Le même lot de matière première (généralement sous forme de poudre, de fil ou de résine) peut servir à fabriquer des pièces de géométries très différentes (alors qu'il serait difficile de fabriquer un injecteur de carburant en usinant une tôle). La fabrication additive implique une gestion facilitée de la matière première.
- Seule la matière nécessaire à la réalisation de la pièce (et à ses éventuels supports de fabrication) est utilisée. Il n'y a donc pas de génération de copeaux comme en usinage. Pour la plupart des procédés, il est possible de réutiliser la matière n'ayant pas servi à faire la pièce (une nuance sera émise concernant le procédé SLM dans le Chapitre IV). La fabrication additive permet une économie de matière.
- Il n'est pas nécessaire de multiplier les machines pour réaliser des pièces différentes. Dans la limite des dimensions qu'elle permet de construire, la même machine de fabrication additive peut, par exemple, fabriquer simultanément des aubes de turbines, des implants dentaires et des injecteurs. Cet aspect fait souvent fantasmer les adeptes de conquête spatiale qui verraient bien des machines de fabrication additive sur une future base lunaire afin que les spationautes puissent réparer ou fabriquer leur équipement sur place (Fateri, et al., 2014). La fabrication additive permet donc une économie de moyens.

La fabrication additive n'est cependant pas le Graal promis par bien des commerciaux, et elle présente certains inconvénients. Par exemple, les géométries qu'il est possible d'atteindre ne sont pas infinies. Il y a d'une part une limitation géométrique imposée par la résolution du procédé choisi. D'autre part, l'orientation de la pièce lors de sa construction peut être un facteur limitant. Bien qu'il puisse être possible de contourner une partie de cette difficulté par l'utilisation de supports de fabrication (pour améliorer les contre-dépouilles), tout n'est pas pour autant permis. D'autant que les

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

procédés de fabrication additive exhibent souvent une anisotropie, tant au niveau des défauts dans les pièces que de la microstructure (généralement colonnaire dans la direction de fabrication des pièces), qui peut imposer le positionnement de la pièce dans le volume constructible de la machine afin d'obtenir les propriétés souhaitées. Il est envisageable d'effacer l'anisotropie microstructurale par l'utilisation de traitements thermiques adaptés (Vilaro, et al., 2011). L'anisotropie de défaut, elle, peut être limitée par l'utilisation de post-traitements tels qu'une compression isostatique à chaud (CIC, ou HIP en anglais pour *high isostatic pressing*) (Maisonneuve, 2008). Toutefois ces traitements sont onéreux et une meilleure maîtrise des procédés devrait permettre de diminuer le nombre et la taille de ces défauts, voire de les supprimer.

Les procédés additifs génèrent également souvent de mauvais états de surface. Si ce point peut être un avantage pour certaines applications médicales (car la rugosité d'un implant favorise son ancrage et la croissance des tissus cicatriciels (Tejero, et al., 2014)), il est souvent considéré comme néfaste pour les applications aéronautiques, et il faudra souvent effectuer un réusinage de certaines parties des pièces (intérieur des conduites, surfaces de contact entre deux pièces, etc.). D'autre part, s'il est théoriquement possible d'utiliser la fabrication additive avec tous les matériaux, certains sont limités à quelques procédés uniquement. De plus, comme la matière première doit être un semi produit (poudre ou fil), elle affiche généralement un surcoût. Le prix d'une pièce faite par fabrication additive est généralement plus élevé qu'une pièce standard. Ajoutons qu'une même machine ne peut généralement pas passer d'une famille de matériaux à une autre sans nécessiter des aménagements. Par exemple, une machine conçue pour travailler sur des lits de poudre d'acier inoxydable pourra certes travailler sur d'autres alliages métalliques, mais ne pourra généralement pas utiliser de poudres polymères ou de céramiques telle quelle. Il conviendra de modifier la machine, notamment au niveau du système d'apport d'énergie (en changeant le laser par exemple). Précisons enfin que la taille de la majorité des machines actuelles est assez limitée.

Notons par ailleurs que, comme ces technologies sont encore jeunes, les bureaux d'études n'ont pas encore forcément le recul nécessaire pour aborder pleinement la fabrication additive. La grande complexité de géométries offertes par ALM (et notamment par le procédé SLM) permet de reconcevoir des pièces complètement. Il peut être plus intéressant de travailler sur un design totalement nouveau que sur une adaptation de pièces déjà existantes (le gain de masse peut alors s'avérer nettement supérieur (Abed, 2014)).

I.1.3 Intérêts économiques et stratégiques

Dès lors, malgré ses inconvénients, la fabrication additive reste une technologie présentant de très forts avantages. D'une part, elle permet de diminuer les délais nécessaires à l'obtention des pièces : il est possible de les obtenir en quelques semaines plutôt qu'en quelques mois (Klocke, et al., 2014). Cela réduit le temps de développement des projets, notamment dans les domaines aéronautique et aérospatial où il faut parfois attendre des années entre la réception de la matière première et l'obtention de la pièce finale (Michaud, 2014).

La flexibilité de la fabrication additive en fait aussi un atout pour le développement. Avec la même machine, il est par exemple possible de produire différentes géométries de pièces que l'on pourra tester en conditions réelles, et ce en quelques semaines. Des ébauches ou mêmes des pièces peuvent être produites rapidement à l'échelle 1:1, ce qui permet aux bureaux d'études d'avoir des maquettes (voire des pièces fonctionnelles) pour la conception et envisager les solutions disponibles pour l'intégration des composants (un câblage ou une carte électronique par exemple), ou pour tester un nouveau design de pièce (Drouot, 2014). D'autre part, cette grande flexibilité fait que la fabrication additive est parfaitement adaptée au domaine médical et à la fabrication de prothèses. Ainsi, chaque

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

patient peut avoir un implant parfaitement adapté à sa taille et à sa morphologie et il n'est plus nécessaire d'avoir recours aux traditionnelles ébauches génériques qui peuvent être inadaptées à certains patients.

Malgré un prix unitaire généralement plus élevé, l'aéronautique et l'aérospatiale sont demandeurs de pièces faites par fabrication additive. En effet, remplacer un assemblage soudé par une pièce monobloc, même si elle est plus chère, diminue le nombre d'opérations de contrôle et le nombre de rebuts (car il y en a à la fabrication et au soudage). Cela peut aboutir à un coût total inférieur pour une pièce faite par ALM que par voies conventionnelles. La fabrication additive diminue aussi le *buy-to-fly ratio* qui est le rapport entre la masse approvisionnée pour faire une pièce (avant usinage, soudage, etc) et la masse de la pièce qui vole effectivement. Frazier rapporte que l'utilisation de la fabrication additive peut améliorer le *buy-to-fly ratio* de plus de 79 % sur une pièce aéronautique typique (Frazier, 2014). Même si ce ratio n'est pas amélioré, il peut parfois être rentable de faire une pièce par fabrication additive. En effet, grâce aux nouvelles géométries qu'il est possible de faire, les pièces peuvent afficher un gain de masse de plus de 25 % (Toensmeier, et al., 2014). Or, dans le domaine aéronautique et plus particulièrement dans l'aérospatiale, un engin plus léger nécessite moins de carburant pour voler. Cela veut dire que l'on peut économiser du carburant et avoir des fusées plus économiques (Michaud, 2014), ou des avions moins gourmands en kérosène (quelques kilogrammes de moins par avion peuvent se chiffrer en millions d'euros à l'échelle d'une flotte (Frazier, 2014)). Une autre façon de voir les choses est qu'avec un avion (ou une fusée) plus léger, il est possible de transporter une charge utile plus importante pour la même quantité de carburant. Cet aspect a aussi un impact écologique dans le sens où la quantité de pollution produite par kilogramme transporté diminue.

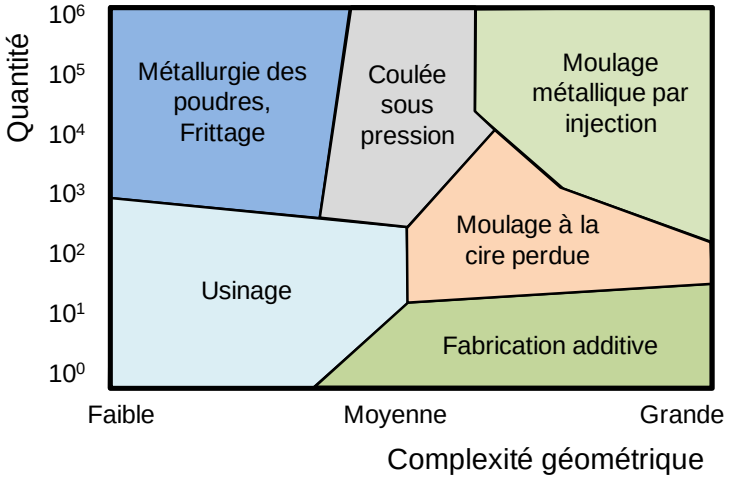


Figure I-9 : Répartition des différents procédés de mise en forme en fonction de la taille des séries à produire et de la complexité géométrique des pièces (d'après (Levy, et al., 2003))

La fabrication additive est donc plus adaptée à la fabrication de pièces aux géométries complexes présentant donc une forte valeur ajoutée. Cependant, du fait du prix unitaire relativement élevé et des volumes constructibles assez restreints, la fabrication additive est surtout réservée aux petites séries de pièces affichant une grande complexité géométrique (Hammer, et al., 2014) comme cela est présenté en Figure I-9. Cet état de fait était déjà connu il y a plus d'une dizaine d'années (Levy, et al., 2003), soit bien avant la démocratisation des imprimantes 3D individuelles et l'engouement du grand public pour cette technologie. Le domaine médical, et l'industrie de pointe sont eux aussi des secteurs correspondant tout à fait à ce domaine. L'industrie du luxe commence également à s'intéresser

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

à la fabrication additive de métaux précieux. Les constructeurs proposent des machines dédiées aux métaux précieux, comme la PRECIOUS M 080 d'EOS (Metal Powder Report, 2014). Certaines boutiques profitent également des libertés géométriques offertes et de la simplicité de mise en œuvre sur matériau plastique ou sur acier inoxydable pour faire des bijoux personnalisés à bas coût, souvent plaqués de métaux précieux à leur tour (Amazon.com, 2014).

Cependant, la fabrication additive n'est pas encore communément admise dans les bureaux d'étude, notamment du fait de sa "jeunesse". L'acceptation et la démocratisation de ces nouvelles technologies doit passer par une certification, tant en aéronautique (Frazier, 2014) qu'en médical (Petzoldt, et al., 2014). De ce fait, bien que l'industrie aéronautique s'intéresse fortement au domaine, encore peu de pièces faites par fabrication additive volent actuellement. On les retrouve principalement sur les projets récents tels que le démonstrateur de drone de combat furtif nEUROn de Dassault Aviation qui comporte 53 pièces faites par fabrication additive (Abed, 2014). L'étape de certification est généralement longue et exhaustive : accepter une pièce faite par fabrication additive sur un avion de ligne nécessitera de certifier la machine de fabrication elle-même, le sous-traitant la mettant en œuvre, ainsi que la matière première et son fournisseur. Des travaux sont actuellement amorcés en France pour avancer sur ce point, notamment à travers le projet FALAFEL dont un des axes est le développement de solutions de contrôle procédé pour les procédés de projection laser (DMD) et de fusion sélective par laser de lits de poudre (SLM). Certains laboratoires se penchent sur la définition de démonstrateurs types destinés à l'ALM qui pourraient également être utilisés pour qualifier un sous-traitant et/ou une machine et/ou un fournisseur de poudres (Moylan, et al., 2014).

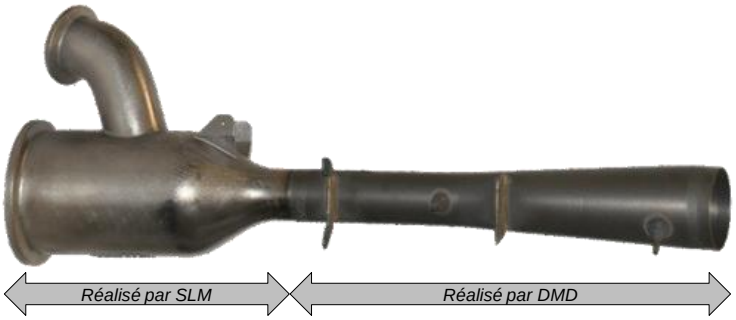
I.2 Techniques de fabrication additive directe

Comme dit précédemment, la fabrication directe consiste à obtenir une pièce (ou une ébauche proche des cotes) à partir d'un fichier CAO. La fabrication additive, elle, regroupe un ensemble de technologies de fabrication directe permettant la fabrication de pièces ou d'ébauches par ajout successif de matière (cf. Figure I-1 et Figure I-2). Ces technologies sont en rupture avec les méthodes conventionnelles de mises en forme des matériaux, que ce soit vis-à-vis des temps nécessaires pour obtenir des pièces ou des géométries qu'il est possible d'obtenir (cf. Figure I-6). Les procédés additifs ne sont toutefois pas particulièrement récents puisque Blanther propose le procédé de topographie en 1890 (Bernard, et al., 1998). Ce dernier consiste à découper des plaques de cire selon des contours topographiques, à les superposer et les lisser afin de représenter un relief. En pressant une feuille de papier spécial entre ce relief et sa forme négative, il était alors possible d'obtenir une carte en trois dimensions.

D'autres procédés similaires ont été proposés au fil du temps, que ce soit pour des applications cartographiques ou sculpturales, mais l'industrialisation du prototypage rapide date de 1986 avec la commercialisation par 3D Systems de la première machine de stéréolithographie. Depuis, différentes technologies ont vu le jour et ont mené à la fabrication directe. Toutefois, du fait que ces technologies sont encore jeunes, la normalisation sur le sujet n'en est encore qu'à ses débuts et il est fréquent de voir certains procédés appelés sous différents noms. Une norme ASTM a vu le jour en 2012 afin de définir une terminologie standard pour les technologies de fabrication additive (ASTM International, 2012). Des travaux similaires ont été menés à l'échelle française avec l'apparition de la norme intitulée "Fabrication additive – Vocabulaire" publiée en octobre 2011 qui réduit d'ailleurs la fabrication directe à la fabrication additive (AFNOR, 2011). L'organisation internationale de normalisation (l'ISO) a un projet de norme du même type en cours de validation de son côté (ISO, 2014). Toutefois, l'usage des termes définis dans ces normes ne s'est pas totalement démocratisé et de nombreux abus de langages sont encore utilisés.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Comme précisé dans la Figure I-1, les procédés de fabrication additive peuvent être rangés dans trois catégories suivant qu'ils permettent de fabriquer une pièce par ajout de liquide sur un solide (sous forme massive ou pulvérulente), d'un solide (éventuellement fondu) sur un solide ou par fusion d'une poudre sur un solide. Différents procédés seront abordés dans cette section, notamment le procédé SLM qui est au cœur de ce manuscrit de thèse, sans toutefois chercher à faire une étude exhaustive des technologies de fabrication additive. Précisons cependant qu'il n'existe pas de procédé de fabrication additive qui soit meilleur que les autres ; certains seront toutefois plus adaptés à certains besoins (matériaux, précision géométrique, coût) que d'autres. Il convient d'utiliser chaque procédé en fonction de ses atouts, voire de les utiliser conjointement comme cela a été le cas d'un des démonstrateurs du projet FALAFEL réunissant la liberté géométrique offerte par le SLM et la fonctionnalisation et les grandes dimensions offertes par le procédé DMD.



Source DASSAULT-AVIATION

Figure I-10 : Démonstrateur monobloc de grande dimension (mélangeur air chaud / air froid de 700 mm de long) réalisé conjointement par SLM et DMD

I.2.1 Définition de termes propres à la fabrication additive

Le domaine de la fabrication additive, notamment par les procédés lasers, a tendance à utiliser des termes issus d'autres milieux, mais aussi des abus de langage et des néologismes qui lui sont propres. Ce manuscrit ne déroge pas à la règle et par la suite, il pourra être fait mention de certains termes dont voici les définitions :

- **Santé matière** : ce terme, parfois utilisé dans le domaine de la fonderie et du soudage, fait référence à l'absence de défaut dans une pièce. Un matériau n'est pas vivant et n'a donc pas de santé à proprement parler ; il peut toutefois présenter des défauts qui peuvent affecter ses propriétés. On utilise donc le terme de "santé" par analogie à un organisme vivant dont les capacités peuvent être amoindries par un mauvais état de santé.

- **Cordons** : ce terme est issu du soudage où il désigne la jonction entre deux pièces soudées de par la fusion de la matière, avec apport ou non de matière complémentaire. Dans le cas de la fabrication additive, le cordon désigne la matière fondue qui s'est solidifiée et permet de créer la couche considérée. Le cordon est l'élément de base des couches des procédés de fabrication additive, exception faite du flashage et de la fabrication d'objets par laminage (décrits respectivement en sections I.2.3 et I.2.4). On pourra parler de cordon tant dans le cas où la matière est apportée à l'état liquide (comme l'*inkjet printing* présenté en section I.2.6.2), qu'à l'état solide. De même, le terme de cordon sera employé dans le cas d'apport de matière solide peu importe que l'énergie destinée à le fondre soit apportée en même temps que lui (comme pour la projection laser présentée en section I.2.8) ou en différé (comme pour la fusion par faisceau d'électrons, présentée en section I.2.7, pour laquelle la poudre est apportée avant l'énergie). De plus,

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

on pourra parler de cordon indépendamment de la matière première et de son conditionnement (résine liquide photopolymérisable, filament métallique, poudre céramique, etc.). Si un cordon est isolé au sein d'une couche, on parlera de monocordon. S'il est superposé, totalement ou en partie, à un autre, on parlera de recouvrement entre les cordons.

- **Contre-dépouille** : emprunté également au domaine de la fonderie, le terme désigne l'inclinaison des faces verticales d'une pièce moulée, c'est-à-dire l'inverse de la dépouille. Bien que la fabrication additive n'implique pas l'utilisation d'un quelconque moule, le terme sera quand même utilisé pour qualifier les portions des pièces qui ne présentent pas de matière directement sous elles. On parlera également de contre-dépouille dans le cas des procédés à base de lits de poudre (comme le SLM présenté en section I.2.9) pour désigner les portions de la pièce sous lesquelles les couches de poudre précédemment étalées n'ont pas été solidifiées, indépendamment du vecteur utilisé pour la consolidation (laser, faisceau d'électrons, liant, etc.).
- **Lasage** : ce néologisme, de plus en plus utilisé dans le milieu francophone de la fabrication additive, désigne l'action du laser sur un matériau. On parlera du "lasage d'une poudre" pour qualifier le passage d'un faisceau laser sur cette poudre. On peut également étendre ce terme au "lasage d'une couche" pour décrire la fabrication d'une tranche de pièce par procédé laser. De même, on pourra parler de "cordon de lasage" pour désigner la fabrication d'un cordon par procédé laser. Le terme de lasage est parfois utilisé pour parler du procédé de fusion par faisceau d'électrons (présenté en section I.2.7). Cet usage est abusif dans le sens où ce procédé ne met pas en jeu de laser pour fondre la poudre. On utilisera également le néologisme "**laser**" en tant que verbe du premier groupe ([laze] dans l'alphabet phonétique international, prononcé "lazé") en lieu et place de l'expression "passer sous l'action d'un faisceau laser". Ce verbe entraîne l'apparition du participe passé "lasé" et du participe présent "lasant".
- **Paramétrie** : ce néologisme désigne un ensemble de paramètres opératoires.

I.2.2 Stéréolithographie

Apparue dans les laboratoires français, états-uniens, et japonais au début des années 1980, la stéréolithographie (abrégée SL ou SLA pour *stereolithography apparatus*) fait l'objet d'un dépôt de brevet de la part de Charles W. Hull en 1984, puis d'une commercialisation par son entreprise 3D Systems (USA) en 1986 (Bernard, et al., 1998). Le brevet initial recouvre un champ de matériaux large : techniquement "tout milieu fluide capable de modifier son état sous l'action d'une stimulation synergique", ce qui inclut donc tant un liquide polymérisant qu'un lit de poudre (Hull, 1984). Toutefois, le terme de stéréolithographie n'est concrètement utilisé que pour les procédés faisant intervenir des photopolymères liquides.

Le schéma du procédé est donné en Figure I-11. Il consiste en une cuve emplie d'une résine photopolymérisante liquide dans laquelle se trouve une plateforme de fabrication (parallèle à la surface du liquide) montée sur un ascenseur. Ce dernier va se positionner à une certaine profondeur de manière à ce que la couche de liquide au dessus de la plateforme de fabrication corresponde à l'épaisseur de couche souhaitée pour construire la pièce (généralement entre 10 et 70 µm). Un faisceau énergétique va ensuite parcourir une partie définie de la surface du liquide grâce à un système de balayage en X/Y. Ce faisceau consiste généralement en un laser ultraviolet piloté par des miroirs galvanométriques, mais il est possible d'utiliser d'autres types de résines polymérisant sous d'autres plages de longueur d'onde que les UV. La portion balayée par le laser correspond à la première tranche

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

obtenue lors du *slicing* de la pièce. Par ailleurs, ce balayage se fait généralement sous forme de vecteurs parallèles selon X ou Y, les cordons se recouvrant éventuellement. Du fait de l'irradiation, la résine va polymériser suivant le schéma défini lors du balayage et une couche solide est alors obtenue. L'ascenseur descend ensuite sur une distance équivalente à une hauteur de couche et un racleur aide à déposer une nouvelle couche de résine. L'opération de balayage est ensuite répétée conformément à la deuxième tranche de pièce obtenue lors du *slicing*. En polymérisant, la deuxième couche adhère à la première et la pièce se construit. Ainsi, en répétant successivement ces opérations, on obtient une pièce complète que l'on peut extraire du bac de fabrication pour égoutter. Cette pièce est généralement consolidée à 95 % et il convient de la passer dans un four à ultraviolets afin de finir sa consolidation (Yan, et al., 1996).

Notons qu'il existe aussi des systèmes inversés où les couches de la pièce sont construites de la plus haute à la plus basse en positionnant le laser sous le fond (transparent aux UV) de la cuve. Dans ces cas-ci, l'ascenseur monte à chaque couche au lieu de descendre ; de ce fait, on les qualifie de "systèmes ascendants" ou de "systèmes à suspension ascendante" (Bernard, et al., 1998).

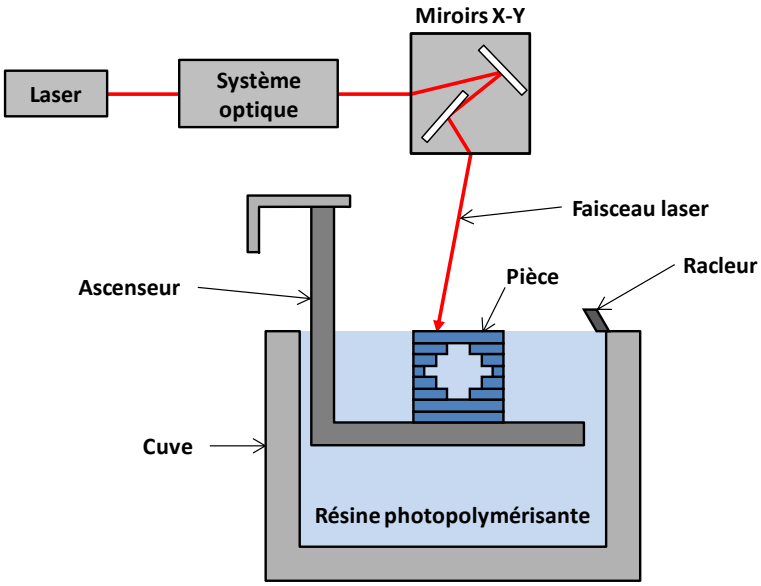


Figure I-11 : Schématisation du procédé de stéréolithographie

La stéréolithographie présente l'avantage d'être le plus ancien procédé de fabrication additive, et de ce fait celui sur lequel l'industrie a le plus de recul. Elle présente aussi une facilité d'utilisation puisqu'elle peut être utilisée sous air (sauf dans le cas de résines polymérisant sous faisceau d'électrons). Toutefois, le catalogue des matériaux utilisables est restreint et les pièces créées affichent des propriétés généralement faibles. De ce fait, le procédé SL est plutôt réservé à des applications de prototypage rapide que de fabrication directe.

I.2.3 Procédé de flashage

Aussi appelé *Solid Ground Curing* (SGC), le procédé de flashage développé par Cubital Ltd (Israël) en 1987 se rapproche de la stéréolithographie car il consiste à irradier une résine liquide photopolymérisable. À la différence de la stéréolithographie où le laser se déplace, le SGC irradie la portion à solidifier de la couche en une seule fois. Pour ce faire, il utilise des masques (opaques aux UV) selon le négatif du motif de la couche à consolider, à l'image d'un pochoir utilisé pour la peinture.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Ce principe est aussi utilisé pour la fabrication des composants de microélectroniques comme les microsystèmes électromécaniques (MEMS).

Le principe du procédé de flashage est présenté en Figure I-12. Il consiste tout d'abord à étaler une résine photopolymère sur un substrat de manière à ce que l'épaisseur étalée soit supérieure à la hauteur de couche à consolider. Pendant ce temps, un masque est fabriqué grâce à une plaque de verre sur laquelle un toner électrostatique noir dépose par ionographie le motif négatif de la couche à consolider (reprenant le principe du photocopieur). Cette plaque se déplace ensuite au dessus de la couche de résine et est soumise à un éclairage UV pendant quelques secondes à l'aide d'une lampe à forte puissance (et non d'un faisceau laser) placé au dessus d'elle. La résine située aux endroits non masqués va réticuler sous l'effet de l'irradiation tandis que celle qui est à l'ombre restera liquide et sera évacuée par aspiration. Une couche de cire liquide est alors étalée à la surface du plateau de fabrication, ce qui permet de combler les espaces libérés (dans lesquels la résine n'a pas polymérisé). Une fois cette couche refroidie et solidifiée, toute la surface du bac de fabrication (cire et polymère) est fraisée à la hauteur correspondant à la couche considérée (généralement 10 à 15 µm). Ainsi, on obtient une surface plane sur laquelle on peut à nouveau étaler de la résine photopolymérisante et ainsi recommencer un cycle. La pièce est donc fabriquée couche par couche et la cire permet de maintenir l'ensemble (ce qui offre un support aux contre-dépouilles et diminue également les contraintes résiduelles). Une fois la dernière couche fraisée, l'ensemble pièce/cire est passé au four micro-ondes, dans une solution acide, dans de l'eau chaude ou sous un flux d'air chaud pour éliminer la cire et ne garder que la pièce fabriquée. Contrairement au procédé SL, le flashage ne requiert pas de consolidation de la pièce après fabrication (Bernard, et al., 1998).

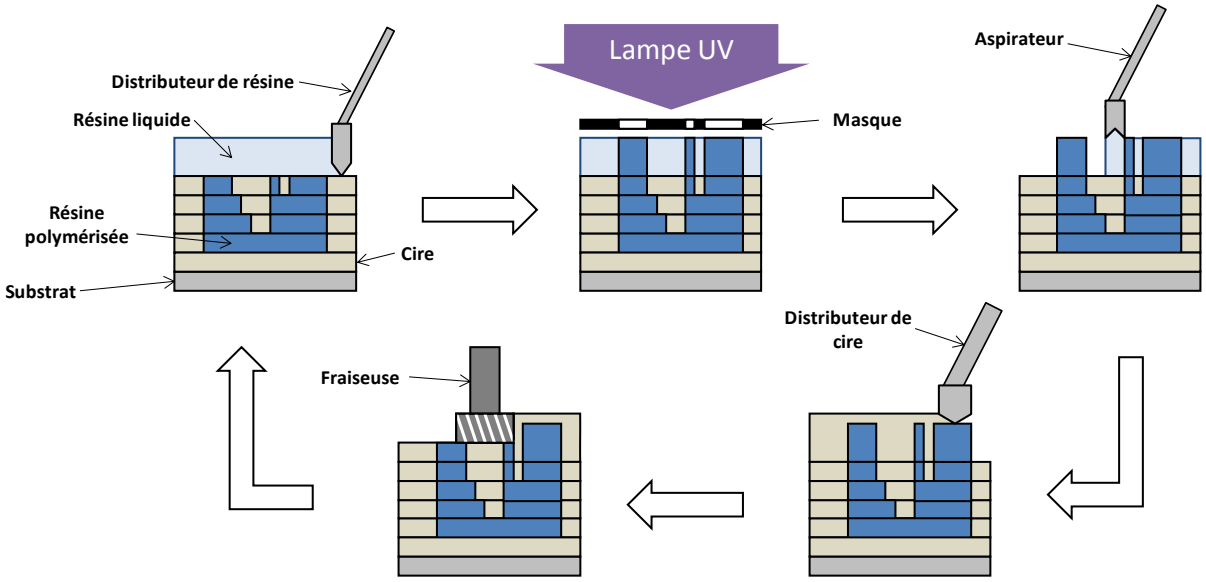


Figure I-12 : Schématisation du procédé de flashage

Ici encore, les matériaux disponibles se limitent aux résines photopolymérisantes, ce qui limite les applications en fabrication directe. Toutefois, l'utilisation du SGC à des fins de prototypage rapide est parfaitement adaptée du fait que le procédé est rapide, précis, que les pièces ne nécessitent pas de création de support pour les contre-dépouilles et qu'elles affichent peu de contraintes internes (ce qui limite leurs éventuelles déformations une fois séparées du substrat de fabrication). Un des points négatifs de ce procédé est que la cire n'est pas toujours évidente à enlever dans le cas de géométries de pièces complexes (notamment lorsqu'elle doit être évacuée de conduites ou d'angles assez fermés).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Précisons également que l'encombrement d'une machine de SGC est nettement supérieur à celui d'une machine de stéréolithographie.

I.2.4 Fabrication d'objets par laminage

Le procédé de fabrication d'objets par laminage, aussi appelé LOM (pour *Laminated Objects Manufacturing*), est développé par Helisys Inc. aux États-Unis et est commercialisé dès 1985. Contrairement à d'autres technologies de fabrication directe, le procédé LOM ne nécessite pas de changement d'état de la matière ; une schématisation de son fonctionnement est présentée en Figure I-13.

La fabrication d'objets par laminage a lieu en plusieurs temps. Tout d'abord, un feuillard est déposé sur un substrat de fabrication. Le procédé LOM est adapté à tout type de matériau se mettant sous forme de film (papier, polymères, métaux, composites). Suivant le matériau considéré, le feuillard peut être enduit de glu pour adhérer au substrat, ou y être soudé. Un rouleau chauffant passe sur la feuille en y appliquant une pression afin de permettre son adhésion et de la lisser. Un laser découpe ensuite le contour de la pièce considérée et balaye un quadrillage afin de hacher le reste du feuillard recouvrant le substrat en petits carrés. Le substrat s'abaisse alors de 50 à 500 µm (l'épaisseur du feuillard), le rouleau de matière se déroule à nouveau de manière à éliminer les bordures non-découpées et à étaler une nouvelle feuille par-dessus celle précédemment découpée afin que le rouleau l'y fasse adhérer. Le processus se reproduit jusqu'à avoir découpé la feuille correspondant à la dernière couche de la pièce. La pièce est alors extraite de la gangue de petits carrés découpés qui l'entoure (Bernard, et al., 1998).

Le contrôle de la puissance laser fournie lors de la découpe doit être précis afin de découper exactement une seule épaisseur de matière. En effet, si la puissance laser est insuffisante, la feuille ne sera pas découpée en entier et d'une part la couche en cours ne sera pas formée, mais cela posera d'autre part des problèmes lors de l'évacuation du feuillard non découpé. Si le laser fournit une puissance trop importante, il risque de découper également la feuille précédente (voire sur plusieurs feuilles), ce qui amène à un non respect évident de la géométrie initiale de la pièce.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

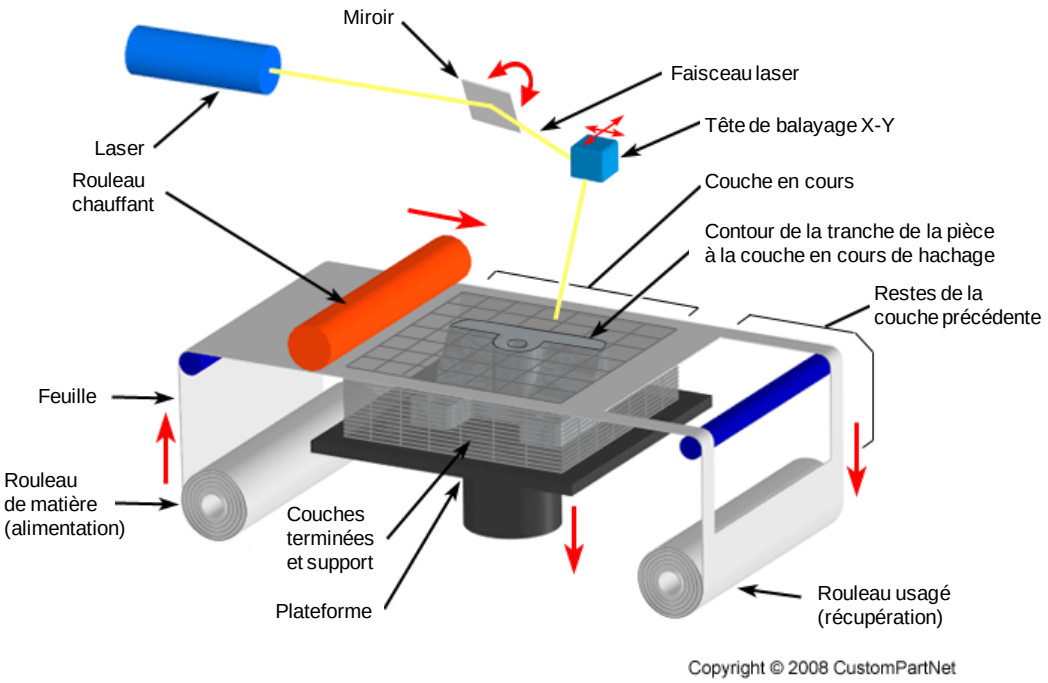


Figure I-13 : Schématisation du procédé de fabrication d'objets par laminage (CustomPartNet, 2009)

La fabrication d'objets par laminage est un procédé rapide comparé à d'autres procédés de fabrication additive, car le laser ne fait que découper le contour des pièces (ainsi que hacher le reste de la surface de fabrication) et n'a donc pas besoin de balayer la surface à consolider. L'absence de changement d'état (pour les feuillards collés entre eux du moins) amène à une grande stabilité dimensionnelle des pièces du fait de l'absence d'un retrait à la solidification. On pourrait reprocher au LOM que les formes creuses ne permettent pas une évacuation facile de la matière en excès, mais des progrès ont été effectués dans ce domaine, notamment par le retrait de ces chutes de matière pendant la fabrication (Liao, et al., 2003). Toutefois, ce procédé entraîne un gaspillage de matière conséquent (gangue de petits carrés à enlever) et n'est donc pas plus économe en matériau que l'usinage. De plus, la construction en empilement de feuillards induit une forte anisotropie des pièces et des propriétés mécaniques généralement assez faibles. Ajoutons à cela que la résolution géométrique selon la direction de fabrication est conditionnée par l'épaisseur du feuillard à utiliser, ce qui peut être limitant pour certaines applications nécessitant des épaisseurs très fines.

I.2.5 Dépôt fil

Le dépôt fil fait partie des techniques de fabrication additive appartenant à la famille solide/solide et permet la construction de pièces par extrusion de matière. Aussi appelé *fused deposition modeling* (FDM), ce procédé est développé par Scott Crump en 1988 et est commercialisé par sa société Stratasys Ltd. quelques années plus tard.

Le principe du procédé FDM, représenté en Figure I-14, repose sur l'extrusion d'un fil thermofusible au travers d'une buse. De ce fait, tout matériau pouvant être mis sous forme de fil extrudable peut être utilisé. Certaines technologies permettent l'utilisation de pastilles à l'aide d'une trémie (CustomPartNet, 2009), ce qui peut encore élargir le choix des matériaux utilisables. La matière première est chauffée au sein d'une buse à une température très légèrement supérieure à sa température de fusion. L'apport de chaleur se fait généralement par l'utilisation de résistances électriques, mais il

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

est possible d'utiliser une source laser ou un faisceau d'électrons suivant le matériau considéré. La matière est alors extrudée hors de la buse et se solidifie instantanément au contact du substrat (ou de la couche précédemment déposée). Le refroidissement rapide du cordon formé lui permet de conserver une bonne stabilité dimensionnelle.

La fabrication de pièces par FDM peut se faire selon deux modes opératoires :

- Couche par couche : la première tranche de la pièce est fabriquée, puis le substrat de fabrication s'abaisse (ou la buse s'élève) d'une épaisseur de couche. La consolidation de la deuxième tranche de la pièce peut alors débuter.
- En spirale : dans le cas de pièces ne présentant qu'un contour (par exemple un tube), il est possible de fabriquer la pièce en une seule fois en extrudant le contour tout en montant progressivement la buse (ou en descendant le piston). Aucun arrêt n'est donc nécessaire entre les couches et le temps de fabrication est donc diminué.

Certaines buses de dépôt fil disposent également d'une deuxième filière alimentée par un autre matériau afin de construire les supports nécessaires à la construction de contre-dépouilles. Ce second matériau peut être constitué d'une résine soluble dans l'eau afin de faciliter l'élimination des supports après fabrication. Une telle construction de supports n'est pas compatible avec le mode de fabrication en spirale.

La résolution géométrique des pièces élaborées par dépôt fil dépend entre autre de la taille du filament d'apport et est donc limitée la plupart du temps. D'autre part, l'encombrement de la buse d'extrusion peut limiter les géométries accessibles (Bernard, et al., 1998). La vitesse de fabrication est également freinée par la vitesse d'extrusion qui dépend de la viscosité du matériau. Il est envisageable d'augmenter le rendement du procédé en augmentant la température apportée au fil, ce qui permet de diminuer sa viscosité, mais cela entraîne alors une diminution de la stabilité des cordons. D'autre part, le retrait est difficilement maîtrisable lors du refroidissement, ce qui nécessite l'ajustement des paramètres opératoires afin de compenser ses effets.

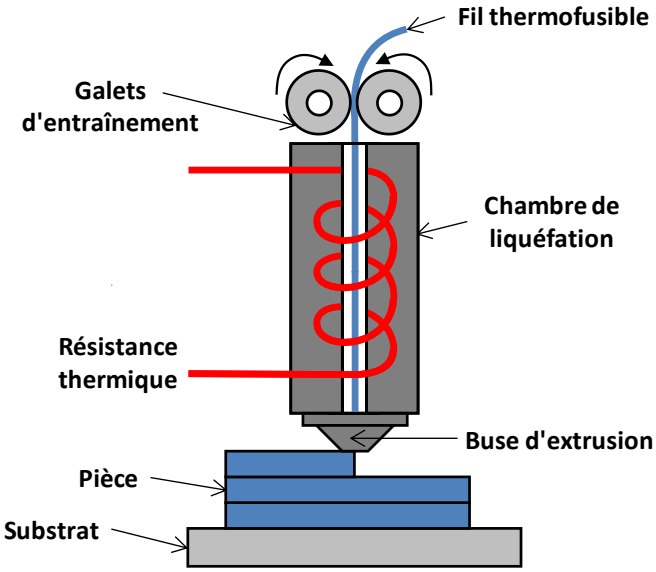


Figure I-14 : Schématisation du procédé de dépôt fil (cas de l'extrusion d'un fil thermofusible et d'une source de chaleur électrique)

Le dépôt fil reste néanmoins une technique de fabrication additive intéressante du fait qu'elle permet une réelle économie de matière : il n'est pas nécessaire de remplir un volume de fabrication de

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

résine ou de poudre dans lequel on consolidera la pièce. Ici, la seule matière utilisée correspond effectivement à la pièce que l'on veut récupérer et à ses éventuels supports de fabrication. D'autre part, le FDM offre un large choix de matériaux : initialement conçue pour les matériaux thermoplastiques (colorés ou non) et les élastomères, cette technologie s'est étendue aux métaux et aux céramiques. Elle n'est théoriquement limitée qu'aux matériaux qu'il est possible d'extruder à partir de fil (voire de pastilles). Comme l'alimentation en matière est simple (remplacement d'une bobine de matière), les temps de maintenance sont fortement réduits. De plus, il existe des machines de petite taille (destinées aux thermoplastiques) qui présentent un encombrement minimal et peuvent trouver leur place directement au sein des bureaux d'études pour des applications de prototypage rapide.

I.2.6 Impression tridimensionnelle

Sous le terme d'imprimante 3D ou d'impression tridimensionnelle se cachent deux types de procédés : l'impression indirecte et l'impression directe. La première se caractérise par la projection d'un liant liquide à la surface d'une couche de poudre (on parlera de 3D *printing*). L'impression 3D directe, quant à elle, consiste à projeter des gouttes de liquide qui se solidifient pour créer la pièce couche par couche (on parlera d'*inkjet printing* car ce procédé se rapproche d'une imprimante classique). On a donc une construction de pièce couche par couche qui s'effectue soit par l'apport d'un liant sur un milieu pulvérulent, soit par l'apport direct de matière.

I.2.6.1 3D printing

Le 3D *printing* a vu le jour dans les laboratoires du Massachusetts Institute of Technology (MIT) à la fin des années 1980. Le mode opératoire de ces procédés est présenté en Figure I-15. Il consiste à prélever une quantité de poudre (depuis un piston ou une trémie d'alimentation) et à l'étaler sur un piston de fabrication mobile qui aura été préalablement descendu sur une hauteur programmée. Une tête d'impression se déplaçant en X/Y à la surface du lit de poudre va projeter un liant liquide (souvent de la cire fondue) qui va consolider les particules de la couche entre elles. En projetant ce liant de manière sélective sur la surface du plateau de fabrication, les particules coagulent selon un certain schéma correspondant à la tranche de la pièce considérée. Certains constructeurs de machines de 3D *printing* adjoignent une lampe de forte puissance à leur tête d'impression afin de chauffer le liant et le faire durcir plus rapidement. Une fois la consolidation effectuée, le piston de fabrication s'abaisse et une nouvelle couche de poudre (de hauteur contrôlée) est étalée. Le cycle liantage-étalement se répète alors jusqu'à atteindre la dernière couche de la pièce. Cette dernière est alors sortie du bac de fabrication et est époussetée afin d'enlever les dernières particules non agglomérées. On effectue en général un post-traitement thermique sur les pièces de 3D *printing* afin d'éliminer le liant et de fritter les particules (Bernard, et al., 1998). Le procédé s'apparente donc au SLS (présenté en section I.2.9) du fait d'étalements de lits de poudre et d'un frittage des particules (non sélectif ici cependant). Il est également envisageable de post-traiter la pièce en l'infiltrant avec un enduit destiné à améliorer l'état de surface et à la durcir (CustomPartNet, 2009). Il est même possible de délianter les pièces puis de les imprégner d'un métal à plus bas point de fusion, comme du bronze.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

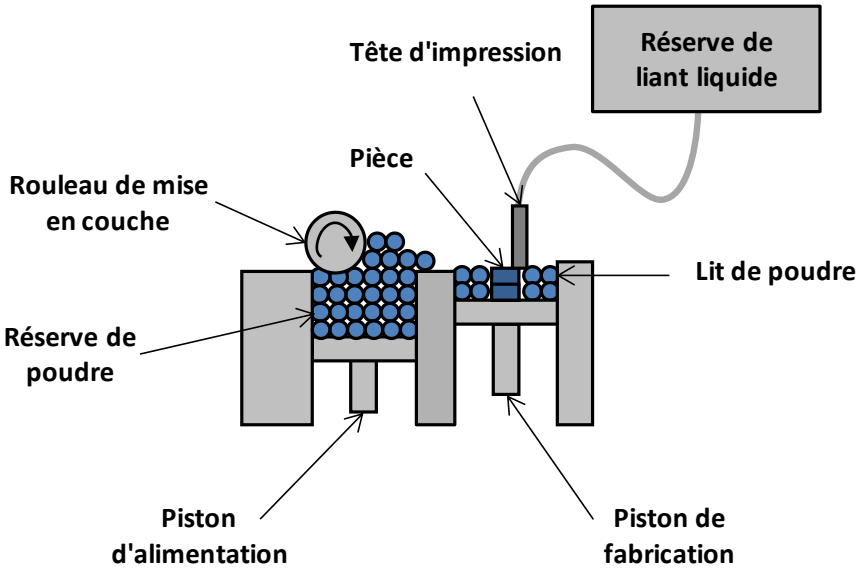


Figure I-15 : Schématisation du procédé de 3D *printing*

Le 3D *printing* est un procédé rapide (plusieurs couches par minute) et capable de travailler sur des matériaux variés allant des plastiques aux métaux en passant par les céramiques. C'est un procédé assez économe en matière dans le sens où, même s'il faut approvisionner plus de matière que le volume de la pièce (de manière à remplir le bac de fabrication), la poudre non utilisée est récupérable en fin de fabrication et est censée être réutilisable. C'est également le cas pour les procédés SLS et SLM, mais la réutilisation de la poudre est soumise à caution (ce point est le cœur du Chapitre IV). D'autre part, comme pour le SLS/SLM, cette poudre non utilisée sert de support de fabrication aux contre-dépouilles (ce point sera réabordé en section I.2.9.1). Le frittage souvent nécessaire des pièces après fabrication entraîne un retrait qu'il est difficile de maîtriser, c'est pourquoi celles-ci sont généralement conçues pour présenter des surépaisseurs après leur impression. D'autre part, le 3D *printing* ne permet pas un bon contrôle de la porosité des pièces, ce qui induit des propriétés mécaniques limitées et en fait un procédé plus adapté au prototypage rapide qu'à la fabrication directe de pièces sollicités mécaniquement. Sa rapidité en fait toutefois une technologie très intéressante pour la fabrication directe de moules (outillage rapide) destinés à couler des pièces denses.

I.2.6.2 Inkjet printing

L'*inkjet printing* a été commercialisée pour la première fois en 1994 par Sanders Prototype Inc. (devenue Soliscape Inc. en 2000) (CustomPartNet, 2009). C'est un procédé d'impression tridimensionnelle direct qui doit son nom aux similarités avec les imprimantes jet d'encre classiques. L'*inkjet printing* consiste à projeter grâce à des têtes d'impression non pas de l'encre, mais un matériau liquide (initialement de la cire fondue) qui va se solidifier au contact d'un support. Le schéma du procédé est présenté en Figure I-16. Les têtes d'une imprimante conventionnelle ne se déplacent que suivant une direction X, coordonnée avec un système d'alimentation en papier selon Y afin de recouvrir les feuilles sur les deux directions. Les têtes d'impression utilisées en *inkjet printing* se déplacent suivant les deux axes X et Y pour déposer la matière sur un substrat monté sur un piston mobile. La descente de celui-ci sur l'axe Z permet de déposer des gouttes de matière sur des couches déjà solidifiées, permettant ainsi de construire des pièces en trois dimensions. Différentes machines existent et certaines projettent des résines photopolymérisantes, et disposent d'une lampe UV sur leur tête d'impression pour réticuler la résine déposée. D'autres disposent d'un deuxième système

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

d'alimentation en matière (et donc d'une deuxième tête d'impression) permettant de déposer un matériau différent afin de construire des supports de fabrication. Après l'impression d'une tranche de pièce et la descente du piston de fabrication, un système de nivelage rectifie la surface afin que la couche fasse une hauteur donnée (typiquement entre 10 et 15 µm). Les copeaux générés par ce système de rectification peuvent être directement aspirés, ce qui permet de nettoyer la surface de travail et éviter qu'ils ne se retrouvent dans la pièce. Une fois la pièce terminée, elle est séparée du substrat de fabrication et des supports de fabrication éventuellement créés.

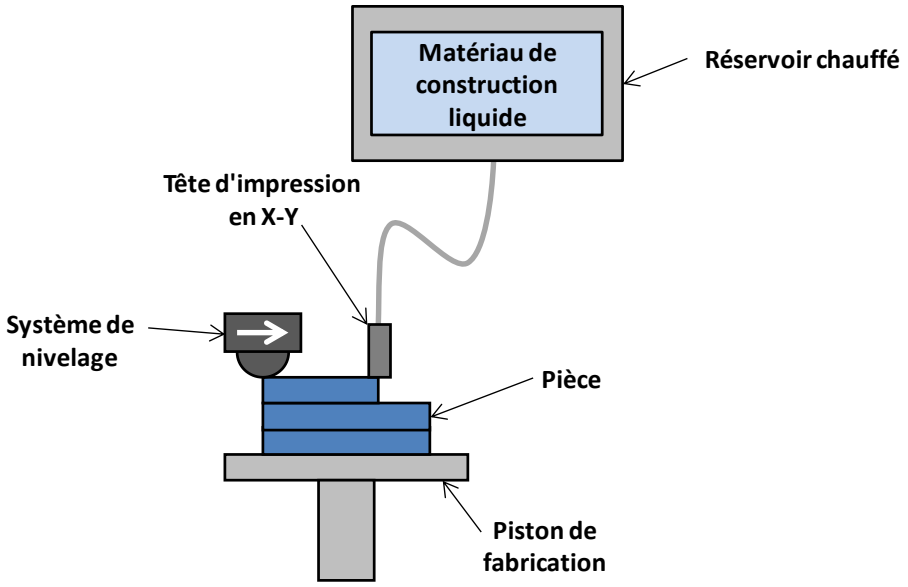


Figure I-16 : Schématisation du procédé d'impression tridimensionnelle *inkjet printing*

Le procédé d'*inkjet printing* est précis et offre de bons états de surface (notamment grâce au nivelage ayant lieu à chaque couche). Les temps de fabrication sont généralement assez longs, c'est pourquoi les constructeurs d'imprimantes multiplient les têtes d'impressions (jusqu'à plusieurs centaines) afin de gagner en productivité (CustomPartNet, 2009). Les matériaux conventionnellement utilisés sont des thermoplastiques, ce qui limite les utilisations en fabrication additive et destine ce procédé au prototypage rapide par des validations de design et/ou d'intégration de pièces dans des systèmes.

I.2.7 Fusion par faisceau d'électrons

Aussi connue sous le nom d'EBM (pour *Electron Beam Melting*), la fusion (sélective) par faisceau d'électrons est un procédé de fabrication additive poudre/solide appartenant à la famille des procédés à base de lits de poudre. Cette technologie est commercialisée depuis 2001 par Arcam AB, société suédoise qui détient le monopole du marché ; de ce fait, on fait souvent référence à l'EBM sous le terme de "procédé Arcam" (Frazier, 2014).

Son principe de fonctionnement, présenté en Figure I-17, s'apparente au 3D *printing* (présenté en section I.2.6.1) et aux SLS/SLM (présentés en section I.2.9). Il consiste à étaler un lit de poudre (ici métallique uniquement) à l'aide d'un racleur sur un substrat monté sur un piston de fabrication mobile. Le système de mise en couche permet de contrôler l'épaisseur de poudre déposée. Comme son nom l'indique, le procédé EBM a recours à un faisceau d'électrons pour consolider la matière, à la différence du SLS/SLM qui utilise une source laser et du 3D *printing* qui fonctionne par projection de liant. Le procédé EBM se démarque toutefois de ses cousins en effectuant un préfrittage du lit de poudre étalé à l'aide d'un faisceau d'électrons défocalisé. En balayant une surface plus large que la

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

pièce, le faisceau va chauffer légèrement la poudre de manière à obtenir un léger frittage, assurant alors un meilleur contact thermique et électrique d'une particule à l'autre tout en assurant un meilleur maintien mécanique du lit de poudre (les particules n'étant plus libres de leur mouvement). Le faisceau, focalisé cette fois, va alors parcourir sélectivement le lit de poudre préfritté afin de fondre les particules. Le déplacement du faisceau se fait à l'aide de bobines électromagnétiques qui lui permettent de se déplacer rapidement à la surface du lit de poudre (typiquement entre 1 et 10 m/s) sans souffrir de l'inertie que peuvent présenter les têtes d'impression ou les miroirs galvanométriques utilisés dans les autres procédés de fabrication additive. Une fois le balayage terminé, la couche est consolidée ; un nouveau cycle de fabrication peut alors débuter. Une fois la fabrication finie, on retire la pièce et on la sépare de sa gangue de poudre préfrittée (Juechter, et al., 2014).

Contrairement à plusieurs des procédés présentés ci-dessus, la fusion par faisceau d'électrons permet d'obtenir des pièces métalliques présentant de bonnes propriétés mécaniques ; de ce fait, c'est un procédé de fabrication directe (ce qui n'empêche pas de l'utiliser pour faire du prototypage rapide). Les pièces présentent de bonnes propriétés mécaniques (parfois supérieures à celles obtenues par voies conventionnelles de mise en forme) et affichent des contraintes résiduelles assez faibles. Il est même possible de contrôler la microstructure des pièces en ajustant les paramètres opératoires (Maisonneuve, 2008). L'EBM n'a cependant pas la facilité d'utilisation d'une imprimante tridimensionnelle. En effet, l'utilisation d'un faisceau énergétique à base d'électrons requiert de travailler sous vide et avec des poudres métalliques (conductrices). Toutefois, ce vide imposé permet d'obtenir des pièces présentant une contamination minimale en oxygène, ce qui en fait un procédé très attractif pour l'utilisation d'alliages de titane tels que le TA6V. Précisons par ailleurs que le titane, lorsqu'il est usiné ou utilisé sous forme de poudre, requiert des précautions quant aux risques d'incendie, ce qui entraîne plus de contraintes en termes d'utilisation.

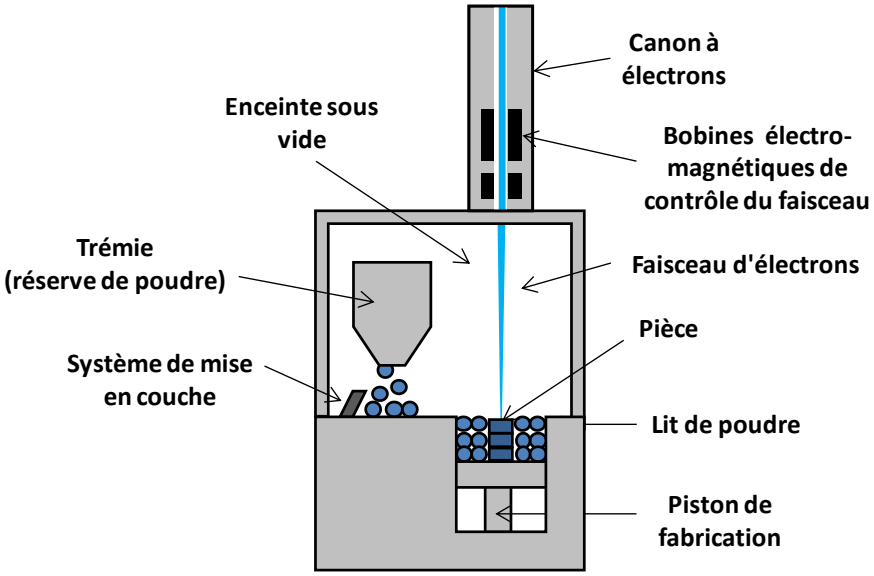


Figure I-17 : Schématisation du procédé de fusion par faisceau d'électrons

Le procédé EBM utilise des poudres dont les particules peuvent afficher des diamètres d'une centaine de microns. Ces granulométries, supérieures à celles utilisées en SLM, limitent la taille minimale de couche qu'il est possible de consolider et augmentent la rugosité de surface. Cette dernière augmente également du fait du préfrittage du lit de poudre. Généralement peu appréciée dans le domaine de l'aéronautique ou du spatial, cette rugosité peut être recherchée pour d'autres

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

applications, notamment dans le domaine du médical. En effet, les pièces rugueuses sont bénéfiques à la croissance des tissus cicatriciels et favorisent l'ancrage mécanique dans les milieux osseux (Petzoldt, et al., 2014). En impliquant des épaisseurs de couches plus importantes, l'utilisation de particules de poudre de fort diamètre permet de diminuer les temps de fabrication (une même hauteur de pièce requérant alors moins de couches). Toutefois, ce gain en productivité se fait au détriment de la résolution géométrique des pièces.

Le préfrittage du lit de poudre assure un bon maintien mécanique de la couche en cours de consolidation. De fait, cette couche frittée sert de support de fabrication aux contre-dépouilles. Cela présente également l'avantage de permettre de construire une pièce directement dans le lit de poudre sans avoir à la faire fortement adhérer au substrat comme cela doit être le cas en SLM. Les pièces ainsi formées ne nécessitent alors pas d'être séparées du substrat par un quelconque usinage, ce qui facilite grandement leur extraction. Toutefois, ce frittage rend très difficile l'évacuation de la poudre piégée dans les conduits une fois la pièce fabriquée.

I.2.8 Projection laser

La projection laser dérive du procédé de rechargement qui consiste à projeter de la poudre métallique au travers d'une buse et de la chauffer à l'aide d'un faisceau laser. Cette poudre va fondre au contact d'un substrat (ou d'une couche déjà solidifiée) en en refondant un certain volume au passage, ce qui permet d'obtenir une meilleure homogénéisation de la matière. Généralement, du fait que chaque machine présente de légères différences par rapport à ses concurrentes, il peut être fait mention du procédé de DMD sous différents noms : DMD (pour *Direct Metal Deposition*), LENS (pour *Laser Engineered Net Shaping*) ou encore 3D *laser cladding* (Santos, et al., 2006). Toutefois, un abus de langage trop fréquent consiste à appeler la projection laser par le terme de *cladding*. Celui-ci fait en réalité référence au procédé de rechargement qui consiste à déposer un revêtement sur une pièce. Les procédés de projection laser sur un substrat (ou une pièce) peuvent en effet être utilisés dans trois cas de figure :

- l'*alloying*, qui consiste à prédéposer une couche de matière plus fine que la zone refondue du substrat afin de modifier la composition chimique du substrat (pour en augmenter la dureté ou la résistance à la corrosion par exemple) ;
- le *cladding*, qui consiste à déposer une couche de matière plus épaisse que la couche de matériau refondue dans le substrat ;
- la fabrication additive, qui consiste à déposer des couches successives sur le substrat pour y fabriquer une pièce (ou fonctionnaliser une pièce déjà existante) (Gladush, et al., 2011).

La projection laser s'apparente à l'*inkjet printing* mais utilise de la poudre métallique fondue par laser au lieu d'une résine liquide. Le schéma de principe du procédé est présenté en Figure I-18. Comme pour le rechargement, de la poudre est projetée au travers d'une buse et un faisceau laser (généralement coaxial au faisceau poudre) vient faire fondre le matériau pulvérulent. La matière ainsi fondue se dépose sur un substrat et s'y solidifie, généralement en entraînant une refusion du matériau sous-jacent. Dans le cas de la fabrication additive, on cherche à obtenir une zone refondue supérieure à la hauteur de couche déposée afin d'homogénéiser le matériau et diminuer la présence de défauts tels que les bulles de gaz piégées dans la matière fondue (Maisonneuve, 2008). Il existe plusieurs configurations de travail possibles : il est possible d'avoir une buse fixe et une pièce mobile en dessous, d'avoir une buse mobile se déplaçant au dessus d'un substrat fixe ou encore d'avoir un substrat se déplaçant à l'horizontale sous une buse dont la hauteur est pilotable (Frazier, 2014). Il est possible d'incliner la buse par rapport à la pièce, mais les meilleurs rendements de construction (*i.e.* les plus grandes quantités de poudre consolidées par rapport aux quantités projetées) sont obtenus lorsque la

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

buse est perpendiculaire à la surface de travail (Santos, et al., 2006). Comme pour le dépôt fil, il est possible de construire les pièces en spirale ou couche par couche. De même, il est possible de jouer sur les défocalisations des faisceaux poudre et laser pour par exemple ne pas avoir d'interaction entre les deux et projeter de la poudre froide dans un substrat (ou une couche) fondue par le laser. Cette configuration, qui permet d'obtenir une meilleure stabilité de fabrication, de meilleurs rendements et une limitation de la contamination de la poudre non fondue (Maisonneuve, 2008), a fait l'objet d'un dépôt de brevet (Armines, et al., 2012).

La projection laser est un procédé relativement économe en matière première qui permet de construire des pièces de grande taille (aux alentours du mètre) dans des temps relativement courts. De nombreux alliages métalliques sont utilisables, de même que des composites à matrice métallique (Orecchia, 2008). Elle permet aussi de ne pas requérir l'utilisation d'un substrat plan pour construire les pièces, ce qui permet de monter des couches sur une pièce déjà existante afin de la fonctionnaliser (en créant des pattes de fixation par exemple). Certains systèmes permettent de créer des pièces sur 5 axes continus, autorisant alors une plus grande liberté de fabrication. Elle permet en outre d'obtenir des pièces à la métallurgie contrôlée (grains colonnaires et/ou équiaxes) et présentant de bonnes propriétés mécaniques, parfois supérieures aux pièces obtenues par des procédés de mise en forme conventionnels tels que la fonderie (Maisonneuve, 2008). Toutefois, le procédé souffre d'un manque de résolution et d'une moins bonne rugosité de surface par rapport à ses cousins SLS et SLM et l'encombrement de la buse ne permet pas forcément de réaliser certaines géométries de pièces. Le procédé se prête plus facilement à la construction de pièces de contour que de pièces massives. De même, le DMD se prête plus à la fabrication d'ébauches que de pièces finies. D'autre part, l'angle de construction possible sans inclinaison de la buse est très limité (20° pour le TA6V et seulement entre 5 et 10° pour l'Inconel 718 (Maisonneuve, 2008)).

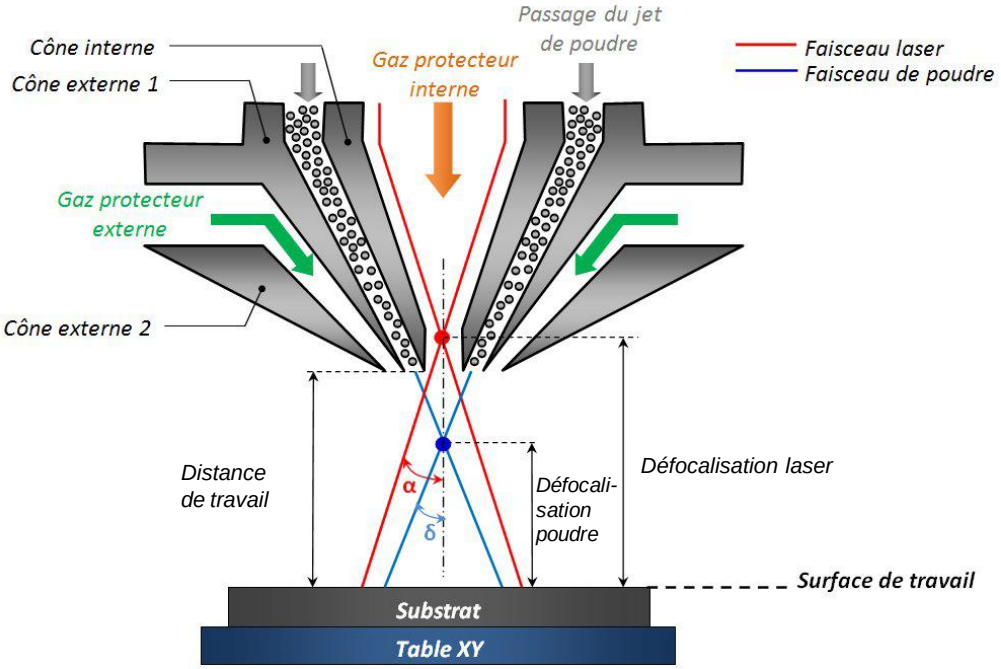


Figure I-18 : Schématisation du procédé de projection laser (d'après (Orecchia, 2008))

On peut noter que d'autres procédés inspirés de la projection laser commencent à voir le jour, tels que la fabrication additive par *Cold Spray*, ou CGDM (pour *Cold Gas Dynamic Manufacturing*).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Ici, ce n'est pas un laser qui permet aux particules de poudre métallique d'adhérer entre elles, mais leur déformation plastique induite par énergie cinétique. Dans ce procédé, la poudre est projetée à vitesse supersonique sur un matériau ; les particules en se déformant à l'impact adhèrent au substrat ou aux autres particules déjà déformées. Il est alors possible de construire des pièces sans les monter en température, ce qui limite grandement l'apparition des contraintes résiduelles (Pattison, et al., 2007).

I.2.9 Frittage et fusion sélective par laser

Le frittage sélectif par laser, ou SLS (pour *Selective Laser Sintering*) dérive de la stéréolithographie et a été mis au point par Carl Deckard en 1986 aux États-Unis. Aussi appelé DMLS (pour *Direct Metal Laser Sintering*) suivant le fabricant de machine et le matériau utilisé, le procédé SLS applique le principe du procédé SL à des lits de poudre en lieu et place du photopolymère liquide. Un schéma du procédé est présenté en Figure I-19. L'étalement du lit de poudre se fait de manière analogue à ce qui est mis en jeu dans le procédé de 3D *printing*, et un laser (généralement Nd-YAG ou CO_2) vient balayer une portion prédéfinie de la surface du lit de poudre pour consolider la couche en cours en frittant les particules entre elles (Bernard, et al., 1998). La quasi-totalité du temps, le faisceau laser est guidé par une tête scanner disposant de miroirs orientables par moteurs galvanométriques. Certains développement sont toutefois à l'étude, notamment par l'utilisation de matrices DLP (pour *Digital Light Processing* : matrices de miroirs analogues à celles présentes dans certains projecteurs vidéos) ; le lit de poudre n'est alors plus lasé par cordons successifs, mais par pixels simultanés (Stichel, et al., 2014).

La poudre peut consister en un matériau unique ou en un mélange d'une poudre métallique et d'une poudre polymère (cette dernière sert alors de liant). Dans ce deuxième cas de figure, il convient de passer la pièce au four après fabrication afin de la délianter et de finir le frittage. Les pièces fabriquées peuvent présenter des densités comprises entre 70 et 95 % (CustomPartNet, 2009).

Le procédé de fusion sélective par laser, ou procédé SLM (pour *Selective Laser Melting*), qui est au cœur de ce manuscrit, consiste en exactement la même chose que le SLS, sauf que les domaines d'énergie utilisés sont supérieurs de manière à fondre les particules (et non les fritter) et ne pas avoir besoin d'utiliser un quelconque liant. Les pièces ainsi formées peuvent être denses à 100%. Par abus de langage, de nombreuses personnes font référence au SLM sous le nom de frittage sélectif ou de frittage laser.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

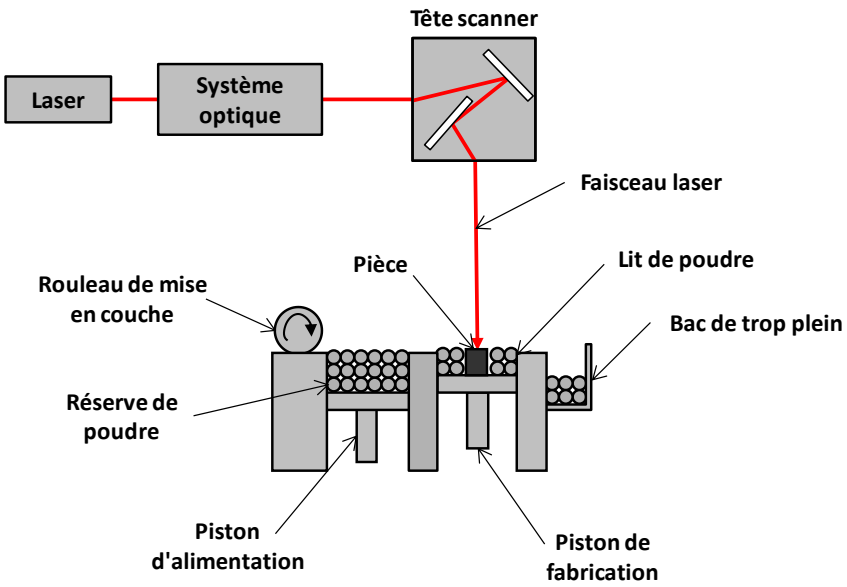


Figure I-19 : Schématisation du procédé de frittage ou fusion sélective par laser

Le SLS et le SLM sont des procédés fins et précis et offrent une grande liberté de fabrication vis-à-vis des géométries qu'il est possible d'obtenir. Ces procédés restent toutefois lents au regard de certains autres procédés additifs, bien que l'amélioration des technologies a permis de grands progrès pour diminuer les temps de fabrication : vitesses de balayage plus élevées (multipliées par 10 depuis 1996 (Levy, et al., 2003)), utilisation de plusieurs lasers simultanément, etc. La taille des pièces fabricables par SLM était assez restreinte avant la sortie des machines de dernière génération qui permettent désormais d'atteindre des longueurs d'une soixantaine de centimètres. Le SLS et SLM peuvent s'utiliser sur de très nombreux matériaux tant que la longueur d'onde et la puissance du laser y sont adaptées : plastiques, céramiques, métaux courants, alliages aéronautiques et métaux précieux. Bien que certains matériaux nécessitent encore des développements, certains sous-traitants proposent de livrer, 48 heures après réception du fichier CAO, des pièces de taille réduite réalisées dans des alliages maîtrisés (Petzoldt, et al., 2014). Ajoutons que, comme pour le 3D *printing*, la poudre non fondue est théoriquement récupérable (une nuance sera apportée à ce propos en Chapitre IV). Toutefois, la réalisation de pièces en multi-matériaux est moins évidente à mettre en œuvre que pour d'autres procédés de fabrication additive (cf. section I.2.9.1). On peut préciser de plus que les machines de SLS et SLM travaillent généralement sous atmosphère contrôlée, ce qui limite la contamination des pièces et de la poudre.

Généralement, les pièces fabriquées par ces procédés sont très chargées en contraintes résiduelles, et il convient de les faire disparaître par un traitement thermique post-fabrication. Toutefois, il a été montré que les pièces brutes de SLM peuvent exhiber de meilleures propriétés mécaniques que celles obtenues par des procédés conventionnels tels que le moulage par injection (Petzoldt, et al., 2014), l'usinage à partir de tôle laminée (Vilaro, 2011) ou la coulée (Froes, et al., 2014).

Comme il a été dit précédemment, le SLM est au cœur de ces travaux de thèse. Si plusieurs des tenants et aboutissants de ce procédé seront expliqués au fur et à mesure de ce manuscrit, les sections ci-dessous permettront au lecteur de se familiariser avec certains termes et certains aspects de la fabrication par SLM.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

I.2.9.1 Problématique du lit de poudre

Le procédé SLM utilise des lits de poudre métallique qu'un faisceau énergétique vient fondre pour consolider la matière. Cependant, on aurait tort de croire que la matière consolidée correspond à la hauteur de poudre déposée. En effet, le lit de poudre est un milieu poreux qui affiche généralement entre 40 et 60 % de porosité entre les particules le constituant. De ce fait, lorsque la poudre fond et se solidifie, le volume atteint *in fine* ne sera égal qu'à 60 à 40 % du volume de poudre fondu. La hauteur de couche consolidée est alors plus faible que la hauteur de couche programmée. Toutefois, lors de l'étalement de la seconde couche, une plus grande quantité de poudre est étalée. De ce fait, une plus grande quantité de matière sera fusionnée et la hauteur consolidée sera plus importante qu'à la couche précédente. Au fur et à mesure des couches, la quantité de poudre étalée augmente et il en va de même pour la hauteur consolidée. Ce point sera explicité plus clairement dans le Chapitre V, notamment au travers de la Figure V-6 qui permet de visualiser ce phénomène de manière simple et claire. Toutefois, une limite est atteinte assez rapidement et la hauteur de couche consolidée correspond alors à la hauteur de couche programmée. Ce phénomène transitoire implique néanmoins que les premières couches réalisées par un procédé par fusion de lits de poudre doivent fatalement faire face à des erreurs dimensionnelles ; c'est donc aussi le cas pour le procédé EBM. Il pourrait être envisageable de contrebalancer ce phénomène en programmant des épaisseurs de couches plus importantes au début de la fabrication, mais il n'est pas possible de connaître précisément la porosité du lit de poudre et donc de prédire avec exactitude la correction à apporter. Dans la pratique, les premières couches correspondent généralement au lasage de grilles de supports pour les pièces qui permettent de faciliter leur séparation du substrat de fabrication et de commencer à laser la pièce quand la hauteur de couche s'est stabilisée.

Par ailleurs, la porosité du lit de poudre peut entraîner d'autres problèmes de fabrication. En effet, dans le cas du SLM, qui est réalisé sous atmosphère (à la différence de l'EBM réalisé sous vide), l'espace entre les particules du lit de poudre contient du gaz. Lors du passage du laser, ce gaz va chauffer très rapidement et se dilater violemment. Ces "micro-explosions", comme on pourrait les appeler, génèrent des ondes de choc capables de perturber le bain de fusion (*i.e.* la poudre fondue encore liquide) et d'en extraire de la matière. Ce phénomène, auquel il sera fait référence sous le terme de "projections" ou d'"éjections", sera abordé dans le Chapitre IV et le Chapitre VI. L'EBM n'est pas sujet à ce problème du fait de l'absence de gaz dans le lit de poudre.

Les procédés qui utilisent des lits de poudre permettent d'obtenir des géométries beaucoup plus complexes que celles offertes par les procédés de dépôt fil ou de projection (comme le DMD). Cela vient entre autres du fait que la poudre non fondue permet d'offrir un soutien à la couche supérieure en cours de lasage. De ce fait, il est possible de laser des portions flottantes à la surface du lit de poudre et donc non maintenues au reste de la pièce (cf. Figure I-20). On constate néanmoins souvent par la pratique que l'état de surface des contre-dépouilles est moins bon que sur le reste de la pièce. Ce problème peut être pallié en construisant des supports de fabrication sacrificiels (généralement une sorte de grille) permettant d'offrir un meilleur maintien qu'un lit de poudre libre. Ces supports de fabrication sont enlevés lorsque l'on sépare la pièce du substrat ; leur fabrication entraîne d'ailleurs une légère utilisation de matière supplémentaire. Ajoutons d'ailleurs que l'évacuation de la poudre non consolidée hors des cavités des pièces n'est pas aisée (voire impossible si ces cavités ne sont pas débouchantes).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

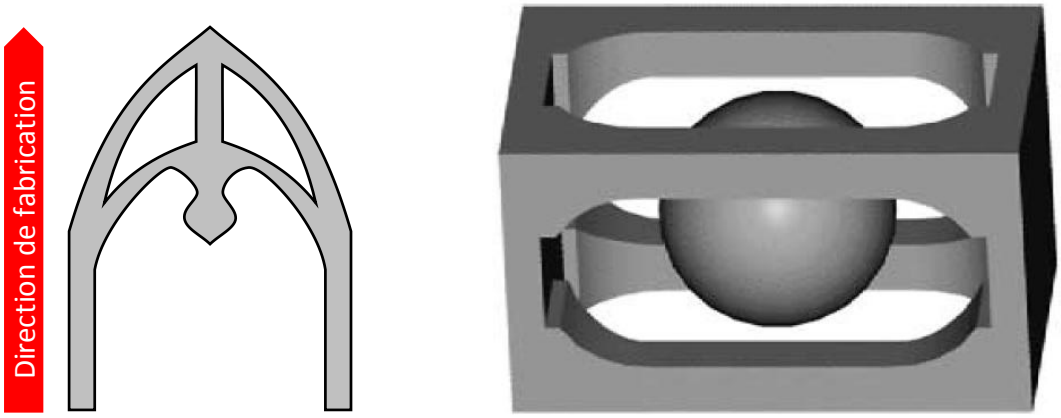


Figure I-20 : Schématisation de formes accessibles par procédé lits de poudre qu'il serait impossible de réaliser par dépôt fil ou projection

Le procédé SLM fait partie des procédés dits "lits de poudre". Ces procédés de fabrication additive ont en commun le fait que la matière nécessaire à la réalisation des tranches de la pièce à fabriquer est étalée sous forme d'une couche de poudre. Suivant le procédé, voire suivant le constructeur de la machine utilisée, le système d'alimentation en poudre et le système d'étalement peuvent différer. Concernant l'alimentation en poudre, il existe des systèmes utilisant un piston d'alimentation s'élevant ou une trémie déversant de la poudre sur un plateau (cf. Figure IV-4). Le système d'étalement peut également être différent selon les constructeurs : Trumpf utilisera une brosse à poil de carbone, Phénix Systems recourra à un rouleau rainuré en carbure de tungstène-cobalt et d'autres fabricants préfèreront une lame (couteau) métallique ou céramique. Chaque système de mise en couche a ses propres avantages et ses propres inconvénients : le rouleau en WC-Co est très sensible à l'état de surface des zones lasées et risque de se bloquer sur un obstacle trop haut ou une aspérité trop forte. Cela n'est pas le cas de la brosse en poils de carbone, mais cette dernière ne permet pas de compacter le lit de poudre après étalement et risque éventuellement de le contaminer si des poils se détachent (ce qui n'est pas le cas du rouleau).

Indépendamment de leur fabricant, toutes les machines SLM présentent un bac de fabrication dans lequel se trouve un piston. Les dimensions et la forme de la section de ce piston varient d'un système à l'autre. La machine PM100 commercialisée par Phénix Systems dispose d'un piston cylindrique de 100 mm de diamètre, alors que la machine de dernière génération XLine 1000R de Concept Laser dispose d'une surface de fabrication rectangulaire mesurant 640*400 mm^2. Dans le cas où l'on utilise des poudres métalliques, les fabrications entraînent systématiquement la refusion d'une portion du substrat et donc un ancrage fort de la pièce sur celui-ci (ce qui n'est pas forcément le cas pour le lasage des céramiques et des plastiques), ce qui nécessite un réusinage des substrats après séparation des pièces pour pouvoir les réutiliser. Concrètement, le piston de fabrication ne sert pas directement de base à la construction des pièces : on vient lui adjoindre le substrat sur lequel la pièce sera construite. Ce substrat est verrouillé sur le piston ce qui passe généralement par l'utilisation d'un substrat intermédiaire. Ce dernier est usiné (souvent de manière compliquée) pour pouvoir s'adapter au système de verrouillage. Le substrat de fabrication, lui, présente un usinage généralement très simple pour pouvoir être arrimé au substrat intermédiaire. De cette manière, il n'est pas nécessaire de passer par un usinage compliqué pour obtenir des substrats sur lesquels les pièces vont être construites. Par la suite, il ne sera plus fait mention du substrat intermédiaire (bien qu'il soit présent sur la machine PM100 utilisée au Centre des Matériaux) ; on utilisera le terme de substrat pour désigner l'assemblage substrat de fabrication-substrat intermédiaire. Certains auteurs réfléchissent à des solutions alternatives, telles qu'une dépression au niveau du substrat pour plaquer les premières couches de

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

poudre et assurer un maintien suffisant pour ne pas requérir de refusion du substrat ou de fabrication de supports (Zocca, et al., 2014).

Bien qu'il soit possible d'obtenir des formes très complexes par SLM, le procédé utilise des lits de poudre et requiert donc l'utilisation d'une surface plane pour initier la fabrication. De ce fait, il n'est pas possible de fonctionnaliser une pièce à l'inverse de ce que le FDM ou le DMD proposent. Il n'est donc pas possible de prolonger une pièce existante ou de réparer une pièce par SLM (mais il est possible de fabriquer une nouvelle pièce). Cependant certains laboratoires investiguent des cas particuliers, notamment le laboratoire de fabrication directe numérique de Georgia Tech (États-Unis) qui développe le procédé SLE (pour *Scanning Laser Epitaxy*) (Bansal, 2013). Ce dernier consiste à usiner des pièces défectueuses selon une surface plane et à se servir de ladite surface comme substrat de fabrication afin de reconstruire la pièce endommagée (qui est préalablement noyée dans le lit de poudre de manière à ce que la portion usinée affleure à la surface). L'idée derrière le SLE est de ne refondre qu'une seule couche au lieu de plusieurs afin que cette dernière serve à la croissance des grains sans créer de nouveaux joints de grains, ce qui permet d'obtenir des pièces monocristallines et plus exactement des pièces à microstructure colonnaire par fabrication additive.

Généralement, la fusion sélective par laser est utilisée dans le cas de pièces en matériau unique. Cependant, il est envisageable de considérer des fabrications en multi-matériaux. Il est possible d'utiliser des poudres composites mais la finesse des granulométries généralement utilisées en SLM peut rendre difficile l'élaboration de poudres CMM compatibles avec le procédé. Il est aussi envisageable d'utiliser des mélanges de poudre ou d'utiliser deux systèmes d'alimentation séparés pour étaler des couches de matériaux différents (Stichel, et al., 2014), mais cela complique la récupération de la poudre non utilisée et son éventuel recyclage.

I.2.9.2 Description des paramètres opératoires utilisés en SLM

Fabriquer une pièce par SLM implique de régler les paramètres opératoires à des valeurs permettant d'obtenir la qualité de cordons que l'on souhaite. Il existe de nombreux paramètres opératoires du premier et du second ordre intervenant sur la stabilité des fabrications obtenues (Vilaro, 2011). Certains, comme le taux d'hygrométrie, la quantité d'oxygène au sein de l'atmosphère protectrice ou le taux d'évaporation des éléments d'alliage sont difficiles à régler de manière exacte mais peuvent être mesurés assez précisément. Toutefois, il existe certains paramètres d'entrée qu'il est possible de faire varier simplement :

- P : la puissance communiquée par le laser. Les machines de SLM sont généralement équipées de laser de quelques centaines de watts, bien que certains modèles intègrent des lasers de l'ordre du kilowatt.
- V : la vitesse de balayage du faisceau laser à la surface du lit de poudre. Les vitesses conventionnellement mises en œuvre pour la plupart des matériaux métalliques sont aux environs d'un ou deux mètres par seconde.
- Φ_l : le diamètre du faisceau laser dans son plan focal (qui correspond au lit de poudre). Généralement les valeurs de ce paramètre se situent entre 50 et 300 µm. Certaines machines disposent d'un système automatisé pour changer le diamètre du faisceau au cours de la fabrication ; cette opération dure quelques secondes et n'a donc lieu qu'entre le lasage de deux cordons.
- $\Delta Zpiston$: l'épaisseur de couche. Concrètement, ce paramètre correspond à l'épaisseur sur laquelle le piston de fabrication va descendre (typiquement entre 20 et 100 µm) ainsi qu'à l'épaisseur utilisée pour le *slicing* de la pièce. Comme dit précédemment, cette hauteur de

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

couche ne correspond pas à la hauteur ΔZ_{poudre} de poudre déposée (sauf du moins pour la première couche). Toutefois, au bout d'un certain nombre de couches déposées (de l'ordre de la dizaine), la hauteur consolidée se stabilise et correspond alors à ΔZ_{piston} (Benzaken, 2007).

- *Ev* : l'écart vecteur entre deux cordons adjacents. Cette distance correspond à la distance entre les positions du centre du faisceau laser pour deux cordons adjacents au sein de la même couche. Bien que ce ne soit pas systématiquement le cas (notamment lors du lasage des contours), le lasage d'une surface passe généralement par la fabrication de cordons rectilignes côte à côte. Il est généralement conseillé de choisir un écart vecteur tel que les cordons se recouvrent. Ainsi, le lasage du deuxième cordon entraîne la refusion partielle du premier, ce qui permet de diminuer la rugosité de la surface lasée et d'éliminer les risques de porosité dans les parties massives. Il est possible de définir un taux de recouvrement τ_r (cf. Eq V-16) qui correspond à la fraction du premier cordon qui a été refondu.

Une stratégie communément utilisée pour le lasage des pièces consiste à laser le contour extérieur de chaque tranche de pièce avec un jeu de paramètres opératoires offrant un bon état de surface (qui sera donc l'état de surface extérieur de la pièce formée). L'intérieur de chacune des tranches, lui, est réalisé avec un jeu de paramètres permettant la construction à des vitesses plus rapides ou générant des cordons plus larges. De ce fait, cette paramétrie permet de diminuer le temps de fabrication en augmentant la vitesse de balayage ou en diminuant le nombre de cordons nécessaire au lasage d'une même surface. On fait référence à cette stratégie sous le nom de "contour/remplissage". Comme le lasage du remplissage des pièces est généralement réalisé grâce à des cordons alignés, on effectue une rotation de 90° de l'orientation de ces cordons à chacune des couches. De cette manière, les cordons de la couche $i + 1$ sont orientés perpendiculairement par rapport à ceux de la couche i (hormis les cordons non rectilignes lasés sur le contour de la pièce). Cela permet de limiter la porosité et la déformation des pièces par les contraintes résiduelles.

I.3 Conclusion du chapitre

La fabrication additive regroupe une famille de procédés de mise en forme en rupture avec ceux utilisés conventionnellement. Elle permet une liberté créatrice exceptionnelle en générant des géométries impensables jusqu'alors (structures creuses, treillis métalliques, etc.), en garantissant des temps de fabrication nettement inférieurs à ce qui peut exister dans le domaine de la fonderie et en diminuant le coût matériau par rapport à l'usinage. Ces procédés de fabrication additive peuvent être considérés comme écologiques car ils consomment moins de matière première et que la revalorisation de la matière inutilisée est plus simple à mettre en œuvre que la revalorisation des copeaux d'usinage (avec toutefois certaines nuances qui seront explicitées dans le Chapitre IV).

Une des principales faiblesses de ces procédés est leur méconnaissance par les bureaux d'études, principalement à cause de leur jeunesse et de l'absence de règles et de normalisation dans le domaine. En effet, certains procédés sont encore à l'étude dans les laboratoires ce qui explique qu'aucun déploiement industriel à grande échelle n'ait pas encore réellement eu lieu. Néanmoins, la volonté de l'industrie, notamment l'aéronautique et l'aérospatiale, est d'améliorer la fiabilité de ces procédés, entre autres par le développement de solutions de contrôle procédé (comme c'est le cas dans le projet FALAFEL et qui sera traité au Chapitre VI). L'autre principale limitation de ces procédés est la taille restreinte des pièces fabriquées (de l'ordre du mètre pour les plus grandes actuellement).

Comme on peut s'y attendre, chaque procédé de fabrication additive présente ses forces et ses faiblesses, mais il convient parfois de les utiliser conjointement afin de tirer le meilleur parti de chaque

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

technologie. Un démonstrateur a été fabriqué en ce sens dans le projet FALAFEL (cf. Figure I-10) qui réunit la précision et la liberté de géométries accessibles par SLM ainsi que les grandes dimensions et la fonctionnalisation permises par DMD.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Bibliographie

Abed, Stéphane. 2014. Applications industrielles de la fabrication additive dans le secteur Aéronautique : les atouts, les limites actuelles, les perspectives de ces nouveaux procédés de fabrication. Les enjeux de la Fabrication Additive directe dans les secteurs aéronautique et spatial. Présentation Journée thématique de la Commission Matériaux de 3AF. 30 Octobre 2014.

AFNOR. 2011. NF E67-001. Fabrication additive - Vocabulaire. Norme. 2011.

Amazon.com. 2014. Amazon.com: Clothing, Shoes & Jewelry. Amazon.com. [En ligne] 2014. [Citation : 04 12 2014.] http://www.amazon.com/s/ref=amb_link_411035042_4?ie=UTF8&bbn=7141123011&rh=i%3Afashion%2Cn%3A7141123011&srs=8323871011&pf_rd_m=ATVPDKIKX0DER&pf_rd_s=merchandised-search-left-3&pf_rd_r=0PZ4G4X42C0ZXZ0GVEEY&pf_rd_t=101&pf_rd_p=1970168802&pf_rd_i=8323871011.

Armines, SNECMA et MBDA. 2012. Procédé de fabrication d'une pièce par fusion de poudre, les particules arrivant froides dans le bain. 12 03257 30 Novembre 2012.

ASTM International. 2012. ASTM F2792 - 12a. Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies. Norme. 2012.

Bansal, Rohan. 2013. Analysis and feedback control of the scanning laser epitaxy process applied to nickel-base superalloys, Georgia Institute of Technology, 2013. Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree Ph. D.

Benzaken, Jean Rémy. 2007. Fabrication directe de pièces métalliques par fusion laser, MINES-ParisTech, 2007. Rapport de stage de Mastère.

Bernard, Alain et Taillandier, Georges. 1998. Le prototypage rapide, Éditions Hermès, 1998.

Binder, Stefan. 2011. Herzlich Willkommen - Entwicklungsprozess mit HyperShape/CATIA. HyperWorks Anwendertreffen für Hochschulen. [Cours à l'Université de Sciences Appliquées de Bochum]. 2011.

Buican, George Răzvan, Oancea, Gheorghe et Manolescu, Alexandru. 2014. Remanufacturing of Damaged Parts Using Selective Laser Melting Technology. Applied Mechanics and Materials. 2014, Vol. 693, pp. 285–290.

Carrefour. 2014. Carrefour.fr. [En ligne] 2014. [Citation :] http://online.carrefour.fr/electromenager-multimedia/pp3dp/up-plus-2-imprimante-3d_a22119997_frfr.html.

Chen, Shaochen. 2014. Nanoscale 3D-Printing of Hydrogels: Materials, Fabrication, and Tissue Engineering. Présentation à la conférence ICALEO 2014. Octobre 2014.

CustomPartNet. 2009. www.custompartnet.com. [En ligne] 2009. [Citation : 11 Décembre 2014.]

Dirrenberger, Justin. 2013. Propriétés effectives de matériaux architecturés, MINES-ParisTech, 2013. Thèse.

Drouot, Antoine. 2014. Lot 6 - Validation technico-économique. Présentation de réunion plénière FALAFEL. Novembre 2014.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Dumoulin, Emmanuel. 2013. Fabrication additive de pièces en polymères thermoplastiques hautes performances et en polyamide 12 par le procédé de frittage sélectif par laser, MINES-ParisTech, 2013. Thèse.

Fateri, Miranda et Gebhardt, Andreas. 2014. Process Parameters Development of Selective Laser Melting of Lunar Regolith for On-Site Manufacturing Applications. International Journal of Applied Ceramic Technology. 2014, pp. 1–7.

Frazier, William E. 2014. Metal Additive Manufacturing: A Review. Journal of Materials Engineering and Performance. 2014, Vol. 23, 6, pp. 1917–1928.

Froes, F. H. et Dutta, B. 2014. The Additive Manufacturing (AM) of Titanium Alloys. Advanced Materials Research. 2014, Vol. 1019, pp. 19–25.

Gladush, Gennady G. et Smurov, Igor. 2011. Physics of Laser Materials Processing – Theory and Experiment. 2011.

Gu, Dongdong, et al. 2014. Selective laser melting additive manufacturing of TiC/AlSi10Mg bulk-form nanocomposites with tailored microstructures and properties. Physics Procedia. 2014, 56, pp. 108–116.

Hammer, Christine, et al. 2014. Scalability of the Mechanical Properties of SLM Micro-Struts. Présentation à la conférence ICALEO 2014. Octobre 2014.

Hull, Charles W. 1984. Apparatus for production of three-dimensional objects by stereolithography. US 4575330 A USA, 8 Août 1984.

ISO. 2014. ISO/TC 261. ISO 17296 - Fabrication additive – Principe généraux. Norme. 2014.

Juechter, V., et al. 2014. Processing window and evaporation phenomena for Ti-6Al-4V produced by selective electron beam melting. Acta Materialia. 2014, Vol. 76, pp. 252–258.

Klocke, Fritz, et al. 2014. Integrated Manufacturing Process Chains for Laser Additive Manufacturing in Industrial Production. Présentation à la conférence ICALEO 2014. Octobre 2014.

Levy, Gideon N., Schindel, Ralf et Kruth, Jean Pierre. 2003. Rapid Manufacturing and Rapid Tooling with Layer Manufacturing (LM) technologies, state of the art and future perspectives. CIRP Annals - Manufacturing Technology. 2003, Vol. 52, 2, pp. 589–609.

Liao, Y. S., Chiu, L. C. et Chiu, Y. Y. 2003. A new approach of online waste removal process for laminated object manufacturing (LOM). Journal of Materials Processing Technology. 2003, Vol. 140, 1–3, pp. 136–140.

Maisonneuve, Julie. 2008. Fabrication directe de pièces aéronautiques en TA6V et IN718 : projection et fusion sélective par laser, MINES-ParisTech, 2008. Thèse.

Marcos, Daniel. 2016. Développement de MOULes INNOVants à hautes performances pour l'injection de matières plastiques fabriqués par Selective Laser Melting (SLM), MINES-ParisTech, 2016. Thèse.

Materialise. 2014. Materialise Introduces New Release of Magics. Feel the Power of Improved Efficiency with Magics19. materialise.com. [En ligne] 21 Octobre 2014. [Citation : 10 Décembre 2014.] www.materialise.com/press/materialisei-ntroduces-new-release-of-magics-feel-the-power-of-improved-efficiency-with.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Metal Powder Report. 2014. Launch of 3D printer for making jewellery. Metal Powder Report. Novembre-Décembre 2014, Vol. 69, 6, p. 42.

Michaud, Pierre. 2014. Application de la fabrication additive dans le spatial. Les enjeux de la Fabrication Additive directe dans les secteurs aéronautique et spatial. [Présentation Journée thématique de la Commission Matériaux de 3AF]. 30 Octobre 2014.

Moylan, Shawn, et al. 2014. An additive Manufacturing Test Artifact. Journal of Research of the National Onstitue of Standards and Technology. 2014, Vol. 119, pp. 429–459.

OhmEye1. 2012. Hyperboloid Timelapse 2012. YouTube. [En ligne] 22 Décembre 2012. [Citation : 5 Décembre 2014.] https://www.youtube.com/watch?v=NzQF7SRU_1E.

Orecchia, David. 2008. Approche de procédés innovants de fabrication rapide par laser de pièces en TA6V, IN718 et en composites à matrice métallique du type TA6V/TiB et TA6V/TiC, pour l'industrie aéronautique, MINES-ParisTech, 2008. Rapport de stage de Mastère.

Pattison, J., et al. 2007. Cold gas dynamic manufacturing: A non-thermal approach to freeform fabrication. International Journal of Machine Tools & Manufacture. 2007, Vol. 47, pp. 627–634.

Petzoldt, Frank, et al. 2014. Advanced PM Processes for Medical Technologies. Journal of Korean Powder Metallurgy Institue. 2014, Vol. 21, 1.

Phoenix DeVentures. 2012. The Benefits of DMLS – Why Use Selective Laser Sintering. [En ligne] 2012. [Citation : 18 Décembre 2014.] http://phoenixdeventures.com/uncategorized/test/.

Qian, Tingting, et al. 2014. Microstructure of TA2/TA15 graded structural material by laser additive manufacturing process. Transactions of Nonferrous Metals Society of China. 2014, 24, pp. 2729–2736.

Santos, Edson Costa, et al. 2006. Rapid manufacturing of metal components by laser forming. International Journal of Machine Tools & Manufacture. 2006, Vol. 46, pp. 1459–1468.

Shaker-Hermier, Emmanuelle. 2015. Fabrication d'implants osseux biocéramiques par fusion laser, MINES-ParisTech, 2015. Thèse.

Stichel, Thomas, et al. 2014. Simultaneous Laser Beam Melting of Multi-Material Polymer Parts. Présentation à la conférence ICALEO 2014. Octobre 2014.

Tejero, Ricardo, Anitua, Eduardo et Orive, Gorka. 2014. Toward the iomimetic implant surface: Biopolymers on titanium-based implants for bone regeneration. Progress in Polymer Science. 2014, 39, pp. 1406–1447.

Toensmeier, Pat et Ng, William. 2014. 'Substrative' Industries Are COming to Terms with Additive Manufacturing - ThomasNet News. [En ligne] 25 Novembre 2014. [Citation : 18 Décembre 2014.] http://news.thomasnet.com/imt/2014/11/25/hybrid-manufacturing-gives-am-a-needed-output-boost.

TWI Ltd. 2014. Selective Laser Melting SLM at TWI. [En ligne] 2014. [Citation : 18 Décembre 2014.] http://www.twi-global.com/technologies/welding-surface-engineering-and-material-processing/additive-manufacturing/selective-laser-melting/.

Vilaro, Thomas. 2011. Fabrication directe de pièces aéronautiques et spatiales en Nimonic 263 et A360 par le procédé de fusion sélective par laser : approche thermique, microstructurale et mécanique, MINES-ParisTech, 2011. Thèse.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Vilaro, Thomas, Colin, Christophe et Bartout, Jean-Dominique. 2011. As-Fabricated and Heat-Treated Microstructures of the Ti-6Al-4V Alloy Processed by Selective Laser Melting. Metallurgical and Materials transactions A. 2011, Vol. 42, 10, pp. 3190–3199.

Yan, Xue et Gu, P. 1996. A review of rapid prototyping technologies and systems. Computer-Aided Design. 1996, Vol. 28, 4, pp. 307–318.

Yang, Li, et al. 2012. Compressive properties of Ti-6Al-4V auxetic mesh structures made by electron beam melting. Acta Materialia. 2012, 60, pp. 3370–3379.

Zocca, Andrea, et al. 2014. Powder-Bed Stabilization for Powder-Based Additive Manufacturing. Advances in Mechanical Engineering. 2014, Vol. 2014.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Chapitre II Matériaux de l'étude

Résumé :

De nombreux types de matériaux peuvent être utilisés en fabrication additive : métaux, céramiques, polymères, composites à matrice métallique (CMM), etc. Toutefois, le projet FALAFEL dans lequel s'inscrivent les travaux présentés dans ce manuscrit se focalise sur certaines nuances de métaux. Deux alliages métalliques, dont un très répandu dans le domaine aéronautique ont principalement été utilisés dans le cadre de cette thèse.

Ce chapitre présentera les deux nuances d'alliages en question ainsi que les familles dont ils sont issus. Il sera donc fait mention des alliages de titane et plus particulièrement du Ti-6Al-4V aussi appelé TA6V. De même, les superalliages à base de nickel seront traités, notamment le Nimonic 263.

Sommaire :

II.1 Alliages de titane 41
II.1.1 Alliages base titane 41
II.1.1.1 Éléments d'addition et microstructure 43
II.1.1.1.a Effet des éléments d'addition.... 43
II.1.1.1.b Phases des alliages de titane.... 47
II.1.1.2 Classification des alliages de titane et propriétés mécaniques 49
II.1.2 Alliage TA6V 53
II.1.2.1 Composition et microstructure 54
II.1.2.2 Propriétés physiques et mécaniques 57
II.2 Alliages de nickel....65
II.2.1 Superalliages base nickel 66
II.2.1.1 Éléments d'addition et microstructure 66
II.2.1.1.a Matrice austénitique γ 68
II.2.1.1.b Phase γ'-Ni_3(Al,Ti) 68
II.2.1.1.c Carbures 68
II.2.1.1.d Phases TCP 69
II.2.1.1.e Borures 69
II.2.1.1.f Phase γ"-Ni_3Nb 70
II.2.1.1.g Phase η-Ni_3Ti 70

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

II.2.1.2 Propriétés mécaniques 70
II.2.2 Nimonic 263 71
II.2.2.1 Composition et microstructure 71
II.2.2.2 Propriétés physiques et mécaniques 75
II.3 Conclusion du chapitre.....78

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Bien que cette thèse se focalise plus sur le procédé que sur le matériau, il convient cependant de présenter la matière première à partir de laquelle les pièces des études exposées seront fabriquées. Le projet FALAFEL (pour Fabrication Additive par procédés LAser et Faisceau d'ELectrons) vise à industrialiser des procédés de fabrication directe sur différents alliages aéronautiques : le TZM (alliage base molybdène), le Marval X12 (acier maraging), le 2195 (alliage Al-Cu-Li), des composites à renforts particulaires TA6V/TiC/TiB, et enfin le TA6V (alliage base titane) et le Nimonic 263 (superalliage base nickel). Ce sont ces deux derniers alliages qui ont été utilisés pour les études présentées dans ce manuscrit, et plus particulièrement dans le cadre du procédé lit de poudre, à savoir le procédé SLM (pour *Selective Laser Melting* : fusion sélective par laser). Notons que le projet FALAFEL s'est aussi intéressé au procédé DMD (pour *Direct Metal Deposition* : projection laser) dans les travaux de Toinou Blanc sur le TA6V et les CMM (Blanc, 2016), ainsi qu'à la modélisation de ces deux procédés sur TA6V grâce aux travaux de Guillaume Marion (Marion, 2016).

II.1 Alliages de titane

Le titane a été découvert par le révérend William Gregor en 1791 ; son nom fait référence aux titans, divinités primordiales de la mythologie grecque, antérieurs aux dieux olympiens et évoquant la force (Atlas soutien la voute céleste à lui seul). Toutefois, il est amusant de constater que cette analogie est une coïncidence car les propriétés physico-chimiques du métal restaient inconnues lorsque Martin Klaproth le baptise en 1795. Le titane est le 9ème élément le plus abondant sur Terre et il représente aux alentours de 0,44 % de sa masse, soit environ $2{,}63.10^{19}$ tonnes. Il porte le numéro atomique 22 et a pour symbole Ti. Bien qu'il soit ajouté sous forme de ferrotitane à certains aciers et fontes au début du XXème siècle, il fallut attendre 1936 pour que Wilhelm Kroll prouve que le titane pur, ductile, peut être produit industriellement (par réduction du $TiCl_4$ par le magnésium) (Encyclopedia Universalis, 1992). L'industrialisation du matériau n'a commencé qu'au début des années 1950. À l'état pur, c'est un métal blanc amagnétique présentant des propriétés mécaniques assez faibles, une grande ductilité et une bonne résistance à la corrosion (le titane se rapproche des métaux passifs dans l'eau de mer que sont le platine, l'or et l'argent (Combres, 1999)). Toutefois, il est souvent allié à d'autres éléments qui permettent de grandement améliorer ses propriétés mécaniques.

II.1.1 Alliages base titane

Les alliages base titane présentent des caractéristiques intéressantes comme une bonne tenue à la corrosion, une faible masse volumique (aux alentours de 4,5 contre 7,8 g/cm^3 pour les aciers), l'amagnétisme, tout en offrant des propriétés mécaniques pouvant être élevées. Suivant les nuances et traitements appliqués aux alliages, la limite d'élasticité à 0,2% de déformation plastique $Rp_{0,2}$ peut aller de 480 (Ti Grade 4) à 1 100 MPa (β-CEZ), voire atteindre les 1 725 MPa (β-CEZ max) sous certaines formes (ressorts, fils, etc.). Sous certaines conditions, certains de ces alliages peuvent même dépasser 1 000 % d'allongement avant de rompre (Lampman, 1990). Ils sont principalement utilisés dans l'industrie chimique, pétrolifère et dans l'aéronautique pour leurs meilleures propriétés spécifiques que les aciers ou les alliages d'aluminium. L'aéronautique représente d'ailleurs à elle seule environ 50 % des parts de marché des produits longs (barres et fils) et plats (plaques et tôles) de titane (Combres, 1997). Toutefois, on retrouve aussi les alliages de titane dans le domaine du médical du fait qu'ils sont biocompatibles et qu'ils peuvent présenter des modules d'élasticité se rapprochant des tissus osseux (E = 70 GPa) (Combres, et al., 1995). On peut également les retrouver dans le domaine automobile, voire dans l'industrie du luxe (notamment en horlogerie).

À température ambiante, le titane pur et certaines de ses nuances se composent d'une phase hexagonale pseudo-compacte (HCP) nommée α présentant les paramètres de maille a = 2,950 Å et c = 4,683 Å. Le rapport c / a des paramètres de maille vaut donc 1,587, ce qui est inférieur à la valeur

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

théorique pour une maille hexagonale (qui est égale à 1,633). De ce fait, le plan de base de la maille n'est plus le plan atomique de plus grande densité ; au contraire ce sont les plans pyramidaux et les faces du prisme qui le deviennent. Du fait de ce nombre plus important de plans de glissement, le titane arbore une ductilité supérieure à celle des autres métaux hexagonaux tels que le zinc (c / a = 1,86) ou le magnésium (c / a = 1,624) (Séraphin, 1965). Au-delà d'une certaine température, une transformation allotropique (réversible) a lieu, et l'alliage n'est plus composé que d'une seule phase β cubique centrée (CC) de paramètre de maille a = 3,290 Å (cf. Figure I-1). Cette température, appelée transus β (T_β), dépend de la composition de l'alliage : pour le titane pur, elle est égale à 882°C, mais elle s'élève à 910°C pour le titane commercial présentant moins de 0,25 % massique d'oxygène, et est de 995°C pour l'alliage de TA6V (Lampman, 1990). L'addition d'éléments d'alliage entraîne l'apparition d'un domaine d'existence α + β, et de ce fait, il existe également une température en dessous de laquelle l'alliage à l'équilibre est totalement constitué de phase α. On appelle parfois cette température transus α (T_α). Précisons que pour le titane pur, $T_\beta = T_\alpha$ et que la transformation β → α a lieu sans diffusion, ce qui n'est pas le cas pour les alliages de titane pour lesquels la vitesse de refroidissement impacte la finesse de la microstructure et sa morphologie.

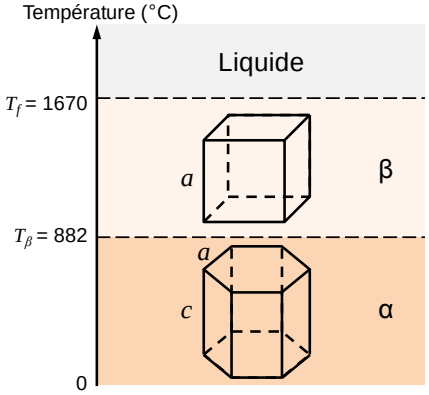


Figure II-1 : Structures cristallographiques du titane (d'après (Combres, et al., 1995))

De par l'existence de ces deux phases, les microstructures des alliages de titane peuvent être complexes. Elles dépendent non seulement des éléments d'addition, mais aussi des traitements thermomécaniques (et donc des voies d'élaboration utilisées) qu'ont subi les pièces, qui font varier la taille de la phase α, sa morphologie ainsi que son taux. Du fait d'une résistance et des propriétés en fluage assez moyennes en température, les alliages de titane coulés ou forgés sont rarement utilisés au-dessus de 600°C. Les produits à base de titane destinés aux plus hautes températures font partie de la famille des aluminures de titane TiAl qui ne sera pas présentée ici.

La métallurgie des poudres (MdP) est utilisée pour les alliages de titane, mais est plutôt réservée aux pièces de géométries complexes qu'il serait difficile, voire impossible à atteindre par métallurgie conventionnelle. L'alliage le plus utilisé en métallurgie des poudres est le TA6V (qui est le principal alliage de titane utilisé en aéronautique), bien que le domaine ne soit pas fermé aux autres nuances (Eylon, et al., 1990). La métallurgie des poudres reste principalement liée aux domaines de l'aéronautique, de l'aérospatiale et de l'armement. Toutefois, la fabrication additive, que l'on peut classer en partie dans la métallurgie des poudres, ouvre d'autres perspectives telles que le domaine médical. En effet, des implants crâniens et des prothèses de hanches sont fabriqués en titane depuis déjà plusieurs années (Bourell, et al., 2009).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

II.1.1.1 Éléments d'addition et microstructure

Hormis les effets sur les températures de transus et sur les paramètres de maille, les éléments d'addition ont aussi, bien évidemment, des effets sur les propriétés du titane. Par exemple, les éléments en insertion tels que le carbone, l'azote et l'oxygène augmentent la résistance de l'alliage et diminuent sa ductilité (cf. Figure II-2). C'est également le cas d'autres éléments en substitution comme le fer ou le silicium. Dans le cas du titane très faiblement allié, ce sont les taux d'oxygène et de fer, alors considérés comme impuretés, qui vont déterminer la résistance de l'alliage, tandis que ces éléments sont volontairement ajoutés dans d'autres nuances afin d'obtenir de meilleures propriétés mécaniques. Bien qu'elles ne soient pas des alliages de titane "purs" à proprement parler, les nuances ELI (pour *Extra Low Interstitials*) contiennent un taux très faible d'éléments interstitiels, à savoir le carbone, l'azote, l'oxygène et l'hydrogène, ce qui leur permet de présenter une bonne ténacité et une bonne ductilité, notamment pour les applications cryogéniques.

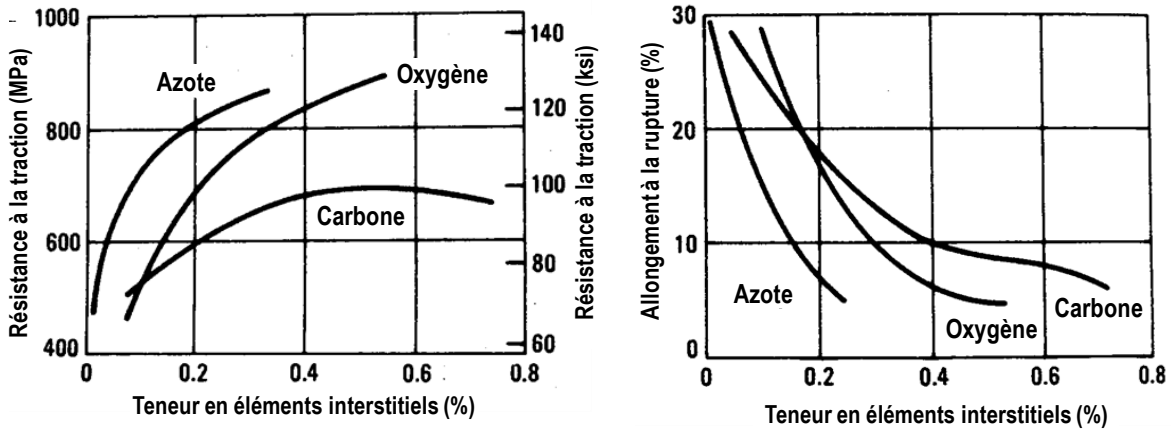


Figure II-2 : Effet du taux d'éléments interstitiels sur les propriétés mécaniques du titane non allié (d'après (Lampman, 1990))

II.1.1.1.a Effet des éléments d'addition

Le principal effet des éléments d'addition dans les alliages de titane est de modifier la température de la transformation $\alpha \rightarrow \beta$. Certains éléments stabilisent la phase α en augmentant la température de transus, tandis que d'autres stabilisent la phase β en la diminuant ; de ce fait, ces éléments sont qualifiés respectivement d'alphagènes ou de bétagènes. Toutefois, leur action au sein des alliages de titane ne se limite pas à faire évoluer le diagramme d'équilibre. Ils influent également sur les propriétés des phases (par effet de solution solide) et sur la cinétique de transformation $\beta \rightarrow \alpha$ en isotherme, comme en anisotherme. Leurs effets sur la stabilité du titane sont globalement additifs.

L'aluminium est le principal élément alphagène dans les alliages de titane, mais on peut aussi noter le gallium, le germanium, le carbone, l'oxygène et l'azote. Suivant leur influence sur le diagramme d'équilibre, on pourra éventuellement parler d'éléments alphagènes péritectoïdes (Barralis, et al., 2002). Toutefois, la grande majorité de la littérature préfère ne pas compliquer les choses et ne fait pas cette distinction. Les éléments bétagènes, eux, peuvent se diviser en deux catégories suivant l'état de la phase α obtenue après la décomposition de la phase β : les bétagènes isomorphes et les bétagènes eutectoïdes (cf. Figure II-3). Les éléments bétagènes isomorphes (Mo, V, Ta, Nb) sont complètement miscibles avec la phase β, tandis que les éléments bétagènes eutectoïdes (Mn, Fe, Cr, Co, Ni, Cu, Si) forment des eutectoïdes jusqu'à 335°C en dessous de la température de transus du titane pur. Enfin, il existe des éléments neutres comme l'étain (Sn) ou le zirconium (Zr) qui ne modifient pas les températures de transformation allotropique du matériau (Combres, 1997). Une liste

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

non exhaustive des éléments d'alliage du titane et de leurs effets est présentée ci-dessous (Lampman, 1990), (Combres, 1999), (Yan, et al., 2014) :

- **L'aluminium** est le principal stabilisateur de α. Il augmente les propriétés en traction, en fluage et le module élastique de l'alliage et diminue sa ductilité. Toutefois, au-delà de 6 % en masse d'aluminium, le titane tend à former une phase Ti_3Al (aussi appelée α_2) qui engendre généralement une fragilisation du matériau. De ce fait, les alliages de titane ne dépassent que rarement les 7 % massique d'aluminium (il existe par exemple l'alliage de Ti-8Al-1V-1Mo entrant dans la catégorie des alliages α, famille décrite en section II.1.1.2). L'apparition de la phase α_2 est néanmoins dépendante de la quantité d'oxygène dans l'alliage, et peut survenir à des teneurs plus faibles en aluminium.
- **L'étain** présente une bonne solubilité, que ce soit dans la phase α ou β. Il permet également le durcissement par solution solide de la phase α afin d'atteindre une plus grande résistance sans risquer la fragilisation en formant du $Ti_3(Al,Sn)$. Sa présence permet aussi d'offrir un bon compromis résistance-ductilité à très basse température (températures cryogéniques).
- **Le zirconium** entre en solution solide avec le titane en durcissant la phase α et la phase β. Il améliore la résistance des alliages α + β aux températures basses et intermédiaires (cf. section II.1.1.2 pour le détail de la classification des alliages), bien qu'au-delà de 5–6 % massique, il puisse réduire la ductilité et la résistance au fluage. Combres le range dans la catégorie des éléments neutres (Combres, 1997), Lampman le qualifie quant à lui de bétagène à l'influence très limitée (Lampman, 1990). Pour Séraphin, l'élément fait partie des deux catégories car il présente un diagramme de phase de type neutre mais abaisse trop les températures de transformation pour ne pas être considéré comme un élément bétagène (Séraphin, 1965).
- **Le molybdène** est un élément bétagène isomorphe qui améliore le durcissement du titane, sa ductilité, sa résistance à l'oxydation et sa tenue au fluage à moyenne température. La présence de molybdène dans le titane améliore les propriétés mécaniques lors de courtes expositions à haute température, mais les diminue si ces expositions sont prolongées.
- **Le niobium** est un élément bétagène isomorphe dont le rôle principal est d'améliorer la résistance à l'oxydation aux hautes températures.
- **Le fer** est un élément bétagène eutectoïde qui tend à réduire les propriétés en fluage à haute température du titane mais qui améliore le compromis résistance-ductilité-fluage à moyenne température. Il a tendance à faire considérablement baisser le transus β.
- **L'oxygène** est un élément alphagène en insertion dans la maille de titane. Il se place au niveau des sites octaédriques dans la phase α et au niveau des sites tétraédriques de la phase β. Cependant ces derniers sont de taille plus réduite que les sites octaédriques, ce qui implique que l'oxygène se dissoudra plus facilement dans la phase α (où il peut atteindre 14,25 % massique à 600°C) que dans la phase β (2,75 % massique à 1 720°C). Sa présence va durcir la phase α, ce qui influe sur les propriétés mécaniques de l'alliage. De ce fait, l'oxygène entraîne une diminution de la ténacité, une augmentation de la résistance maximale à la traction allant de pair avec une diminution de la ductilité de l'alliage. On peut définir un équivalent oxygène à partir des concentrations en d'autres éléments (cf. Eq II-1 d'après (Yan, et al., 2014)) dont l'augmentation va de pair avec une diminution de l'allongement à rupture. Par ailleurs, chaque 0,1 % d'oxygène équivalent augmente la résistance d'environ 120 MPa (Aeby-Gautier, 2007).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Outre l'augmentation de T_β, l'oxygène augmente la température de début de transformation martensitique M_s. Pour classer les alliages de titane commercialement pur (TiCP), on détermine un pourcentage d'oxygène équivalent, $[O]_{eq}$, qui permet de déterminer le grade et les propriétés de l'alliage :

$$[\boldsymbol{O}]_{\boldsymbol{eq}} = [\boldsymbol{O}] + \mathbf{2} \cdot [\boldsymbol{N}] + \frac{\mathbf{2}}{\mathbf{3}} \cdot [\boldsymbol{C}] \quad \textbf{(Eq II-1 a)}$$
$$[\boldsymbol{O}]_{\boldsymbol{eq}} = \boldsymbol{O} + \mathbf{2,77} \cdot \boldsymbol{N} + \mathbf{0,1} \cdot \boldsymbol{Fe} \quad \textbf{(Eq II-1 b)}$$

Eq II-1

- **L'hydrogène** est le seul élément bétagène en insertion. Il n'a pas d'influence directe sur les propriétés mécaniques de l'alliage. Toutefois, sa présence peut engendrer la précipitation d'hydrures qui entraînent une baisse de la ductilité. Il est néanmoins possible que l'hydrogène soit dissous dans la phase β, ce qui empêche la formation d'hydrures (sa limite de solubilité dans le TA6V est de 800 à 1 000 ppm).
- **L'azote** est un élément alphagène en insertion et a un rôle similaire à celui de l'oxygène. Lors de la coulée, il est susceptible de former des nitrures de titane TiN (aussi appelés "Hard α") qui fragilisent le matériau et qui sont donc considérés comme des défauts (Rancic, 2012).
- **Le carbone** est un élément alphagène en insertion qui augmente l'écart entre T_α et T_β. Il améliore également la résistance de l'alliage et ses propriétés en fatigue, mais entraîne une diminution de la ductilité dès que le seuil des 1 000 ppm est franchi.
- **Le vanadium** est un élément bétagène isomorphe qui améliore la ductilité de l'alliage, mais abaisse sa résistance à l'oxydation.
- **Le chrome** est un élément bétagène eutectoïde qui abaisse la ductilité bien qu'il améliore la résistance de l'alliage. Il dépasse rarement les 4 % massique dans les alliages α + β (cf. section II.1.1.2 pour le détail de la classification des alliages)
- **Le silicium** est un élément bétagène eutectoïde qui améliore la tenue au fluage du matériau par la précipitation de siliciures. Toutefois, cela a aussi pour effet de diminuer la ductilité, c'est pourquoi les alliages dépassent rarement les 1 % massique de Si.
- **Le cuivre** est un élément bétagène eutectoïde qui peut précipiter sous la forme d'un intermétallique Ti_2Cu lors de la trempe améliorant la résistance à la traction de l'alliage.
- **Les terres rares** ont été introduites sous forme de dispersoïdes dans les alliages de titane afin d'améliorer leur tenue à haute température. Ces oxydes (du type Y_2O_3 ou Er_2O_3) sont les seuls à être non solubles dans le titane. Toutefois, ce type d'application est resté très limité car on constate qu'elles entraînent également une forte baisse de la ductilité.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

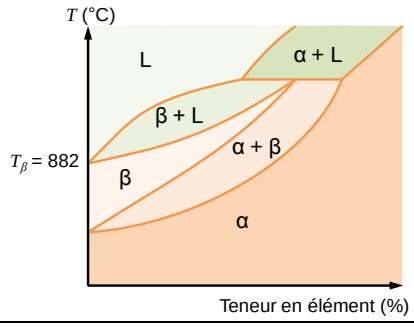
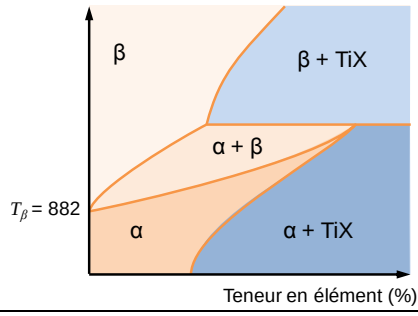
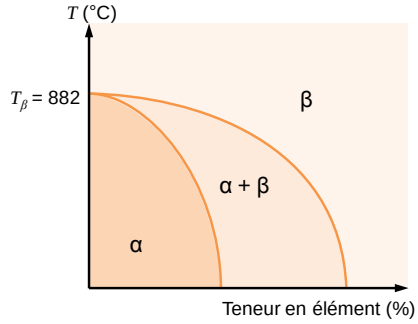
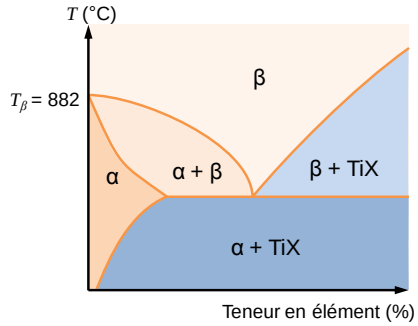
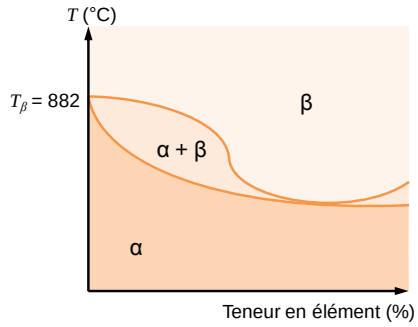
Éléments		Diagramme d'équilibre	Éléments en insertion	Éléments en substitution
Alphagènes	Péritectique		O, N	
	Péritectoïdes		B, C	Al, Ga, Ge, Ce, La, Sc
Bétagènes	Isomorphes			Mo, V, Nb, Ta, Hf, Re
	Eutectoïdes		H	Mn, Fe, Cr, Ni, Cu, Ag, Si, Co, Au, Be, Bi, Pb, Pd, Pt, U, W
Neutres				Sn, Zr

Figure II-3 : Classification des éléments d'addition des alliages de titane (d'après (Barralis, et al., 2002), (Combres, 1997) et (Lampman, 1990))

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

II.1.1.1.b Phases des alliages de titane

Les alliages de titane peuvent comprendre plusieurs phases qui dépendent entre autres de la composition et du traitement thermomécanique qu'a subi l'alliage. L'évolution de la microstructure du TA6V repose essentiellement sur le refroidissement de l'alliage et la transformation $\beta \rightarrow \alpha$. Cette transformation peut se faire par nucléation et croissance ou, suivant la composition de l'alliage et la vitesse de refroidissement, par une transformation martensitique (sans diffusion), amenant à l'apparition d'une phase α' (voire α"). Ces phases ne peuvent apparaître que suite à des traitements thermomécaniques opérés à une température supérieure à celle du début de transformation martensitique (appelée M_s). Si M_s est inférieure à la température ambiante, du fait de la présence d'éléments bétagènes en quantité suffisamment importante, la phase β métastable peut être obtenue par refroidissement rapide. Une liste des phases potentiellement présentes dans les alliages de titane est donnée ci-dessous (Lampman, 1990), (Combres, et al., 1995), (Séraphin, 1965), (Combres, 1999) :

- **α** : c'est une phase hexagonale compacte. On peut même la qualifier de pseudo-compacte car le rapport *c / a* de ses paramètres de maille vaut 1,587, ce qui est inférieur à la valeur théorique de 1,633 pour une structure hexagonale compacte conventionnelle (Séraphin, 1965). La morphologie de cette phase peut être aciculaire, lamellaire ou globulaire suivant le traitement appliqué à l'alliage. Un refroidissement rapide depuis le domaine β donne une structure aiguillée ; plus le refroidissement est lent, plus les aiguilles s'épaississent (la structure devient lamellaire). Un traitement thermomécanique dans le haut du domaine α + β peut casser ces lamelles ce qui va entraîner leur recristallisation en nodules sphériques et mener à une morphologie globulaire équiaxe. La microstructure finale d'un alliage α + β forgé à chaud est dite "duplex" avec des grains équiaxes et lamellaires α + β et des nodules de α primaire noté α_I. L'augmentation de la taille de ces nodules entraîne alors une diminution de la limite d'élasticité à la traction (relation de Hall-Petch, cf. Eq II-2) et de la ductilité ainsi que de la ténacité et de la tenue en fatigue (les fissures ont moins d'interfaces α/α ou α/β à franchir), tout en augmentant la résistance au fluage. L'augmentation de la taille de la phase α aura les mêmes effets dans le cas d'une morphologie lamellaire ou aciculaire. Toutefois, ces morphologies impliquent une meilleure ténacité du fait que les aiguilles ou les lamelles freinent la propagation de la fissure en lui faisant prendre un chemin plus tortueux.

$$\boldsymbol{\sigma_y = \sigma_i + \frac{k_y}{\sqrt{d}}} \qquad \textbf{Eq II-2}$$

- **β** : cette phase cubique centrée apparait à des températures supérieures au transus β. Cette température varie en fonction de la composition de l'alliage, et on peut classer les éléments d'alliage principaux en fonction de l'efficacité avec laquelle ils stabilisent la phase β (par ordre d'efficacité : Fe, Mn, Cr, Co, Mo, Ni, Cu, V, W et Nb (Séraphin, 1965)).
- **βm** : cette phase est métastable et est constituée de la phase β haute température maintenue à l'ambiante avec la même composition chimique. Elle peut se transformer en phase α secondaire, notée α_{II} (α, α' ou d'autres produits de décomposition) à haute température ou en phase ω à basse température. Cette transformation a lieu suite à un apport d'énergie thermique et/ou mécanique, voire même lors de l'utilisation de la pièce en température.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

- **βs** : cette phase β stable retenue à l'ambiante est dans l'impossibilité d'être transformée par traitement thermique ou thermomécanique.
- **βt** : aussi appelée β transformée, elle consiste en les phases obtenues par transformation de la phase β lors du refroidissement ou du vieillissement de l'alliage. Cette appellation regroupe donc plusieurs phases (ayant leur nom propre), mais peut aussi faire référence d'une manière plus générale à la microstructure α + β. La phase α secondaire comprise dans cette appellation peut se présenter sous forme lamellaire, aciculaire, martensitique (α') de forme aiguillée ou encore en forme de vannerie ou de Widmanstätten.
- **β_I** : aussi appelée β primaire, cette phase est la phase β présente à l'équilibre à haute température lors d'un traitement thermique ou thermomécanique.
- **βr** : cette phase, aussi appelée β résiduelle est la phase β formée lors d'un refroidissement hors équilibre d'un alliage dont la composition nominale coupe la ligne M_s, mais pas celle de M_f.
- **α_I** : aussi appelée phase α primaire, elle consiste en la phase α n'ayant pas été transformée lors d'un traitement dans le domaine α + β ; de ce fait, elle reste présente dans l'alliage après le traitement thermique. La morphologie de cette phase dépend de l'histoire thermomécanique de l'alliage. Sa présence influe sur la précipitation de la phase α à partir de β lors des traitements ultérieurs.
- **α_{II}** : aussi appelée phase α secondaire, cette phase est le produit de la transformation des phases βm ou βt au cours des traitements thermiques ou thermomécaniques.
- **αm** : aussi appelée phase α massive, cette phase est de structure hexagonale se présentant sous la forme de lattes. Elle est issue d'une transformation massive sans diffusion dans le volume à basse température à partir de la phase β trempée à moyenne vitesse.
- **α'** : cette phase martensitique a une structure cristalline hexagonale compacte obtenue par une transformation sans diffusion depuis le domaine β (trempe énergique). Elle a donc la même composition que la phase β. Son paramètre de maille *c* est légèrement inférieur à celui de la phase α alors que le paramètre *a* est le même, ce qui entraîne un rapport *c / a* inférieur. Cette différence n'est toutefois pas suffisamment significative pour distinguer les deux phases par diffraction des rayons X (DRX), comme il sera précisé dans le Chapitre III. C'est une phase hors équilibre qui se trouve sous forme aiguillée de fine épaisseur, ce qui la rend difficilement distinguable de la phase α aciculaire. Contrairement à la martensite qui se forme lors de la trempe des aciers, la phase α' des alliages de titane n'est pas très dure. Elle permet néanmoins un durcissement lors du retour à l'équilibre de l'alliage lors d'un maintien à des températures intermédiaires, d'où le traitement de trempe qui est très souvent suivi d'un revenu pour les alliages formant de la phase α'.
- **α''** : cette phase martensitique est orthorhombique (oC4) et se forme soit par un mécanisme sans diffusion lors de la trempe depuis le domaine α + β (Lampman, 1990), soit par précipitation sous contrainte à partir de βm et plus particulièrement d'une phase β mécaniquement instable (Combres, et al., 1995). Elle apparaît dans les alliages où la concentration en éléments bétagènes et réfractaires (Mo, Ta, Nb) est importante. LEs paramètres de maille sont les suivants : a = 3,03 Å, b = 4,92 Å et c = 4,66 Å. La dureté de la phase α'' est souvent considérée comme la moins importante des phases de type α (Vilaro, et al., 2011).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

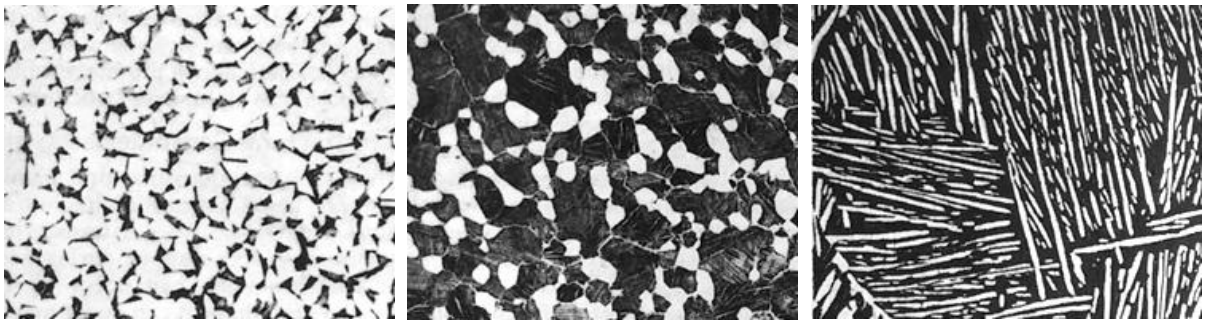
- **α_2** : ce composé intermétallique de type Ti_3Al est une phase ordonnée qui peut se former au sein de α dans les alliages contenant plus de 6 % massique d'aluminium. C'est une phase hexagonale très durcissante, mais également extrêmement fragilisante. Elle apparaît lors de maintiens prolongés à température intermédiaire (450–700°C). La formation de cette phase est favorisée par la présence d'oxygène et d'autres éléments comme l'étain, le zirconium ou le molybdène.
- **γ** : cette phase est un composé intermétallique de type TiAl.
- **ω** : cette phase hors équilibre se forme lors de la nucléation et est souvent considérée comme une phase de transition de la transformation β → α. Elle apparaît dans les alliages contenant de la phase β métastable et amène à une grande fragilisation de l'alliage. Elle peut apparaître lors de traitement de vieillissement à faible température (entre 200 et 500°C) ou lors de maintiens à haute pression hydrostatique (ω isothermique), voire lors d'une trempe depuis le domaine β pour certaines compositions (ω athermique). Le taux d'oxygène joue sur la précipitation ou non de cette phase dans certains alliages β, car il promeut la stabilisation de la phase α, plus stable que la phase ω (Yan, et al., 2014). Elle est présente sous la forme de précipités nanométriques et sa structure cristalline est encore discutée, mais elle est considérée comme fragilisante pour les alliages de titane.

II.1.1.2 Classification des alliages de titane et propriétés mécaniques

Suivant leur microstructure à température ambiante, les alliages de titane sont qualifiés d'alliages α, d'alliages α + β ou encore d'alliages β. Ces derniers arrivent à maintenir une structure essentiellement β à température ambiante suite à des refroidissements lents après des traitements de remise en solution à des températures supérieures à la température de transus β. Il s'agit donc d'alliages de titane dont la composition chimique est suffisamment riche en éléments bétagènes. Les alliages α ont quant à eux une microstructure essentiellement composée de phase α. Les alliages α + β affichent, comme leur nom le laisse supposer, une microstructure à température ambiante composée de phases α et β. Cette catégorie peut être divisée en 3 sous-catégories : les quasi-α (composés d'une bien plus grande portion de phase α que de phase β), les α + β, et les quasi-β (composés d'une bien plus grande portion de phase β que de phase α). On peut aussi utiliser les termes de super-α ou d'alliages α à tendance β pour qualifier les quasi-α (et respectivement pour les quasi-β) (Lampman, 1990).

Les **alliages α** affichent une moins bonne résistance à la corrosion, mais une plus grande résistance mécanique que le titane non allié. Ils affichent généralement une bonne ductilité que les nuances ELI arrivent à conserver à température cryogénique (de même qu'une bonne ténacité). Ils ne peuvent pas être renforcés par traitements thermiques du fait de la stabilité de la phase α. Les seuls traitements envisageables pour les alliages α sont les recuits qui permettent de diminuer les contraintes résiduelles ou de recristalliser une structure écrouie à froid. La taille des grains peut cependant varier, ce qui va influencer la limite d'élasticité et la rupture en fluage (où l'allongement est faible jusqu'à 650°C). Cette classe d'alliage présente en outre une bonne soudabilité en raison de leur structure monophasée. Leur principal élément d'addition est généralement l'aluminium. Bien que certaines nuances puissent contenir des éléments bétagènes et de ce fait appartenir à la catégorie des quasi-α, elles n'en restent pas moins constituées principalement de phase α et leur comportement est plus proche des alliages α que des alliages α + β, que ce soit vis-à-vis des traitements thermiques (durcissement par maturation) ou encore de leur mise en forme. Toutefois, on peut noter diverses microstructures en fonction du traitement thermique qui se rapprochent plus de celles qu'exhibent les alliages α + β (cf. Figure II-4). Ceci a un impact sur les propriétés de l'alliage (cf. Tableau II-1).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE



Température de forgeage faible

α équiaxe dans une matrice α+β

Température de forgeage standard

α_I équiaxe dans une matrice de β_t contenant des aiguilles α

Température de forgeage élevée (supérieure à T_β)

β_t contenant des lamelles α plus ou moins fines

Figure II-4 : Microstructures d'un alliage quasi-α (Ti-8Al-1Mo-1V) après forgeage à différentes températures, observées après attaque chimique au Kroll (grandissement x250) (d'après (Lampman, 1990))

Les **alliages α + β**, qui contiennent au moins un élément alphagène et un élément bétagène, peuvent être renforcés par traitement thermique ou thermomécanique. La plupart du temps, leur renforcement se fait par refroidissement rapide depuis de fortes températures du domaine α + β, voire au-delà de T_β (dans le domaine β), suivi d'un traitement à température intermédiaire pour aboutir à une structure contenant de la phase α et divers produits de transformation de la phase β. Il est possible qu'ils exhibent des microstructures équiaxes à aciculaires en passant par un mélange des deux (structures "duplex"). Les phases aciculaires sont obtenues par un refroidissement rapide après un traitement super-transus. Une trempe en deçà du transus β amène à une structure en α primaire et en phase α aciculaire résultant de la transformation de grains de phase β. L'influence de la microstructure sur les propriétés mécaniques des alliages α + β est présentée en Tableau II-1. Du fait de la présence de phases hors équilibre dans les alliages α + β, telles que la martensite α' ou la phase βm métastable, ces alliages peuvent présenter de bien meilleures propriétés mécaniques après un traitement thermique judicieusement choisi. Un refroidissement lent dans le four depuis les températures de remise en solution ne permettra pas de gain en termes de propriétés mécaniques ; une trempe à l'air entraînera par contre une très légère amélioration tandis qu'une trempe à l'eau, beaucoup plus énergique, impliquera une forte augmentation des propriétés en traction. Dans le cas d'une trempe à l'eau depuis un traitement dans le domaine β, les propriétés après revenu sont bonnes, bien que la ductilité soit faible. Combres divise les alliages α + β en quatre catégories (Combres, 1997) :

- les alliages quasi-α, contenant moins de 5 % en volume de phase β ;
- les alliages α+β contenant 5 à 20 % en volume de phase β ;
- les alliages β riches contenant 20 à 25 % en volume de phase β à l'équilibre et pouvant retenir une phase métastable à l'ambiante (α' ou βm) susceptible de se transformer par traitement thermique (recuit ou revenu) ;
- les alliages β métastables retenant une phase βm à l'ambiante après refroidissement moyennement rapide qui se transformera en phases stables α et β à raison de 25 à 35 % en volume de β.

Notons que seules les familles d'alliages α et α + β proposent des nuances ELI qui sont prisées pour les applications à températures cryogéniques du fait que phase α ne présente pas de transition ductile-fragile.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Structure	Ductilité	Formabi-lité	Résistance à la corro-sion sous contrainte	Résistance à la traction	Résistance à l'initia-tion de fissures	Résistance à la propaga-tion de fissures	Résistance au fluage	Ténacité	Résistance à la fatigue oligo-cyclique
α équiaxe	+	+		+	+	-		-	+
α aciculaire	-		+	-	-	+	+	+	-
α étiré	-				-	+		+	-
Colonie de α	-			-	-	+		+	-
Joints de grains α	-				-	+		+	-
Ex-grains β grossiers	-			-	-		+	+	-
Ex-grains β fins	+			+	+	-		-	

Tableau II-1 : Avantages et inconvénients des microstructures des alliages quasi-α et α + β (d'après (Lampman, 1990), (Maisonneuve, 2008))

Les **alliages β** sont suffisamment riches en éléments bétagènes pour que l'intégralité de la phase β soit maintenue à l'ambiante si les vitesses de refroidissement sont contrôlées (on parlera de phase β hypertrempée (Combres, et al., 1995)). Il va de soi que les éléments bétagènes sont prépondérants, mais généralement, les alliages β présentent aussi un faible taux d'éléments alphagènes afin de renforcer l'alliage. Ces alliages étant donc métastables, c'est la précipitation de la phase α stable au sein de la phase β métastable qui permet leur renforcement. Tout comme les alliages quasi-β, les alliages β affichent une meilleure ténacité que leurs cousins α + β. Ils nécessitent cependant un bon contrôle de la fabrication et de la mise en forme afin d'obtenir des propriétés optimales (bien que ce ne soit pas systématiquement nécessaire). Cette gamme d'alliages était autrefois utilisée principalement pour les applications à fortes sollicitations mécaniques telles que les ressorts et les fixations. Leur bonne ténacité implique une bonne résistance aux dommages, ce qui est une des propriétés recherchée pour les pièces de structure aéronautiques. Cette famille d'alliages expose également une meilleure formabilité à température ambiante que les alliages α + β. D'autre part, certains alliages β contenant du molybdène affichent de bonnes propriétés en corrosion. Il est possible de définir les alliages β de différentes manières. Combres considère qu'ils contiennent 100 % de phase β à température ambiante (Combres, 1997) ; Duerig et Williams donnent la définition suivante ((Duerig, et al., 1984) d'après (Lampman, 1990)) :

> « Un alliage β est un alliage de titane dont la composition nominale permet la trempe d'un très petit volume de matériau dans de l'eau glacée depuis une température supérieure au transus β sans décomposer la phase β en martensite. »

Il est également possible de sous-diviser les alliages β en deux catégories : les alliages β pauvres et les alliages β riches en éléments solutés, ou bétagènes. La première catégorie décompose plus facilement sa phase β durant la maturation de l'alliage (en phase ω fragile par exemple) que la seconde qui est plus stable (et ne permet pas la transformation isotherme en mélange α + β + ω). Il existe également d'autres manières de catégoriser les alliages β suivant s'il est possible de les traiter thermomécaniquement dans le domaine α + β ou non, ou s'ils se déforment par cisaillement martensitique lors de la trempe (Lampman, 1990).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

On peut aussi catégoriser les alliages de titane en fonction de leurs proportions respectives d'éléments alphagènes et bétagènes. Ces dernières s'expriment en fonction des éléments d'alliages principaux du titane, à savoir l'aluminium pour les alphagènes et le molybdène pour les bétagènes. On parlera donc d'équivalent aluminium Al_{eq} (cf. Eq II-3) et d'équivalent molybdène Mo_{eq} (cf. Eq II-4). Les équations ci-dessous définissent ces équivalents en fonction de la composition de l'alliage (O représentant la fraction massique d'oxygène dans l'alliage, et respectivement pour les autres éléments). On peut noter qu'il manque des éléments d'alliage par rapport à ceux présentés en section II.1.1.1.a, notamment en Figure II-3, mais ces éléments sont généralement utilisés en très petites quantités dans les alliages de titane. L'Eq II-3 prend en compte le taux d'étain et de zirconium pour définir l'équivalent aluminium de l'alliage. En effet, l'étain peut réagir de la même manière que l'aluminium en précipitant un intermétallique $Ti_3(Al,Sn)$ qui améliore la résistance de l'alliage. Toutefois, le zirconium est généralement considéré comme un élément d'addition neutre.

$$[Al]_{eq} = [Al] + \frac{1}{3} \cdot [Sn] + \frac{1}{6} \cdot [Zr] + 10 \cdot ([O] + 2 \cdot [N] + [C]) \qquad \textbf{Eq II-3}$$

$$[Mo]_{eq} = [Mo] + 0,67 \cdot [V] + 0,44 \cdot [W] + 0,28 \cdot [Nb] + 0,22 \cdot [Ta] + 2,9 \cdot [Fe] + 1,6 \cdot [Cr] \qquad (\textbf{Eq II} - \textbf{4 a})$$

$$[Mo]_{eq} = [Mo] + 0,2 \cdot [Ta] + 0,28 \cdot [Nb] + 0,4 \cdot [W] + 0,67 \cdot [V] + 1,25 \cdot [Cr] + 1,25 \cdot [Ni] + 1,7 \cdot [Mn] + 1,7 \cdot [Co] + 2,5 \cdot [Fe] \qquad (\textbf{Eq II} - \textbf{4 b})$$

Eq II-4

Il est alors possible de représenter les alliages sur un graphique $[Al]_{eq}$-$[Mo]_{eq}$ (cf. Figure II-5) où l'on peut définir des domaines correspondant aux différentes classes d'alliages.

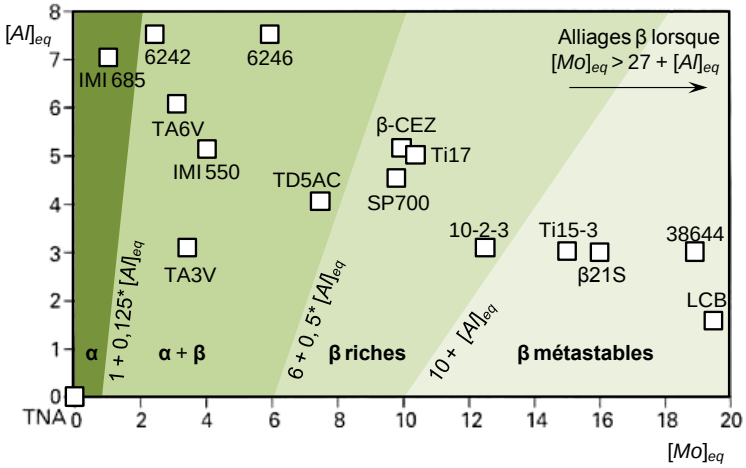


Figure II-5 : Diagramme $[Al]_{eq}$-$[Mo]_{eq}$ et classification des alliages de titane (d'après (Combres, 1997))

On peut aussi représenter visuellement ces différentes familles d'alliages en traçant un diagramme pseudo-binaire indiquant les domaines de phases sur un graphique représentant la température en fonction de la teneur en éléments bétagènes. On constate sur un tel diagramme (présenté en Figure II-6) que les alliages trop riches en éléments bétagènes peuvent ne pas former de martensite lors de la trempe (si $M_s < T_{amb}$). De même, on peut voir que les alliages β sont divisés en 4 catégories suivant leur teneur en éléments bétagènes. Pour les alliages mécaniquement instables, une déformation plastique à température ambiante suffira à déstabiliser la phase β en martensite α". Une

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

teneur plus forte en éléments bétagènes empêche cette transformation. Si la teneur en éléments bétagènes est suffisamment haute, la phase β peut être maintenue à température ambiante, ce qui rend l'alliage insensible aux traitements thermiques autres que le détensionnement des contraintes résiduelles.

Les alliages de titane offrent une propriété intéressante : la superplasticité. En effet, sous certaines conditions, ils peuvent atteindre des élongations à rupture de plusieurs centaines de pourcents. La superplasticité peut être atteinte à condition de remplir certains critères : grains très fins (< 10 µm), essai de traction à température relativement haute (plus de la moitié du point de fusion) et à une vitesse de déplacement très faible, d'une structure biphasée (α + β). Ces conditions peuvent être remplies par une mise en forme conventionnelle des alliages de titane, ce qui les rend superplastiques sans nécessiter de traitement particulier. Ainsi, le TA6V peut présenter de 750 à 1 170 % d'allongement à rupture lors d'essais de traction à 840–870°C à une vitesse de déformation de $1{,}3.10^{-4}$ à 10^{-5} s^{-1} (Lampman, 1990). Cette superplasticité est utilisée notamment pour mettre en forme des pièces fines et/ou complexes en une seule opération, entre autres dans le domaine de l'aéronautique, ce qui permet une diminution des coûts de fabrication (bien qu'il soit nécessaire d'utiliser un outillage plus coûteux).

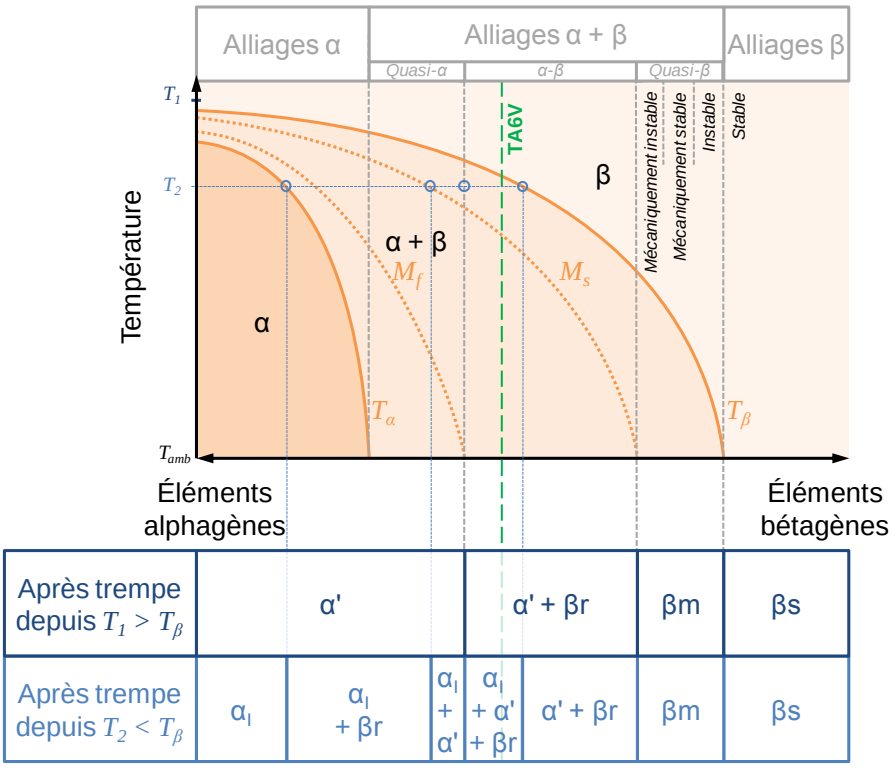


Figure II-6 : Diagramme pseudo-binaire et structures potentielles des familles d'alliages de titane (d'après (Combres, et al., 1995) et (Maisonneuve, 2008)

II.1.2 Alliage TA6V

Apparu en 1954, le Ti-6Al-4V est un des premiers alliages de titane mis en service. Aussi connu sous la dénomination de TA6V ou sous le numéro R56400 selon l'UNS (*Unified Numbering System*, système de dénomination des alliages parfois utilisé en Amérique du nord). C'est un des

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

alliages base titane les plus utilisés (85% des alliages de fonderie (Lampman, 1990) et plus de la moitié de la production de titane (Wood, et al., 1972)). Il fait partie de la famille des alliages α + β et est utilisé dans de nombreux domaines, allant des moteurs aéronautiques aux implants chirurgicaux en passant par l'automobile. On le retrouve notamment pour des applications où le matériau doit présenter de bonnes propriétés mécaniques à des températures allant jusqu'à 315°C.

II.1.2.1 Composition et microstructure

La composition du TA6V est donnée dans le Tableau II-2. Au fil du développement de l'alliage, des variations de l'alliage ont été mises au point, notamment les nuances ELI présentant très peu d'éléments interstitiels qui sont principalement utilisées dans le cadre de réservoirs cryogéniques.

Élément	***Ti***	***Al***	***V***	***Fe***	***O***	***C***	***N***	***H***
% massique – TA6V standard	Bal.	6,0	4,0	0,30 max	0,20 max	0,10 max	0,05 max	0,0125 max
% massique – TA6V ELI	Bal.	6,0	4,0	0,25 max	0,13 max	0,08 max	0,05 max	0,0125 max

Tableau II-2 : Composition de l'alliage TA6V standard et ELI (d'après (Donachie, 1984))

Le TA6V, a comme principaux éléments d'addition un élément alphagène (aluminium) et un élément bétagène (vanadium), ce qui le fait rentrer dans la catégorie des alliages α + β. L'aluminium stabilise la phase alpha et contribue à durcir l'alliage par solution solide en se substituant aux atomes de titane. Le taux de vanadium dans le TA6V est au-delà de la limite de solubilité dans la phase α, ce qui implique la présence de phase β à l'équilibre. Comme il a été dit dans la section II.1.1.1, le fer augmente la résistance de l'alliage tout en diminuant sa ductilité. De ce fait, son taux doit être contrôlé avec précaution ; on le retrouvera en moins grande quantité dans les alliages ELI. Contrairement à d'autres alliages α + β, une variation du taux d'hydrogène, élément bétagène à l'instar du fer, n'a que peu d'influence sur les propriétés de l'alliage tant qu'il reste dans une fourchette définie (à savoir moins de 150 ppm pour les tôles et moins de 125 ppm pour les barreaux (Lampman, 1990)). Au-delà de 200 ppm, l'hydrogène risque d'induire une fragilisation de l'alliage par la précipitation d'hydrures de titane (Wood, et al., 1972). Les éléments interstitiels par contre (oxygène, carbone, azote) sont alphagènes et peuvent influer sur le matériau :

- en augmentant sa température de transus β ;
- en le fragilisant à température cryogénique ;
- en améliorant sa résistance aux températures intermédiaires (jusqu'à 260°C) sans grandement faire évoluer sa ductilité ;
- en accélérant la cinétique de transformation β → α lorsque les éléments interstitiels sont dissous dans la phase β (étant préférentiellement dissous dans la phase α pour les alliages à des taux d'impuretés conventionnels, cet effet n'est pas forcément visible) ;
- en augmentant sa résilience à basse température.

Comme il a été dit dans la section II.1.1.2, les alliages α + β peuvent présenter différentes microstructures, et c'est également le cas du TA6V. Les microstructures dépendent entre autres de l'histoire thermomécanique de la pièce, et notamment des températures à partir desquelles ont eu lieu

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

les trempes. Si la trempe s'effectue depuis le domaine β et qu'elle est sévère, on aura une microstructure majoritairement martensitique α'. Cette microstructure peut être transformée en phases α et β au cours d'un traitement ultérieur (recuit ou revenu). Si la même trempe a lieu dans le domaine α + β, on observera une phase α_I dont la proportion volumique dépend de la température de l'alliage avant trempe (Castro, et al., 1966). La vitesse de trempe est importante car elle va influer sur la transformation de la phase β (cf. Figure II-7) et déterminer la quantité des phases α, βm et βt, ainsi que sur la morphologie de ces phases (cf. Figure II-8). Le diagramme TRC (Transformation en Refroidissement Continu) à partir du domaine β du TA6V est donné en Figure II-7. Castro *et al.* proposent une loi permettant de déterminer la fraction volumique de phase β après trempe en fonction de la température de trempe à l'eau dans le domaine α + β qui est donnée en Eq II-5 (avec T_β = 980°C, le transus β du TA6V et T la température de trempe à l'eau entre T_β et T_{amb}). Ces fractions volumiques de phase sont représentées en Figure II-9. Un panel de microstructures atteignables est présenté en Figure II-10.

$$\boldsymbol{V_\alpha^{TA6V} = \%\alpha_{volume} = 92,5 \times \left[1 - e^{-0,0085(T_\beta - T)}\right]} \quad \textbf{(Eq II-5 a)}$$
$$\boldsymbol{V_\beta^{TA6V} = \%\beta_{volume} = 92,5 \times e^{-0,0085(T_\beta - T)} + 7,5} \quad \textbf{(Eq II-5 b)}$$

Eq II-5

La fabrication additive permet, suivant le type de procédé utilisé, de pouvoir maîtriser la microstructure du TA6V. En effet, dans le cadre de ses travaux sur le procédé DMD, Maisonneuve a montré que la modification des paramètres opératoires permettait d'aboutir à un alliage monophasé α' équiaxe ou colonnaire, ou encore à une microstructure α + β colonnaire ou équiaxe, voire à des gradients de microstructure (Maisonneuve, 2008). Maisonneuve a aussi montré que l'EBM (pour *Electron Beam Melting* : fusion par faisceau d'électrons) pouvait mener à un gradient de microstructure dans les pièces allant de la phase α' à un mélange α + β du fait d'une vitesse de refroidissement plus faible sous vide que sous atmosphère inerte. Dans le cas du procédé SLM par contre, les dimensions des bains de fusion sont très faibles et le déplacement du spot laser est très rapide, ce qui implique des temps d'interaction très courts. De ce fait, les vitesses de refroidissement sont suffisamment importantes en SLM pour ne générer qu'une microstructure α' dans le cas du TA6V (Maisonneuve, 2008), (Vilaro, et al., 2011). En effet, ces vitesses de refroidissement sont de l'ordre de 10^4–10^5°C/s alors que Ahmed et Rack observent une structure intégralement martensitique à partir d'une vitesse de trempe de plus de 410°C/s, la taille des aiguilles de α' étant fonction de la vitesse de refroidissement (Ahmed, et al., 1998). Ces microstructures très fines font que les pièces brutes de fabrication SLM présentent des allongements à rupture plus faibles que celles produites par d'autres moyens de fabrication additive ou traitées thermiquement (Yan, et al., 2014). L'énergie apportée au regard de la taille du bain de fusion est nettement inférieure pour le procédé SLM que DMD. De ce fait, les bains de fusion refroidissent rapidement en SLM et il ne semble pas qu'un recuit se produise dans la pièce à mesure que les couches sont fondues, y compris dans le cas de pièces massives. Toutefois, de très récents travaux menés par Xu *et al.* montrent qu'il semble possible de contrôler la microstructure du TA6V brut de fabrication SLM (Xu, et al., 2015). En ajustant les paramètres opératoires et en jouant sur la défocalisation du faisceau laser, Xu *et al.* modifient la thermique du procédé et ont réussi à obtenir des pièces à gradient de microstructure (la structure lamellaire α + β présente en bas des pièces s'affine jusqu'à obtenir une structure martensitique α' sur les dernières couches).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

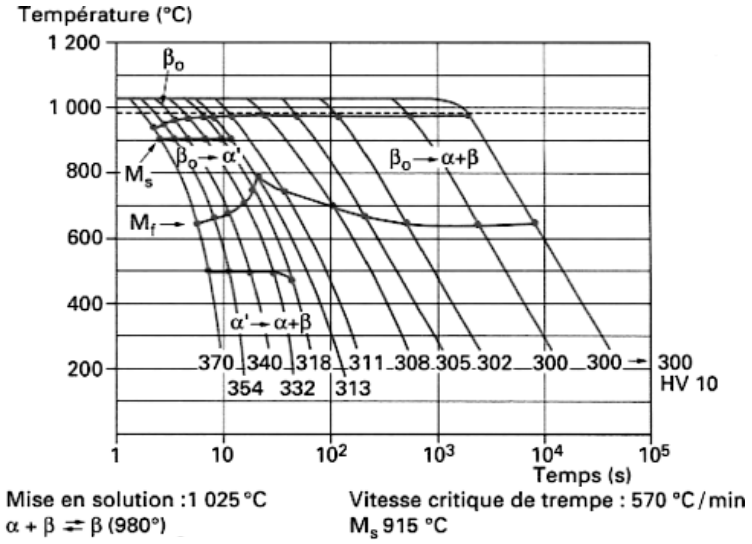


Figure II-7 : Diagramme TRC du TA6V à partir du domaine β obtenu après une mise en solution à 1025°C (Combres, et al., 1995)

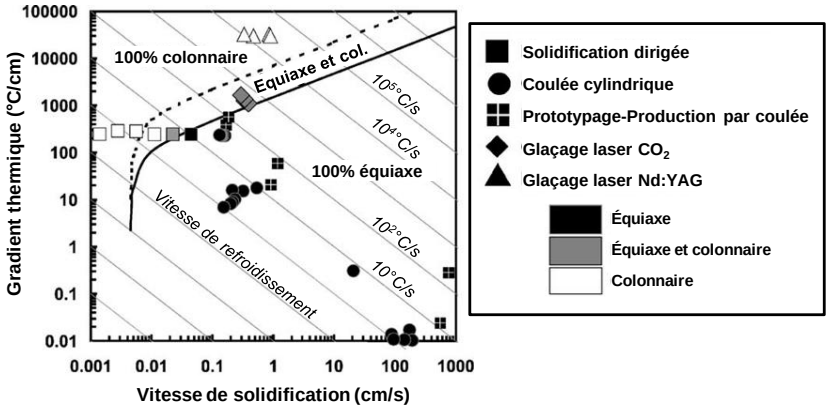


Figure II-8 : Cartographie de solidification du TA6V en fonction de différents procédés d'élaboration (d'après (Kobryn, et al., 2003))

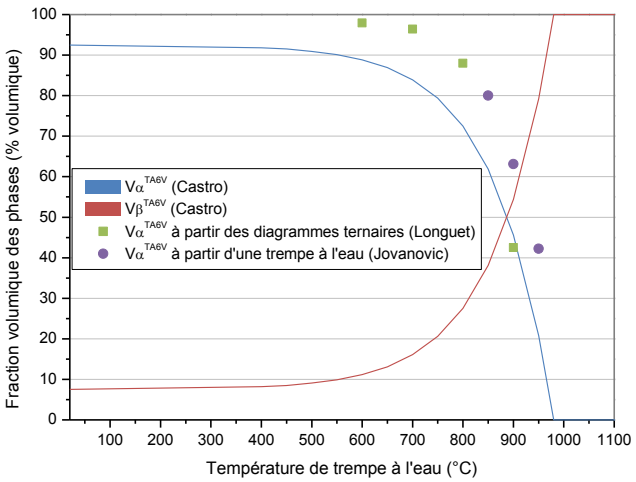
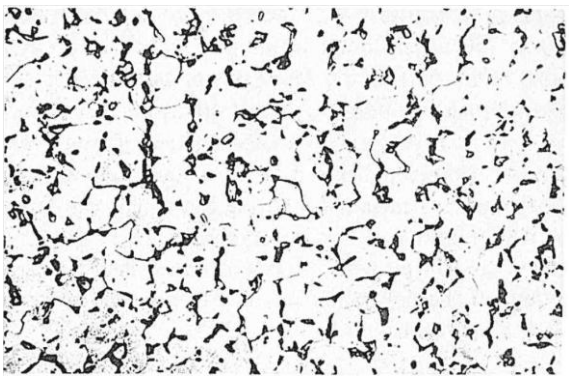
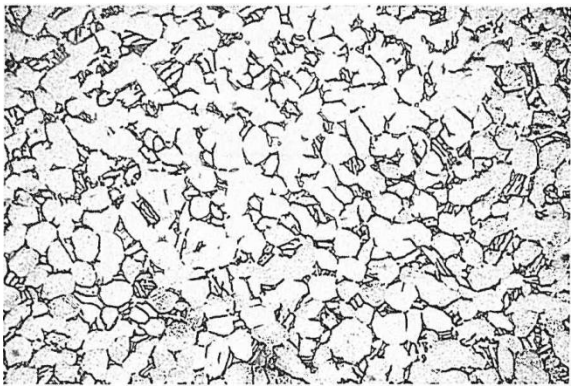


Figure II-9 : Fractions volumiques de phase α et β après trempe en fonction de la température de trempe à l'eau dans le domaine α + β (d'après (Castro, et al., 1966), (Longuet, 2010) et (Jovanović, et al., 2006))

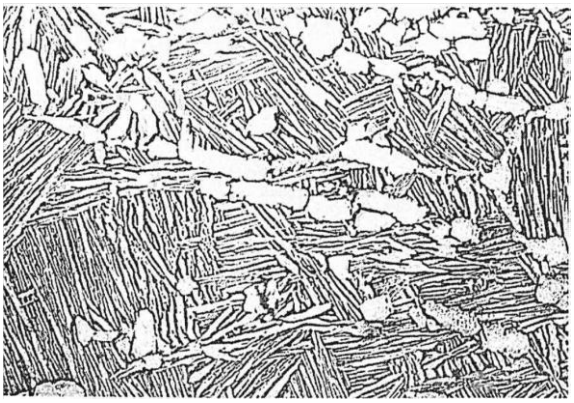
CONFIDENTIEL INDUSTRIE



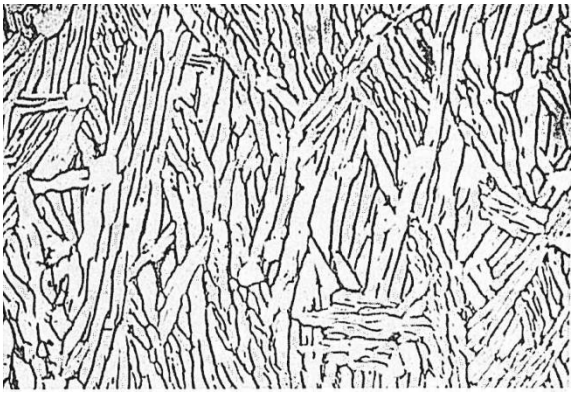
α équiaxe et β intergranulaire



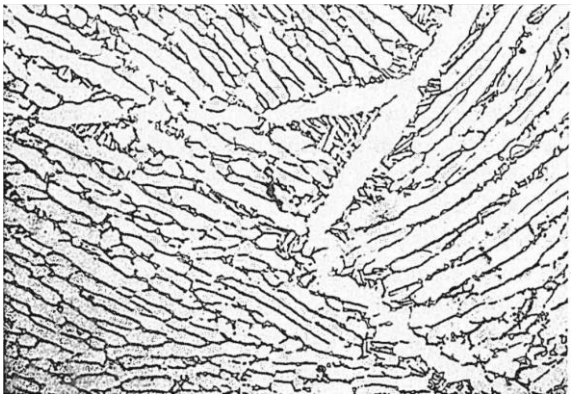
α équiaxe et aciculaire et β intergranulaire



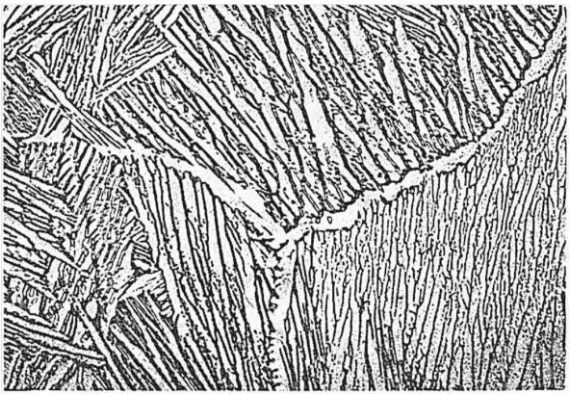
α équiaxe dans une matrice α aciculaire (βt)



Rares α équiaxes dans une matrice α aciculaire (βt)



α lamellaire (βt) et α aux anciens joints de grain β



α lamellaire (βt) et α aux anciens joints de grain β

Figure II-10 : Microstructures observables dans le TA6V avec un grandissement x250 d'après (Wood, et al., 1972)

II.1.2.2 Propriétés physiques et mécaniques

Les propriétés physiques et mécaniques du titane et du TA6V sont présentées dans le Tableau II-4 et le Tableau II-5 en fin de cette section. On note que la littérature propose différentes valeurs de température de transus β, allant de 980°C (Castro, et al., 1966) à 1 000°C (Gilbert, et al., 1991). Toutefois, on notera que les nuances ELI, qui présentent une concentration plus faible en oxygène, affichent une température T_β de 975°C, ce qui est plus faible que les nuances standard (Lampman, 1990). Cela s'explique simplement par le fait que l'oxygène est un élément alphagène dont la présence tend à augmenter le transus ; sa diminution implique donc une baisse de la température de transformation allotropique par rapport à la nuance standard.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Du fait qu'il soit un alliage α + β, le TA6V peut voir ses propriétés mécaniques varier suivant son histoire thermomécanique (cf. Tableau II-3). De ce fait, on peut envisager différents traitements thermiques suivant les applications visées : traitement de durcissement (amélioration de la résistance à la rupture et de la tenue au fluage), traitement d'adoucissement (diminution/suppression des contraintes résiduelles, facilitation de la mise en forme et de la stabilité dimensionnelle), ou encore des traitements plus spécifiques (amélioration de la ténacité, de la tenue en fatigue, etc.). La température de remise en solution (RMS), qui peut être sub- ou super-transus, et la vitesse de refroidissement qui s'en suit vont permettre ou non le maintien de phases hors équilibre (α' ou βm) qui peuvent fortement modifier les propriétés en traction du TA6V, comme cela est présenté en Figure II-11. Il existe deux types de traitement conventionnellement utilisés pour le TA6V dans l'industrie : un traitement basse température (BT) destiné à diminuer les contraintes résiduelles, et un traitement haute température (HT) qui consiste en une remise en solution suivie d'un revenu (ces traitements ont généralement lieu sous vide mais peuvent être pratiqués sous une atmosphère d'argon de haute qualité).

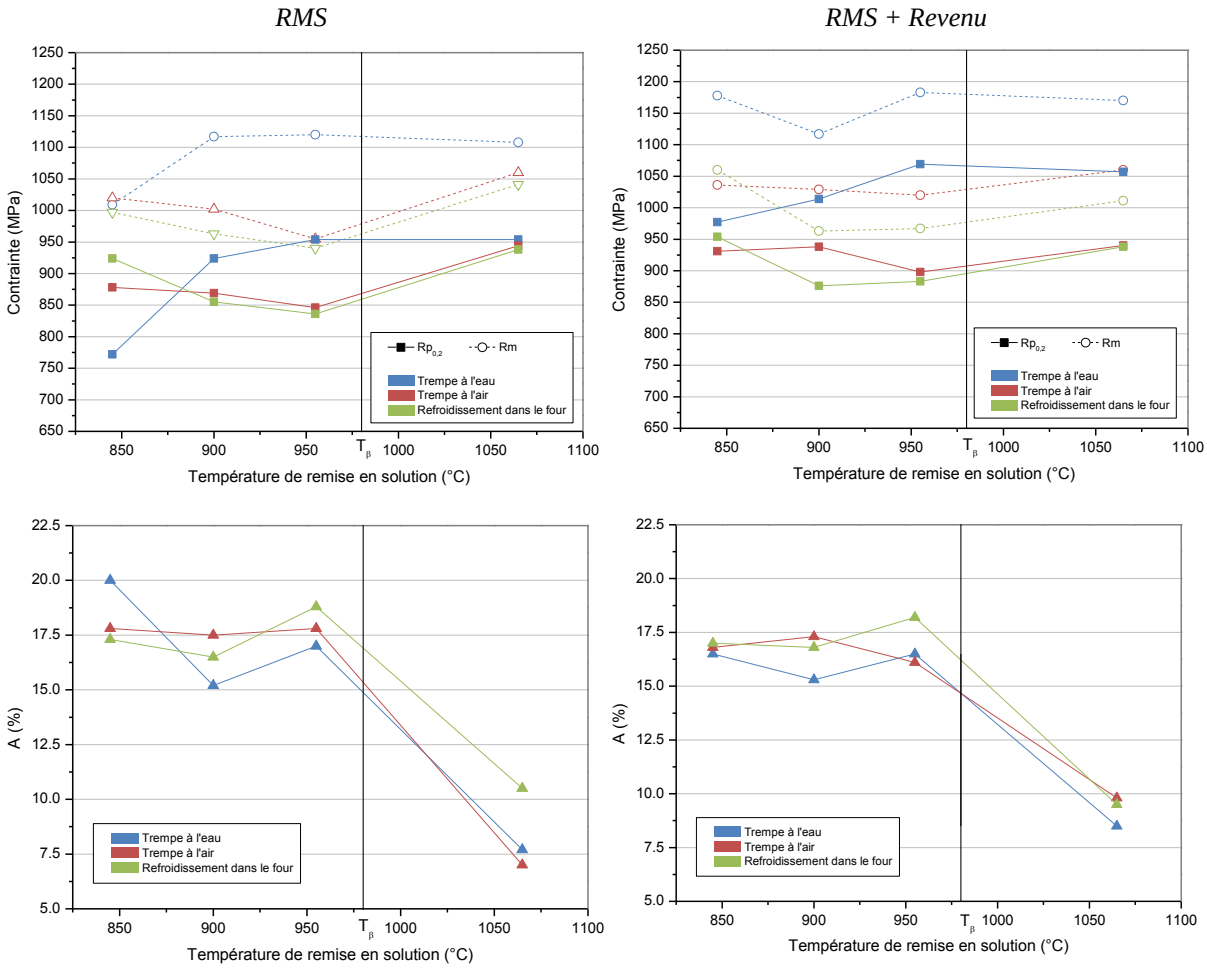


Figure II-11 : Évolution des propriétés en traction du TA6V en fonction de la température de remise en solution suivie d'un revenu à 540°C / 4h, trempe à l'air ou non (d'après (Lampman, 1990))

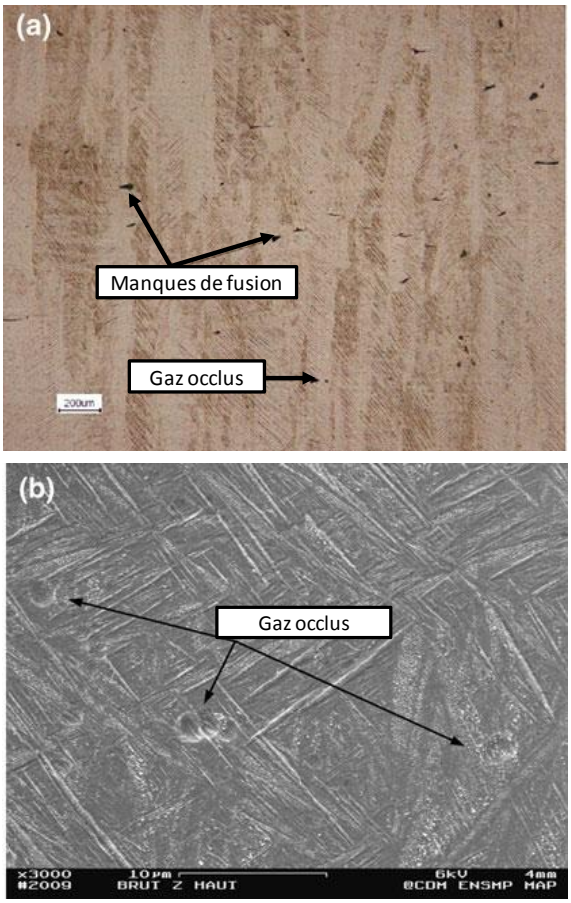
Le traitement de détensionnement peut se faire selon différents couples temps/température. Il est ainsi possible de suffisamment diminuer les contraintes résiduelles dans les pièces symétriques en TA6V en effectuant un recuit de détensionnement dans la gamme 480–650°C pendant une à quatre heures afin de permettre leur usinage aux cotes (Gilbert, et al., 1991). Toutefois, le traitement BT

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

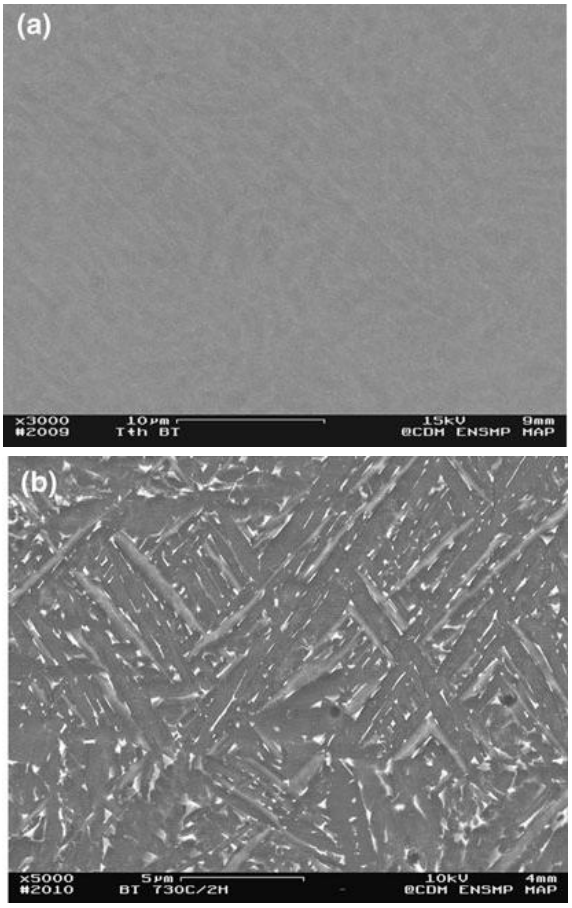
conventionnellement utilisé dans l'industrie aéronautique consiste en un recuit à 730°C pendant 2 heures, ce qui permet de totalement relaxer les contraintes dans le matériau tout en restant dans un domaine de température où la microstructure évolue peu (Combres, et al., 1995). Peu importe leur durée ou leur température, tous les traitements d'adoucissement sont suivis d'une trempe peu sévère, à l'air ou par refroidissement lent dans le four.

Le traitement HT standard est quant à lui constitué d'une remise en solution sub-transus à 955–970°C pendant une heure suivie d'une trempe énergique à l'eau et d'un revenu à 705–760°C pendant 2 heures suivi d'une trempe à l'air (Gilbert, et al., 1991). Dans le cadre de ses travaux sur la fabrication additive, et plus particulièrement pour du TA6V (α + β) équiaxe réalisé en DMD, Maisonneuve obtient de meilleures propriétés mécaniques pour un traitement d'homogénéisation à 1050°C (super-transus) pendant une heure suivi d'une trempe à l'eau puis d'un revenu à 700°C pendant 2 heures en terminant par une trempe à l'air (Maisonneuve, 2008). À l'inverse du DMD où une modification de la paramétrie peut amener à plusieurs microstructures différentes (Maisonneuve, 2008), le TA6V réalisé par SLM exhibe une microstructure α' colonnaire. Vilaro *et al.* proposent deux traitements thermiques HT adaptés aux pièces SLM, à savoir un traitement sub-transus (950°C / 1h, trempe à l'eau + 700°C / 2h, trempe à l'air) ou un traitement super-transus (1 050°C / 1h, trempe à l'eau + 820°C / 2h, trempe à l'air) (Vilaro, et al., 2011). Le traitement sub-transus, ayant lieu dans le haut du domaine (α + β) de l'alliage TA6V, permet de conserver l'orientation colonnaire des grains et résulte, après RMS et trempe à l'eau, en une microstructure constituée d'un mélange de α, α' et β. En revanche, après un traitement super-transus, le TA6V exhibe des grains équiaxes composés de martensite α' dont les aiguilles sont plus larges que celles du matériau brut de fabrication SLM du fait de la moins grande sévérité de la trempe (cf. Figure II-12 et Figure II-13). Notons que les auteurs observent une meilleure ductilité pour le traitement super-transus que pour le traitement sub-transus alors que l'on constate généralement l'inverse pour les alliages α + β, comme cela est montré en Figure II-11. Cette perte de ductilité ne peut pas être totalement récupérée, malgré l'utilisation de nouveaux traitements thermiques (Gilbert, et al., 1991). Précisons toutefois que la différence de ductilité observée par Vilaro *et al.* est assez limitée : 8,9 % d'allongement à rupture pour le traitement super-transus contre 8,5 % pour le traitement sub-transus. Le traitement de revenu avec trempe à l'air après la RMS permet la décomposition de la phase α' en un mélange de phase α lamellaire et de β lamellaire (la largeur des lamelles de α augmentant avec la température du revenu). Il est toutefois possible que, malgré le refroidissement à l'air, de fines aiguilles de phase α' puissent se former de par la décomposition de la phase β appauvrie en vanadium (Vilaro, et al., 2011).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE



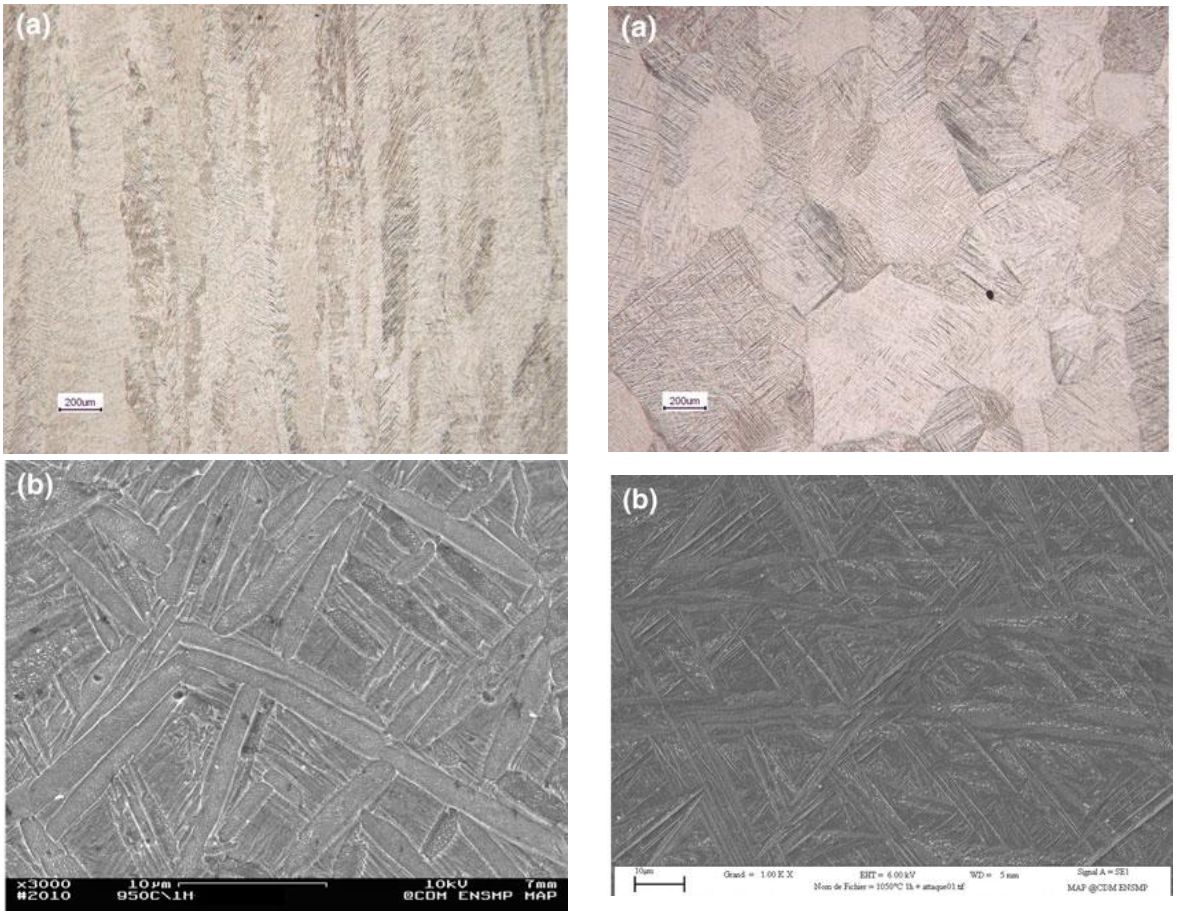
Brut de SLM exhibant des défauts de fabrication (gaz occlus et manques de fusion) MO (a) et MEB en électrons secondaires (b)



Traitement BT : 730°C / 2h + trempe à l'air MEB en électrons rétrodiffusés (a) et en électrons secondaires après attaque chimique (b)

Figure II-12 : Microstructure du TA6V brut de SLM et après traitement BT, observée par microscopie optique (MO) et microscopie électronique à balayage (MEB) (d'après (Vilaro, et al., 2011))

CONFIDENTIEL INDUSTRIE



Traitement HT sub-transus :
950°C / 1h + trempe à l'eau
MO (a) et MEB en électrons secondaires (b)

Traitement HT super-transus :
1050°C / 1h + trempe à l'eau
MO (a) et MEB en électrons secondaires (b)

Figure II-13 : Microstructure du TA6V après traitement HT sub- et super-transus, observée par microscopie optique (MO) et microscopie électronique à balayage (MEB) (d'après (Vilaro, et al., 2011))

Le Tableau II-3 ci-dessous présente les propriétés du TA6V en fonction de sa voie d'élaboration et des post-traitements thermiques. On peut constater que le TA6V brut de fabrication additive affiche de meilleures résistances mécaniques que lorsqu'il est mis en forme par les voies conventionnelles. On notera néanmoins que les procédés DMD et SLM impliquent de fortes contraintes résiduelles dans les pièces qu'il convient généralement de faire disparaître par un traitement d'adoucissement. Il peut être également préférable d'effectuer une CIC (Compression Isostatique à Chaud, encore appelée HIP en anglais pour *High Isostatic Pressing*) afin de limiter les porosités dans le matériau qui peuvent être éventuellement générées, par exemple lors d'une mauvaise maîtrise des paramètres opératoires. Les caractéristiques mécaniques du TA6V réalisé par SLM remplissent les conditions nécessaires à son utilisation pour des applications médicales telles que les implants dentaires (Vandenbroucke, et al., 2007), mais les applications aéronautiques demandent à apporter un soin tout particulier quant à la contamination en oxygène qui doit rester sous la limite avionable des 2 000 ppm, soit 0,2 % en masse.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Voies d'élaboration et post-traitements thermiques	*$Rp_{0,2}$* *MPa*	*Rm* MPa	*A* %	*Source*
Brut de coulée	880	1025	12	**(Donachie, 1984)**
Corroyé	925	1000	16	**(Froes, et al., 2014)**
Brut de SLM (ST–SL)	962–1137	1166–1206	1,7–7,6	**(Vilaro, et al., 2011)**
Brut de DMD (ST)	865–1094	980–1125	1,3–22	**(Maisonneuve, 2008)**
Brut d'EBM	940	1040	10,8	**(Froes, et al., 2014)**
Coulée, recuit	890	1015	10	**(Donachie, 1984)**
Coulée, RMS + revenu	1085	1180	6	**(Donachie, 1984)**
Métallurgie des poudres, recuit	740–785	825–855	5–8	**(Donachie, 1984)**

Tableau II-3 : Propriétés du TA6V en fonction de son état

La trempe des alliages α + β après un traitement de remise en solution (RMS) doit être rapide afin d'éviter la diffusion et la décomposition de la phase β en une phase majoritairement α, ce qui permet au matériau d'offrir une meilleure réponse au revenu. De ce fait, le milieu de trempe le plus utilisé après remise en solution reste l'eau, éventuellement adjointe de sel ou de soude pour accroître sa capacité de trempe (Gilbert, et al., 1991). Le TA6V présente un délai pour la trempe d'environ 7 secondes avant de commencer à voir ses propriétés mécaniques diminuer. La profondeur de trempe pour le TA6V se situe aux alentours des 20 mm (Combres, et al., 1995). Dans le cas de pièces massives (d'épaisseur supérieure à 2 * 20 = 40 mm), le refroidissement à cœur peut ne pas être suffisamment rapide pour former de la martensite, ce qui amène à la décomposition de la phase β à cœur et engendre des propriétés après revenu proches de celles obtenues après un recuit.

La présence d'oxygène au sein du TA6V va modifier ses propriétés mécaniques. Un taux massique d'oxygène compris entre 2 000 et 2 500 ppm amène à des propriétés en traction (limite d'élasticité à 0,2 % de déformation plastique et résistance maximale à la traction) de près de 85 MPa de plus que dans le cas d'un taux massique compris entre 0,16 et 0,20 %. Toutefois, cette hausse de la résistance s'accompagne d'une baisse de la ductilité avec une valeur minimale d'allongement à la rupture passant à 6 % au lieu de 12 % (Eylon, et al., 1990). L'effet de l'oxygène sur la dureté sera abordé dans le Chapitre IV. La résilience de l'alliage (définie par la grandeur *KCU* ou *KCV*, exprimée en J/cm^2) diminue grandement avec le taux massique d'oxygène car ce dernier durcit la phase α qui, devenant plus fragile, ne parvient plus à freiner la propagation des fissures (Gerberich, et al., 1968). C'est cette caractéristique qui est recherchée dans les nuances ELI, moins chargées en oxygène que les nuances de titane standard. Précisons qu'au contact de l'air ou de l'eau, le TA6V, comme tous les alliages de titane, va s'oxyder sur une profondeur de quelques fractions de micromètres. La couche d'oxyde (majoritairement TiO_2) contribue fortement à la résistance à la corrosion de l'alliage (ainsi qu'à la pénétration de l'hydrogène dans le métal). Elle est très adhérente et se reformera spontanément après rayage. Elle est également très stable, que ce soit vis-à-vis du pH, du potentiel ou de la température. La couche d'oxyde, couplée à la faible conductivité thermique du matériau fait qu'il présente une très

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

bonne résistance au feu (Combres, 1999). Kahveci et Welsch définissent cette augmentation par la loi suivante (où $[O]$ est la concentration en oxygène exprimée en % massique) (Kahveci, et al., 1986) :

$$\boldsymbol{T_\beta = 937 + 243 \times [O]} \qquad \textbf{Eq II-6}$$

Toutefois, bien que le titane soit très réactif avec l'oxygène à haute température et puisse s'oxyder à l'air ambiant, l'oxydation n'est pas un problème de tout premier plan pour les traitements thermiques (même si elle peut être gênante pour la formation de semi-produits ou de produits peu épais). La contamination en oxygène lors des traitements thermiques résulte principalement en une structure majoritairement α en surface du matériau (aussi appelée "Alpha Case" dans le domaine de l'usinage) avec la formation de calamine. Elle entraîne cependant une diminution des propriétés mécaniques en surface du fait de sa nature fragile. Le TA6V, chauffé sous air à 760°C pendant 48 h peut absorber l'oxygène jusqu'à 8 mg/cm^2, ce qui est supérieur au cas du titane pur. Toutefois, cette tendance s'inverse à plus haute température (870°C) où le TA6V s'oxyde nettement moins que d'autres nuances d'alliages base titane. La couche oxydée de structure α peut alors atteindre une profondeur de 300 µm, ce qui implique de passer par un usinage pour s'en affranchir (Gilbert, et al., 1991). La contamination par hydrogène est cependant plus critique car elle entraîne une réduction de sa résistance à l'impact et donc de sa résilience ainsi qu'une fragilisation de l'alliage et une diminution de sa ductilité (Singh, et al., 2013).

Symbole	Propriété	Valeurs
$T_{éb}$	Température d'ébullition	3 535°C
G	Module de torsion	40 GPa à 20°C
ΔH_v	Chaleur latente de vaporisation (L → V)	8890 J.g^{-1}
ΔH_f	Chaleur latente de fusion (S → L)	365 J.g^{-1}
ΔH_{tr}	Chaleur latente de transition (α → β)	70–89 J.g^{-1}
η	Viscosité dynamique du liquide (à T_l)	5,2.10^{-3} Pa.s
ρ_e	Résistivité électrique	47,8–54 µΩ.cm à 20°C 172,0 µΩ.cm à T_l

Tableau II-4 : Propriétés physiques et mécaniques du titane pur d'après (Lampman, 1990), (Combres, et al., 1995), (Gerberich, et al., 1968), (Maisonneuve, 2008), (Vilaro, et al., 2011), (Donachie, 1984)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Symbole	Propriété	Valeurs
E	Module d'élasticité	95–125 GPa à 20°C 62 GPa à 600°C
$Rp_{0,2}$	Limite d'élasticité à 0,2 % de déformation plastique	830–1 103 MPa
Rm	Résistance maximale à la traction	900–1 282 MPa
A	Déformation à la rupture	6–16 % à 20°C
v	Coefficient de Poisson	0,342
HRC	Dureté	36 HRC (recuit) 41 HRC (RMS + Revenu)
ρ	Masse volumique	4,430 g/cm^3 à 20°C 4,200 g/cm^3 à T_l
T_β	Température de transus β	980–1 000°C
M_f	Température de fin transformation martensitique	650–800°C
M_s	Température d'apparition de la phase α'	915°C
T_s	Température de solidus	1 640°C
T_l	Température de liquidus	1 660°C
$T_{éb}$	Température d'ébullition	3 285°C
Cp_s	Capacité calorifique massique du solide	526,3 J.kg^{-1}.K^{-1} à 20°C 645 J.kg^{-1}.K^{-1} à 800°C
Cp_l	Capacité calorifique massique du liquide	986 J.kg^{-1}.K^{-1} à T_l
α	Coefficient de dilatation thermique	8,6.10^{-6} K^{-1} de 20 à 100°C 9,7.10^{-6} K^{-1} de 20 à 650°C 11,0.10^{-6} K-1 de 20 à 800°C
λ	Conductivité thermique	6,6–6,8 W.m^{-1}.K^{-1} à 20°C 16 W.m^{-1}.K^{-1} à 800°C 25 W.m^{-1}.K^{-1} à T_l 37 W.m^{-1}.K^{-1} à $T_{éb}$
$\Delta V_\alpha / V_\beta$	Variation du volume lors du passage du transus β → α	-1,4 %
M	Masse molaire	46,76 g/mol
γ_{lv}	Tension de surface du liquide (à T_l)	1,38 N.m^{-1}
ε	Émissivité à une longueur d'onde de 1,4 µm	0,40 pour le TA6V non oxydé à moins de 600°C
ρ_e	Résistivité électrique	168–171 µΩ.cm à 20°C 190 µΩ.cm à T_l
K_s	Diffusivité thermique du solide	2,87.10^{-6} m^2.s^{-1} à 20°C
K_l	Diffusivité thermique du liquide	6,04.10^{-6} m^2.s^{-1} à T_l
Abs^{massif}	Absorptivité du TA6V dense à l'état solide pour une longueur d'onde de 1,04 µm	0,36
Abs^{poudre}	Absorptivité d'une poudre de TA6V avec un diamètre moyen de 20 µm et pour une longueur d'onde de 1,04 µm	0,77

Tableau II-5 : Propriétés physiques et mécaniques du TA6V d'après (Lampman, 1990), (Combres, et al., 1995), (Gerberich, et al., 1968), (Maisonneuve, 2008), (Vilaro, et al., 2011), (Donachie, 1984)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

II.2 Alliages de nickel

Les superalliages sont une famille de matériaux développés dans les années 1930 pour les besoins de l'aéronautique. Leur nom vient du fait qu'ils sont plus résistants, notamment pour un travail à haute température, que les matériaux conventionnellement utilisés jusqu'alors (cf. Figure II-14). En effet, les superalliages sont stables mécaniquement, physico-chimiquement et métallurgiquement à des températures dépassant 80 % de leur point de fusion (Lours, 2009). Utilisés initialement dans le développement des turbines à gaz, leur domaine d'application s'est largement étendu au-delà du monde de l'aéronautique ou de l'aérospatiale. Du fait de leur bonne résistance à la corrosion et à l'oxydation, on les retrouve dans les industries maritimes. On peut également trouver des pièces en superalliage dans les centrales nucléaires (conduites, valves, ressorts, etc.), dans l'industrie (échangeurs de chaleur, outillage, aubes de turbines, convoyeurs, etc.), voire même dans des applications médicales (prothèses, etc.) (Stoloff, 1990).

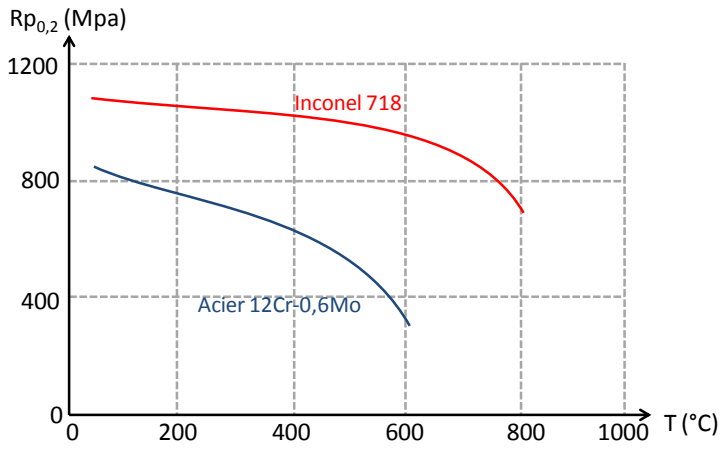


Figure II-14 : Évolution de la limite élastique à 0,2 % de déformation du superalliage Inconel 718 comparé à l'acier 12Cr-0,6Mo en fonction de la température (d'après (Stoloff, 1990))

On distingue 3 familles de superalliages suivant qu'ils soient à base de fer, à base de cobalt ou, dans le cas qui nous intéresse, à base de nickel. Ils présentent une matrice austénitique γ de type cubique à faces centrées (CFC) dans laquelle une partie des éléments d'addition sont dissous, ce qui permet de contrôler la précipitation d'intermétalliques permettant de renforcer l'alliage (comme γ'-Ni_3(Al,Ti)). À haute température (au-delà du solvus de γ'), les superalliages présentent généralement un durcissement par solution solide et/ou par précipitation de carbures. Ils affichent une bonne ductilité, une bonne résistance à l'impact et de bons résultats en fatigue, tant mécanique que thermique. Il est possible de contrôler leur microstructure, ce qui permet d'obtenir des pièces monocristallines, avec des grains colonnaires ou non, voire avec des gradients de microstructure. Précisons enfin que la métallurgie des poudres se prête bien à la mise en forme des superalliages, car les techniques de fusion ou de coulée ne sont pas forcément adaptées à de tels matériaux fortement chargés en éléments de renfort (Sims, et al., 1972). Un diagramme des procédés d'élaboration des superalliages est présenté en Figure II-15.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

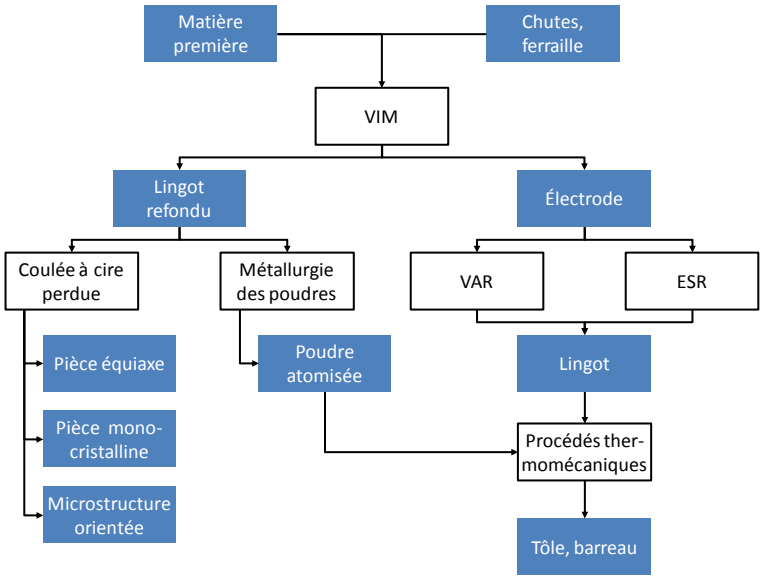


Figure II-15 : Procédés d'élaboration des semi-produits en superalliages (d'après (Lours, 2009))

II.2.1 Superalliages base nickel

Plus anciens que les bases cobalt (qui datent de 1942) et que les base fer (qui datent du début des années 1940), les superalliages à base de nickel voient le jour à la fin des années 1930 en Europe (France, Allemagne et Angleterre) ainsi qu'aux États-Unis. C'est cette famille qui est encore aujourd'hui la plus répandue pour les utilisations à haute température. Bien qu'il existe une nomenclature des superalliages bases nickel, ils sont la plupart du temps désignés sous leur appellation commerciale (Barralis, et al., 2002).

II.2.1.1 Éléments d'addition et microstructure

Les superalliages présentent généralement beaucoup d'éléments d'addition, de ce fait, la teneur en nickel est relativement basse comparée aux alliages classiques. Si sa teneur massique peut atteindre 76 % pour l'Inconel 600 ou le Nimonic 75, le taux de nickel peut descendre à 41,5 % en masse pour l'Inconel 706. Dérivés de l'alliage 80 % Ni–20 % Cr, les superalliages à base de nickel contiennent généralement 10 à 30 % en masse de chrome, bien que la plupart se cantonnent entre 15 et 20 % en masse de chrome. Sims et Hagel différencient trois types d'éléments d'addition suivant leurs effets sur la microstructure des superalliages qui sont représentés dans la Figure II-16 (Sims, et al., 1972) :

- les éléments des groupes V, VI, VII et VIII de la classification périodique qui vont favoriser la stabilité de la matrice austénitique γ de structure CFC, tels que le nickel, bien sûr, mais aussi le cobalt, le fer, le molybdène, le chrome, le tungstène, le vanadium ;
- les éléments favorisant la précipitation de la phase intermétallique γ'-Ni_3(Al,Ti) qui renforce la matrice, parmi lesquels l'aluminium et le titane, mais aussi d'autres éléments des groupes III, IV et V comme le niobium, l'hafnium et le tantale qui peuvent se substituer à l'aluminium dans Ni_3Al ;
- des éléments des groupes II, III et IV tels que le magnésium, le bore, le carbone et le zirconium, présentant des diamètres atomiques assez éloignés de celui du nickel, et qui peuvent ségréger aux joints de grains sous forme de carbures ou de borures et ainsi limiter le mouvement des dislocations.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

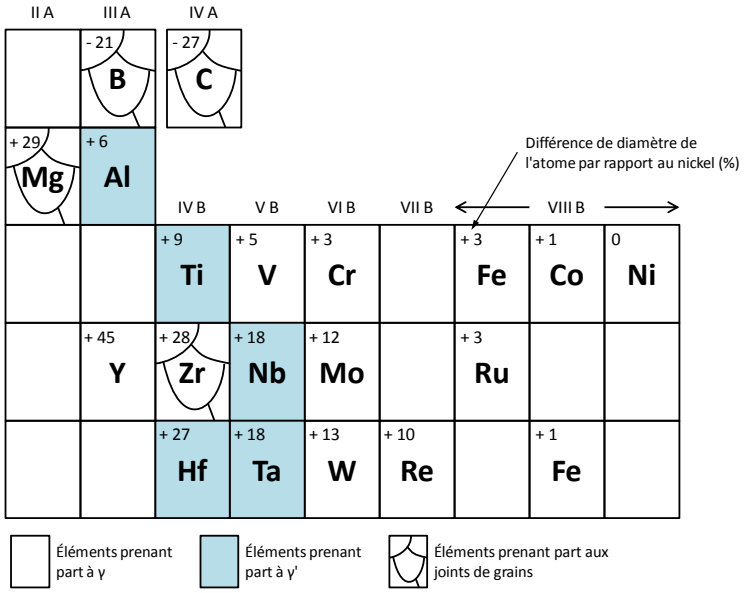


Figure II-16 : Éléments importants dans la composition des alliages base nickel (d'après (Sims, et al., 1972), (Sims, et al., 1987) et (Reed, 2006))

Effet sur l'alliage	Éléments
Durcissement par solution solide	Co, Cr, Fe, Mo, W, Ta
Formation de carbures de type :	
MC	W, Ta, Ti, Mo, Nb
M_7C_3	Cr
$M_{23}C_6$	Cr, Mo, W
M_6C	Mo, W
Formation de carbonitrures de type M(CN)	C, N
Formation de γ'-Ni_3(Al,Ti)	Al, Ti
Augmentation de la température de solvus de γ'	Co
Durcissement par la formation de précipités et/ou d'intermétalliques	Al, Ti, Nb
Formation de γ'' Ni_3Nb	Nb
Résistance à l'oxydation	Al, Cr
Améliore la tenue à la corrosion à haute température	La, Th
Résistance à la sulfuration	Cr
Amélioration de la ductilité	Zr, B (par l'apparition de borures si la concentration est suffisamment élevée)
Ségrégation favorisée aux joints de grains	B, C, Zr

Tableau II-6 : Effet des éléments d'addition sur la microstructure et les propriétés d'usage des superalliages base nickel (d'après (Stoloff, 1990))

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Une liste plus complète des effets de chacun des éléments est donnée par Stoloff et est récapitulée dans le Tableau II-6 ci-dessus (Stoloff, 1990). Les superalliages font donc partie des alliages les plus complexes du fait de leur fort nombre d'éléments d'addition. On peut généralement y distinguer plusieurs phases.

II.2.1.1.a Matrice austénitique γ

De structure cubique à faces centrées, cette phase, non magnétique, constitue la matrice de l'alliage. Le nickel présente une grande tolérance à l'addition d'éléments en solution solide sans pour autant engendrer de phase instable. Le chrome, le cobalt, le fer, le molybdène, le vanadium et le tungstène vont donc s'intégrer dans la maille de nickel par substitution. De par la déformation (ou distorsion) du réseau cristallin, le molybdène et le niobium assurent le durcissement de l'alliage à haute température. Le fer et le chrome assurent ce durcissement à basse température. La présence de chrome amène généralement à la formation d'une fine couche de Cr_2O_3 qui fait office de barrière limitant la diffusion de l'oxygène, de l'azote, du soufre et d'autres éléments présents dans l'atmosphère (Sims, et al., 1987). De plus, la présence d'aluminium peut mener à la formation d'alumine Al_2O_3 limitant également l'oxydation du matériau. Ces trois facteurs permettent à certains superalliages de pouvoir travailler à des températures avoisinant les 0,85 T_f, ou de tenir à des températures plus faibles pendant plus de 100 000 heures.

II.2.1.1.b Phase γ'-Ni_3(Al,Ti)

Lorsque les concentrations en aluminium et en titane le permettent, on peut observer une précipitation de l'intermétallique Ni_3(Al,Ti). Cette phase durcissante exhibe une structure CFC cohérente avec la matrice γ. Elle bloque le mouvement des dislocations de par la petitesse des précipités, ce qui permet au matériau d'avoir de bonnes propriétés mécaniques aux hautes températures et une bonne résistance au fluage. De plus, comme elle est ductile, la phase γ' n'implique pas de fragilisation du matériau comme le font les carbures (Sims, et al., 1972). La forme des précipités dépend de leur degré de cohérence avec la matrice. Stoloff rend compte de ce degré de cohérence en utilisant le terme de *mismatch* (Stoloff, 1990), mais le terme de *misfit* est aussi utilisé dans la littérature. Les premiers alliages base nickel présentaient des précipités γ' de forme sphérique (*misfit* inférieur à 0,2 %) qui ne constituaient au final qu'une petite fraction volumique du matériau. Par la suite, l'usage de plus forts taux d'aluminium et de titane a amené à l'apparition de précipités cubiques (*misfit* compris entre 0,5 et 1 %), voire lamellaires (*misfit* supérieur à 1,25 %). Cette phase γ' peut aussi apparaitre sous forme de film le long des joints de grains suite à l'exposition à haute température de l'alliage (que ce soit en traitement thermique ou en service). Ce film améliore les propriétés à la rupture du matériau.

II.2.1.1.c Carbures

Lorsqu'il est présent dans l'alliage à hauteur de 0,05 à 0,2 % en masse (voire à partir de 0,02 % d'après Stoloff (Stoloff, 1990)), le carbone se combine avec les éléments réfractaires (titane, tantale, hafnium) pour former des carbures MC lors de la solidification. Ces carbures, dits "primaires", ne présentent pas d'orientation cristallographique particulière avec la matrice γ et sont distribués de manière hétérogène dans le matériau ; ils peuvent aussi bien être intergranulaires que intragranulaires. De structure CFC, ces carbures primaires font partie des composés les plus stables de la nature, ce qui les rend difficiles à dissoudre en solution solide, notamment dans le cas d'alliages contenant du niobium et du tantale. Durant les traitements thermiques de l'alliage ou durant le temps de service des pièces, les carbures primaires, qui sont la principale réserve de carbone de la plupart des alliages base nickel, se décomposent en carbures secondaires ($M_{23}C_6$ et/ou M_6C) qui ont tendance à se former aux joints de grains. Cette transformation se fait selon les mécanismes présentés en Eq II-7. Notons que les

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

carbures ayant précipité à la fin de la solidification peuvent présenter un risque de brûlure lors des traitements thermiques ; c'est-à-dire que la matrice qui les entoure, plus ou moins enrichie en éléments d'alliage, va fondre localement.

$$\mathbf{MC + \gamma \leftrightarrow M_{23}C_6 + \gamma'}$$
$$\mathbf{MC + \gamma \leftrightarrow M_6C + \gamma'} \qquad \textbf{Eq II-7}$$

Le carbone contenu en solution solide dans la matrice γ peut également servir à la formation de carbures secondaires $M_{23}C_6$ suite à une longue exposition aux hautes températures. Ces carbures $M_{23}C_6$ se trouvent sous la forme de blocs (*blocky shaped*), bien qu'il arrive qu'on puisse les observer sous forme lamellaire, voire cellulaire (ce qui nuit à la résistance de l'alliage, mais peut être corrigé par un traitement thermique). Les carbures M_6C présentent la structure cristalline du diamant de paramètre de maille proche de celui des carbures $M_{23}C_6$. Ils précipitent également aux joints de grains sous la forme de blocs, mais peuvent présenter une structure de Widmanstätten au sein des grains. Cette structure, néfaste pour la ductilité et la tenue en fatigue du matériau, peut apparaître s'il y a eu un défaut dans l'élaboration de l'alliage ou si le choix du traitement thermique n'a pas été judicieux. Il en est de même pour les carbures $M_{23}C_6$ qui peuvent "saturer" les joints de grains (on observe alors une continuité de précipités) et entraîner des décohésions carbure/matrice. Notons qu'il est possible que les carbures secondaires d'un type se décomposent pour donner un autre type (cf. Eq II-8).

$$\mathbf{M_6C + M' \leftrightarrow M_{23}C_6 + M''} \qquad \textbf{Eq II-8}$$

Initialement considérés comme néfastes à la ductilité des superalliages, les carbures permettent une augmentation de la résistance à la rupture pour les hautes températures, notamment les carbures $M_{23}C_6$ qui limitent le déplacement des grains entre eux. Enfin, les alliages contenant un faible taux de chrome et d'éléments réactifs et réfractaires peuvent former des carbures M_7C_3 relativement instables qui se transforment en $M_{23}C_6$ lors de la maturation de l'alliage. Précisons de plus que contrairement aux alliages base fer ou base cobalt, la formation de γ' au sein des grains diminue l'importance du rôle des carbures intragranulaires dans les modes de durcissement des alliages base nickel. De ce fait, les carbures intergranulaires sont les seuls carbures importants vis-à-vis du durcissement de l'alliage (Betteridge, et al., 1959).

II.2.1.1.d Phases TCP

Ces phases secondaires, appellées TCP pour *Topologically Close-Packed* ("topologiquement dense" en français) apparaissent lorsque la composition de l'alliage est mal maîtrisée. Ce sont des phases indésirables, susceptibles d'apparaître lors des traitements thermiques ou durant l'utilisation de la pièce à haute température. Elles présentent une orientation cristallographique préférentielle avec les plans denses {111} de la matrice γ de type CFC. Les carbures peuvent servir de sites de nucléation pour ces phases désignées aussi sous le nom de σ, μ ou encore de phases de Laves. De morphologie souvent lamellaire ou aciculaire, elles affichent une dureté élevée et tendent à fragiliser l'alliage et diminuer sa ductilité.

II.2.1.1.e Borures

Généralement, le bore est compris entre 50 et 500 ppm dans les superalliages. Il peut précipiter aux joints de grains et bloquer leurs déplacements, notamment lors du fluage. Les borures sont des particules réfractaires dures dont la forme varie de blocs à des demi-lunes. Bien que leur population soit généralement peu dense, ils servent de réserve de bore aux joints de grains. De même

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

que pour les carbures, il y a un risque de brûlure des borures au contact de la matrice lors de traitements thermiques.

II.2.1.1.f Phase γ''-Ni_3Nb

On trouve ces précipités dans les alliages nickel-fer, notamment dans l'Inconel 706 et l'Inconel 718, lorsque le nickel et le niobium se combinent. Ils possèdent une structure quadratique centrée cohérente avec la matrice, et présentent un *misfit* de 2,9 %, ce qui, par déformation du réseau cristallin, contribue grandement au durcissement de l'alliage aux températures faibles et intermédiaires. Ce précipité γ'' métastable devient instable au dessus de 650°C. En l'absence de fer ou par un maintien en température sous certaines conditions, il peut apparaître un composé Ni_3Nb de structure orthorhombique non cohérente avec la matrice. Cette phase, appelée δ, n'apporte aucune amélioration aux propriétés mécaniques lorsqu'elle est présente en grande quantité. Toutefois, en petite quantité, elle peut entraîner une diminution de la taille de grain, ce qui améliore les propriétés en traction et en fatigue ainsi que la ductilité en fluage du matériau. Un soin particulier doit être apporté aux traitements thermiques pour ne pas transformer la phase γ'' en phase δ.

II.2.1.1.g Phase η-Ni_3Ti

Lorsque la composition de l'alliage est plus riche en titane qu'en aluminium, la phase γ' peut se décomposer en une phase hexagonale complexe appelée η et de composition Ni_3Ti. Il s'agit d'une phase non cohérente avec la matrice. Si cette dernière apparaît avec une morphologie cellulaire aux joints de grains, ou bien intragranulairement sous forme de lattes de Widmanstätten, elle diminue la résistance de l'alliage. Indépendamment de sa morphologie, sa présence est indésirable car elle occasionne une perte de renfort de la matrice.

II.2.1.2 Propriétés mécaniques

Comme il a été dit précédemment, les alliages de nickel offrent de bonnes propriétés mécaniques, notamment durant les essais de fluage à haute température, du fait de la meilleure diffusion des éléments d'addition dans la matrice CFC que dans une structure CC. Ils sont renforcés par trois mécanismes différents, bien qu'ils aient lieu simultanément dans la plupart des cas (Mons, 1996) :

- Le durcissement par précipitation d'une phase (γ' et/ou γ'') cohérente avec la matrice austénitique ce qui entraîne un blocage du mouvement des dislocations (cf. Figure II-17). C'est le mode de durcissement principal des superalliages à fortes teneurs en aluminium, titane et niobium. Les propriétés mécaniques obtenues dépendent de la fraction volumique de précipités formés, mais aussi de leur taille, de leur morphologie et de leur répartition.
- Le durcissement par solution solide : ce mode de durcissement consiste en la substitution d'atomes de nickel dans la matrice γ par des atomes lourds de grand diamètre, ce qui va distordre le réseau cristallin. Le carbone en solution solide interstitielle peut également prendre part à ce mode de durcissement.
- Le durcissement par précipitation de carbures ou de borures. En précipitant aux joints de grains, ils en favorisent l'ancrage, ce qui limite le glissement entre les grains. Le durcissement est meilleur si les carbures sont grossiers, discontinus, et répartis de manière homogène.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

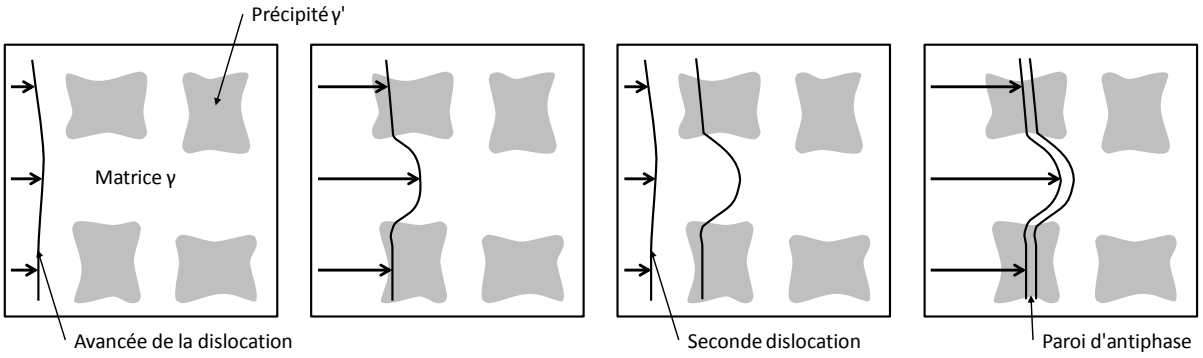


Figure II-17 : Mouvement des dislocations dans le cas d'un alliage γ + γ' (d'après (Lours, 2009))

La maîtrise de la taille des grains est un paramètre important en ce qui concerne les propriétés mécaniques. Les carbures intergranulaires permettent de limiter la croissance des grains lors de traitements thermiques ou d'exposition de l'alliage à de hautes températures. D'autre part, il est préférable d'éviter l'apparition des phases TCP évoquées en section II.2.1.1.d qui tendent à fragiliser le matériau.

II.2.2 Nimonic 263

Les superalliages à base de nickel sont tous dérivés de l'alliage 80 % Ni–20 % Cr. Leur taux massique de chrome peut cependant varier de 12,0 % pour l'Unitemp AF2-1DA6 jusqu'à 29,5 % pour l'Hastelloy G-30 (Stoloff, 1990). Le Nimonic 80A, ancêtre du Nimonic a gardé un taux de chrome aux alentours de 20 % (18 à 21 % (Betteridge, et al., 1959)), mais possède une composition plus chargée en aluminium et en titane pour permettre un durcissement par maturation grâce à la précipitation de γ'. Au-delà d'une certaine température, ces précipités γ' ont tendance à grossir et provoquer une perte considérable de résistance. Ce phénomène est connu sous le nom de mûrissement d'Ostwald à l'état solide.

Le Nimonic 263 est un alliage base nickel obtenu par fusion sous air. Son nom commercial est le plus usité, mais il peut aussi être référencé sous l'appellation N07263 selon la notation UNS, W-Nr 2.4650 (Allemagne), ou encore NCK 20 D selon l'AFNOR (France). Il a été développé en 1971 par Rolls-Royce qui cherchait à obtenir un alliage facile à élaborer et qui offrait une meilleure ductilité pour les assemblages soudés, tout en affichant des propriétés en fatigue au moins équivalentes aux Nimonic 80A et Nimonic 90 (Special Metals Corporation, 2004). Initialement conçu pour être élaboré sous forme de tôles, le Nimonic 263 est aujourd'hui accessible sous toutes les formes classiques de semi-produits. Il est principalement utilisé pour les pièces de structure des turbines à gaz, notamment dans le cadre des moteurs aéronautiques, entre autres pour sa bonne tenue à l'oxydation et sa résistance au fluage (Wang, et al., 2009).

L'appellation C263, qui sera utilisée dans les chapitres suivants, fait normalement référence à l'alliage de fonderie Nimocast 263, également développé par Rolls-Royce, et qui rentre dans les spécifications du Nimonic 263. Le terme C263 sera toutefois utilisé à des fins de simplification.

II.2.2.1 Composition et microstructure

Le Nimonic 263 fait partie des superalliages à base de nickel les plus alliés, même au sein de la famille des Nimonic. Son taux massique de nickel est compris entre 46,90 et 53,96 % (cf. Tableau II-7), ce qui sous-entend que l'élément principal de l'alliage peut représenter moins de la moitié du poids du matériau. Au sein de la famille des Nimonic, sa faible teneur en nickel n'est supplantée que

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

par les alliages Ni-Fe, tel que l'alliage IN706, qui contiennent plus de 30 % massique de fer et plus de 12 % massique de chrome.

Élément	*Ni*	*Cr*	*Co*	*Mo*	*Ti*	*Al*	*Mn*	*Fe*	*Si*	*Cu*	*C*	*Zr*	*B*
% massique	Bal.	19,0–21,0	19,0–21,0	5,6–6,1	1,9–2,4	0,3–0,6	0,2–0,6	0,7 max	0,4 max	0,2 max	0,04–0,08	0,02 max	0,001 max

Tableau II-7 : Composition de l'alliage Nimonic 263 (d'après (Betteridge, et al., 1959))

Il est possible de calculer la composition des différentes phases, ainsi que leurs proportions respectives à partir des données thermodynamiques (cf. Figure II-18). Le diagramme TTT de l'alliage est également donné en Figure II-19. On retrouve dans le Nimonic 263, outre la matrice γ, quatre phases qui vont précipiter, à savoir γ', η, et les carbures MC et $M_{23}C_6$ (qui ont tendance à précipiter aux joints de grains). Zhao *et al.* font part de la présence de carbures du type M_6C qui proviendraient de la décomposition des carbures $M_{23}C_6$ suite à des maintiens à haute température (plus de 925°C) ou durant des temps de maintien très longs (5 000 heures à 900°C) (Zhao, et al., 2001). Les températures de solvus pour la phase γ' et des carbures $M_{23}C_6$ aux joints de grains pour le Nimonic 263 se situent respectivement à 910–925°C et 1 050–1 070°C (Betteridge, et al., 1959). On notera par ailleurs que les calculs de Zhao *et al.* prédisent la présence d'une phase μ qui n'a pas été observée expérimentalement, ce qui pourrait venir soit de temps de recuit trop courts à des températures inférieures à 800°C pour former la phase TCP, soit d'un mauvais choix dans les données thermodynamiques utilisées pour la phase μ dans leurs calculs.

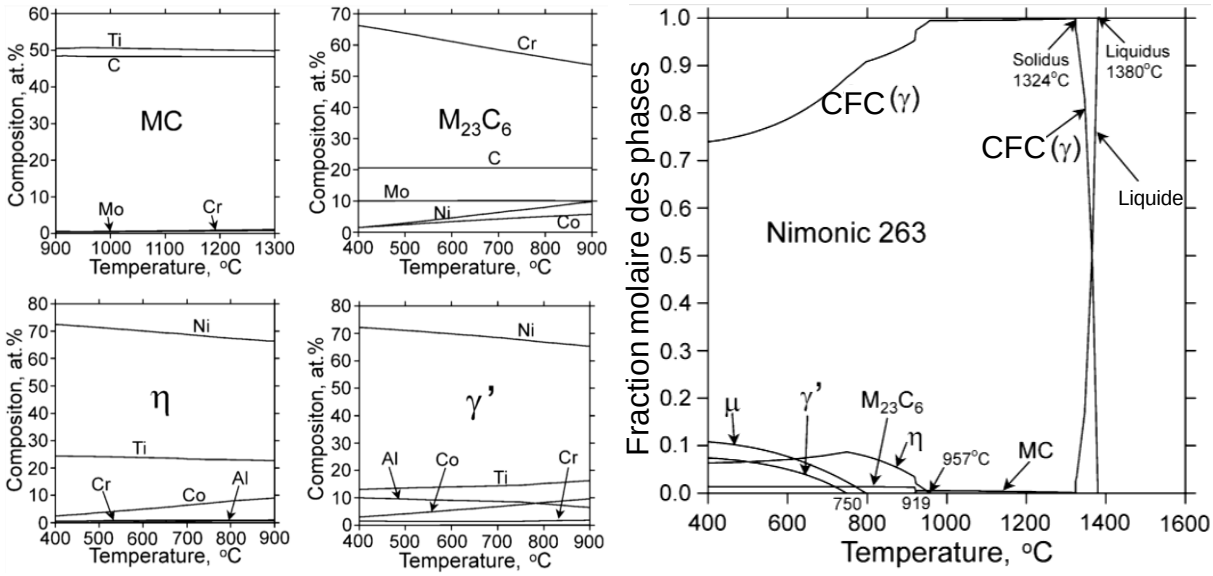


Figure II-18 : Composition des quatre phases précipitant dans l'alliage Nimonic 263 (à gauche, d'après (Zhao, et al., 2001)) et fraction molaire des différentes phases à l'équilibre (à droite, d'après (Zhao, et al., 2002))

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

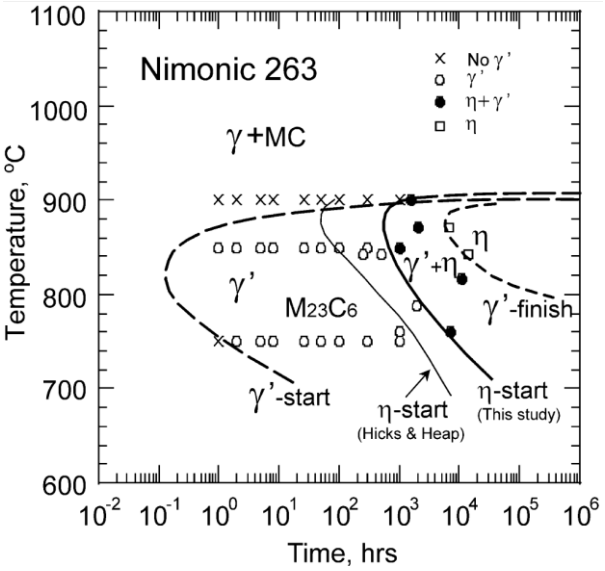


Figure II-19 : Diagramme TTT du Nimonic 263 (d'après (Zhao, et al., 2001))

La phase γ' précipite dans l'alliage sous forme de particules sphériques de 10 à 25 nm (Zhao, et al., 2001), (Wang, et al., 2009). La taille de ces précipités joue toutefois sur les propriétés mécaniques du matériau ; elle dépend entre autres de la durée d'exposition aux hautes températures (cf. Figure II-20). Cependant, du fait de la plus forte teneur en titane qu'en aluminium, la phase γ' est métastable dans le Nimonic 263 et tend à se transformer en la phase stable η-Ni_3Ti. Lors d'une exposition prolongée à des températures supérieures à 800°C, la phase γ' devient plus grossière et une phase η aciculaire précipite aux joints de grains. Il en résulte un appauvrissement de la matrice en titane, augmentant alors la solubilité de γ' à proximité des aiguilles de η, ce qui se traduit par des zones sans précipité γ' (cf. Figure II-21) (Betteridge, et al., 1959). Zhao *et al.* observent la déstabilisation de quasiment toute la phase γ' en η pour des recuits longs (816°C pendant 11 000 heures) (Zhao, et al., 2001).

L'augmentation de la fraction volumique de γ' au sein du Nimonic 263 diminue l'allongement à la rupture du matériau ainsi que sa ductilité. Après un traitement thermique utilisé conventionnellement dans l'aéronautique (1 150°C / 30 minutes, trempe à l'eau + 800°C / 8 heures, trempe à l'air), les précipités γ' représentent environ 10 % en volume de l'alliage (Wang, et al., 2009). Zhao *et al.* situeraient la fraction volumique optimisée de γ' aux alentours des 15 % en volume (Zhao, et al., 2002).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

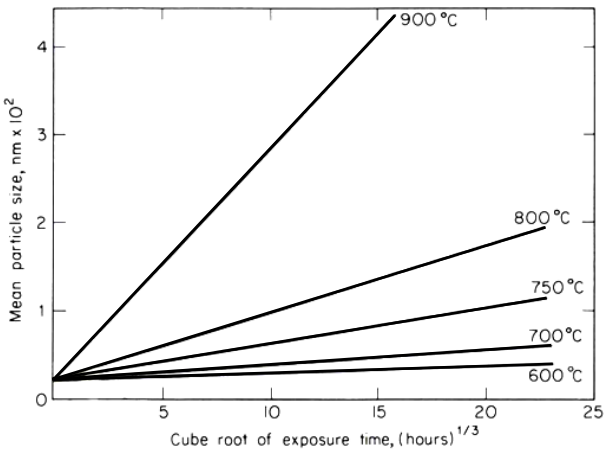


Figure II-20 : Courbes de croissance de la taille moyenne des particules de γ' en fonction du temps pour différentes températures dans le Nimonic 263 après traitement thermique (1 150°C / 2h, trempe à l'eau + 800°C / 8h trempe à l'air) (Betteridge, et al., 1959)

Notons que la teneur en niobium de l'alliage est anecdotique, ce qui fait que la phase γ'' ne précipite pas. Le taux massique de cobalt contenu dans le Nimonic 263 est 20 fois supérieur à son ancêtre le Nimonic 80A. Il est aussi supérieur à celui du Nimonic 90 auquel il est souvent comparé (qui en contient 15 à 18% en masse). De ce fait, le durcissement par solution solide est plus prononcé dans le Nimonic 263 que dans ses ancêtres. D'autre part, le fort taux de chrome permet également d'améliorer la tenue à la corrosion par la formation d'une couche d'oxyde Cr_2O_3 à la surface du matériau.

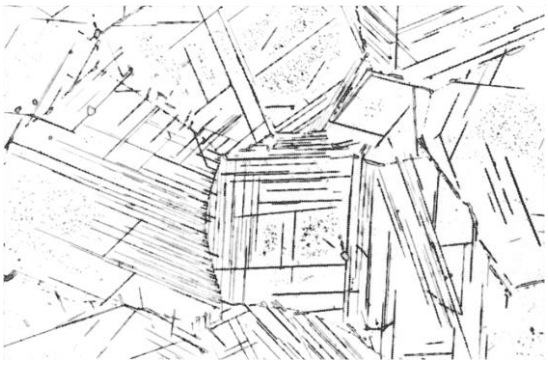


Figure II-21 : Microstructure du Nimonic 263 après traitement thermique (1 150°C / 2h, trempe à l'eau + 800°C / 8h trempe à l'air) suivi d'un maintien à 900°C pendant 3 000 heures observée au microscope optique (x300) après attaque chimique (Betteridge, et al., 1959)

Comme la plupart des superalliages, il est possible de contrôler la macrostructure du Nimonic 263 (monocristal, grains colonnaires ou grains équiaxes) au cours de sa fabrication. En imposant un gradient thermique au moule de coulée, la nucléation des grains va être très fortement limitée au sein du liquide (Sims, et al., 1972). De ce fait, la macrostructure observée est constituée de grains colonnaires dendritiques orientés dans la direction du flux de chaleur. Les procédés de fabrication directe permettent également de contrôler le type de macrostructure au sein d'une pièce. Vilaro a observé des grains colonnaires dans le Nimonic 263 réalisé par procédé SLM. Ces grains, d'une centaine de microns à quelques millimètres de large, sont orientés selon la direction de fabrication, qui correspond à la direction du plus fort gradient thermique (Vilaro, 2011). On peut également noter que d'autres procédés additifs plus "grossiers" offrent un choix plus important de macrostructures car ils apportent plus d'énergie à la matière lors de la fabrication des pièces (fortes puissances laser et faibles

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

vitesses de balayage). Cela implique que les procédés tels que le DMD ont des bains de fusion de taille beaucoup plus conséquente que les procédés lits de poudre. Les travaux de Maisonneuve ont montré qu'il était possible, en ajustant les paramètres opératoires du procédé DMD, d'obtenir des grains dendritiques, colonnaires ou équiaxes pour l'Inconel 718, voire même des gradients de microstructure (Maisonneuve, 2008). Li et Wang ont montré qu'il était également possible d'obtenir des grains colonnaires, cellulaires ou cellulaires-dendritiques pour le superalliage base nickel René 41 mis en forme par DMD (Li, et al., 2010).

II.2.2.2 Propriétés physiques et mécaniques

Le Nimonic 263 est un alliage à durcissement par précipitation qui présente de bonnes propriétés mécaniques sur une gamme assez large de températures. Un résumé de ses propriétés physiques et mécaniques est présenté en Tableau II-8. Les valeurs présentées correspondent à différents traitements thermiques. En effet, les propriétés mécaniques de l'alliage dépendent des traitements thermomécaniques par lesquels il est passé. Un laminage à froid entraîne par exemple une diminution des propriétés mécaniques en traction (cf. Figure II-22). D'autre part, il est bien évident que la température des essais influe sur les résultats obtenus (cf. Figure II-23). On note que le Nimonic présente de bonnes propriétés en traction jusqu'à 600°C ; puis, de 600 à 900°C, l'allongement à la rupture chute, avant de réaugmenter, le minimum se situant aux alentours des 800°C. Betteridge et Heslop considèrent que les 15 à 20 % d'élongation à rupture à cette température restent adéquats pour l'usage des pièces en Nimonic 263. Toutefois, passé les 800°C, on constate une forte chute de la limite d'élasticité à 0,2 % de déformation et de la résistance maximale à la traction. Cependant, malgré la déstabilisation de la phase γ' en phase η, notamment suite à de longues expositions à des températures supérieures à 800°C, les propriétés de l'alliage restent non négligeables.

Le traitement standard d'un barreau de Nimonic 263 consiste en une remise en solution à 1 150°C pendant 30 minutes à deux heures et demie (suivant la section du barreau) suivi d'une trempe à l'eau, avant d'effectuer un revenu à 800°C pendant 8 heures suivi d'une trempe à l'air. Dans le cas de tôles laminées à froid l'opération de remise en solution ne dure que 3 à 10 minutes et peut être suivie d'une trempe par lit fluidisé plutôt qu'une trempe à l'eau (Special Metals Corporation, 2004). Les traitements thermiques du Nimonic 263 s'effectuent normalement à l'air. De ce fait, une couche d'oxyde se forme à sa surface, ce qui amène à un appauvrissement en chrome, titane ou aluminium à la surface du métal. Ceci n'entraîne toutefois pas de diminution des propriétés mécaniques en fluage, mais peut avoir un impact sur les propriétés en fatigue, où l'initiation de fissures peut survenir au niveau des surfaces oxydées. Il convient donc d'usiner les surfaces des pièces destinées à travailler en fatigue sur une centaine de microns pour prévenir cet effet (Betteridge, et al., 1959).

Les alliages à base de nickel présentent une conductivité thermique plus faible que les aciers conventionnels. De ce fait, ils sont plus susceptibles de fissurer lors de leur refroidissement. Par exemple, l'Inconel 625 présente une conductivité thermique de 9,8 $W.m^{-1}.K^{-1}$ à 20°C contre 25 à 53 $W.m^{-1}.K^{-1}$ pour les aciers (Special Metals Corporation, 2013). Le Nimonic 263 ne présente pas particulièrement d'aptitude à la fissuration (λ = 11,72 $W.m^{-1}.K^{-1}$), mais il convient tout de même de contrôler les vitesses de refroidissement.

La fatigue thermique amène à la dissolution des précipités γ', sans toutefois affecter les carbures $M_{23}C_6$ aux joints de grains (Ratna, et al., 1993). Les précipités γ' ne gênent alors plus le mouvement des dislocations au sein des grains, mais les carbures permettent quand même de limiter leur glissement, ce qui permet d'offrir de bonnes propriétés mécaniques en température malgré tout.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

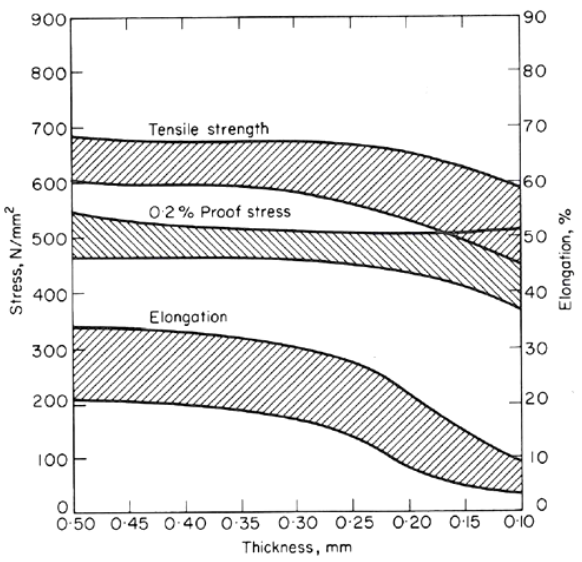


Figure II-22 : Effet de l'amincissement du matériau sur les propriétés en traction à 780°C du Nimonic 263 laminé à froid et traité thermiquement (1150°C / 2h, trempe à l'air + 800°C / 8h, trempe à l'air) (Betteridge, et al., 1959)

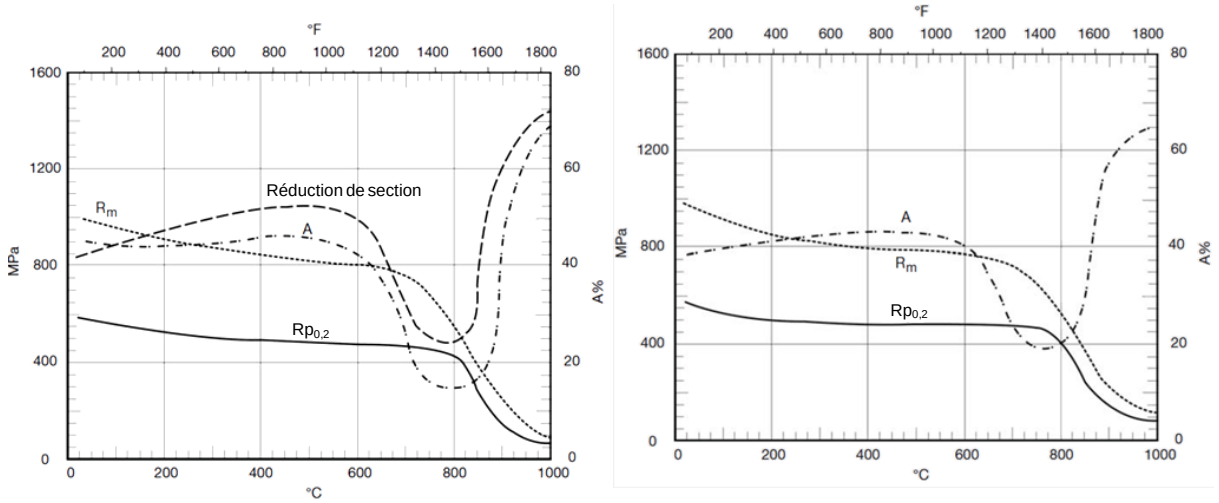


Figure II-23 : Évolution des propriétés mécaniques du Nimonic 263 en barreau (à gauche) et en tôle (à droite) après traitement thermique aéronautique standard (d'après (Special Metals Corporation, 2004))

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Symbole	Propriété	Valeurs
E	Module d'élasticité	201–224 GPa à 20°C 127–143 GPa à 1 000°C 163–191 GPa pour le brut de fabrication SLM à 20°C
$Rp_{0,2}$	Limite d'élasticité à 0,2 % de déformation plastique	445–639 MPa à 20°C 70 MPa à 1 000°C 653–818 MPa pour le brut de fabrication SLM à 20°C
Rm	Résistance maximale à la traction	910–1 083 MPa à 20°C 108 MPa à 1000°C 860–1 085 MPa pour le brut de fabrication SLM à 20°C
A	Déformation à la rupture	21–45 % à 20°C 69 % à 1 000°C
ν	Coefficient de Poisson	0,18–0,28
ρ	Masse volumique	8,36 g/cm^3
γ'_{solvus}	Température de solvus de la phase γ'	910–925°C
$M_{23}C_{6,solvus}$	Température de solvus des carbures $M_{23}C_6$	1 050–1 070°C
T_s	Tempérture de solidus	1 300°C
T_l	Température de liquidus	1 355°C
$T_{éb}$	Température d'ébullition	2 735°C
Cp_s	Capacité calorifique massique du solide	426 J.kg^{-1}.K^{-1} à 20°C 674 J.kg^{-1}.K^{-1} à 1 000°C
Cp_l	Capacité calorifique massique du liquide	750–764 J.kg^{-1}.K^{-1}
α	Coefficient de dilatation thermique	11,0.10^{-6}.K^{-1} de 20 à 100°C 17,4.10^{-6}.K^{-1} de 20 à 1 000°C
λ	Conductivité thermique	11,72 W.m^{-1}.K^{-1} à 20°C 12,98 W.m^{-1}.K^{-1} à 100°C 28,47 W.m^{-1}.K^{-1} à 1 000°C
$\Delta V_s / V_s$	Retrait à la solidification	-4 %
M	Masse molaire	59,14 g/mol
ΔH_v	Chaleur latente de vaporisation (L → V)	6375 J.g^{-1} pour Ni
ΔH_f	Chaleur latente de fusion (S → L)	292 J.g^{-1} pour Ni
μ	Viscosité	6.10^{-3} kg.m^{-1}.s^{-1}
ε	Émissivité à une longueur d'onde de 2,1 µm	0,80 (lit de poudre affichant 40 à 60 % de porosité) 0,70 (liquide)

Tableau II-8 : Propriétés physiques et mécaniques du Nimonic 263 d'après (Special Metals Corporation, 2004), (Betteridge, et al., 1959), (Wang, et al., 2009), (Singh, et al., 1996) et (Vilaro, 2011)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Vilaro a obtenu une émissivité thermique aux alentours des 0,80 pour un lit de poudre de Nimonic 263, et aux alentours de 0,70 pour cette même poudre fondue par laser (Vilaro, 2011). L'état de surface joue sur l'émissivité thermique du matériau ; sa connaissance sur un matériau pulvérulent (ou granulaire) n'est pas forcément très étudiée par les auteurs, et la plupart des données obtenues dans la littérature traitent plutôt de matériaux massifs, ayant éventuellement reçu un traitement de surface. Si les données pour le Nimonic ne sont pas fréquentes, on peut trouver des données pour les alliages à base de nickel dans la littérature. L'alliage 80 % Ni–20% Cr présente, sur la bande spectrale de 1,4 à 1,8 µm, une émissivité allant de 0,20 à 0,40 s'il est poli et de 0,65 à 0,80 s'il est anodisé (IMPAC, 2004). Del Campo *et al.* obtiennent la même valeur pour de l'Inconel pré-oxydé sur la plage de longueur d'onde de 2 à 4 µm (Del Campo, et al., 2010). Betteridge et Heslop présentent des ordres de grandeurs similaires pour le Nimonic 75 laminé (Betteridge, et al., 1959). Dans le cas où le matériau présente une surface rugueuse, l'émissivité du Nimonic 75 peut augmenter, voire atteindre des valeurs proches de 1 s'il a été, en plus, anodisé. Toutefois, comme il sera abordé au Chapitre VI, l'émissivité thermique n'est pas une donnée nécessaire pour le suivi thermique du procédé SLM, d'autant plus que les changements brutaux de température, d'état et de forme (lit de particules de poudre, bain liquide fluide, cordon solidifié) influent sur sa valeur.

II.3 Conclusion du chapitre

Ce chapitre a consisté en un étude bibliographique sur les deux alliages utilisés dans cette thèse : l'alliage de titane TA6V et l'alliage à base de nickel Nimonic 263. Ces deux alliages ne semblent pas rencontrer de difficultés particulières pour leur élaboration et leur post-traitement. De plus, ils proviennent de familles de matériaux adaptés à la métallurgie des poudres et à la coulée moyenne quelques précautions d'usage pour le TA6V (contamination en oxygène). Cela les rend donc compatibles avec une utilisation en fabrication additive, notamment pour le procédé SLM.

La fabrication SLM implique de forts gradients thermiques et de fortes vitesses de refroidissement qui résultent en une microstructure très sévèrement trempée et en des grains colonnaires dans la direction de fabrication. Le TA6V ainsi que le Nimonic 263 sont sujets à ces faits. D'autres procédés de fabrication additive plus "grossiers", tels que le DMD ou l'EBM, permettent d'obtenir un panel plus varié de microstructures en ajustant les paramètres de fabrication. Cela s'explique par le fait que les dimensions du bain de fusion et les énergies qui lui sont communiquées sont plus importantes et par la présence d'une température de recuit élevée, qui modifie la microstructure du TA6V en cours de construction.

L'étude bibliographique a mis en évidence que le traitement thermique influe sur les propriétés mécaniques du matériau, en particulier par la relaxation de contraintes internes. De plus, il a été montré qu'un choix judicieux de traitement thermique permettait de "gommer" la macrostructure typique du brut de fabrication SLM. Ainsi, il est possible d'obtenir la microstructure souhaitée par un post-traitement adéquat. Le choix du traitement thermique est donc important, surtout vis-à-vis du procédé SLM qui est le procédé qui induit très certainement le plus de contraintes résiduelles. Toutefois, l'étude bibliographique a aussi montré que les propriétés des matériaux bruts de fabrication additive peuvent s'avérer meilleures que lorsqu'ils sont mis en forme de manière plus conventionnelle.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Bibliographie

Aeby-Gautier, Elisabeth. 2007. Les alliages de titane. Cours à l'École des Mines de Nancy. 2007.

Ahmed, T. et Rack, H. J. 1998. Phase transformations during cooling in α + β titanium alloys. Materials Science and Engineering. 1998, Vol. A243, pp. 206–211.

Barralis, Jean et Maeder, Gérard. 2002. Précis de métallurgie. [éd.] Nathan, AFNOR, 2002.

Betteridge, W. et Heslop, J. 1959. The Nimonic Alloys and Others Nickel-Base High-Temperature Alloys. 1959.

Blanc, Toinou. 2016. Fabrication directe de pièces en TA6V par projection laser : Modèle phénoménologique et recyclabilité de la poudre, MINES-ParisTech, 2016. Thèse.

Bourell, David L., Leu, Ming C. et Rosen, David W. 2009. Roadmap for Additive Manufacturing - Identifying the Future of Freeform Processing, The University of Texas at Austin, 2009.

Castro, R. et Séraphin, L. 1966. Contribution à l'étude métallographique et structurale de l'alliage de titane TA6V. Mémoires scientifiques Revue de métallurgie. 1966, Vol. LXIII, 12, pp. 1025–1058.

Combres, Yves et Champin, Bernard. 1995. Traitement thermiques des alliages de titane. Techniques de l'ingénieur. 1995, Vol. M 1335.

Combres, Yves. 1997. Métallurgie et recyclage du titane et de ses alliages. Techniques de l'ingénieur. 1997, Vol. M 2 355.

Combres, Yves. 1999. Propriétés du titane et de ses alliages. Techniques de l'ingénieur. 1999, Vol. M 557.

Del Campo, L., et al. 2010. Emissivity measurements on aeronautical alloys. Journal of Alloys and Compounds. 2010, Vol. 489, pp. 482–487.

Donachie, Matthew J. Jr. 1984. Titanium. [auteur du livre] Howard E. Boyer et Timothy L. Gall. Metals Handbook - Desk Edition. 1984.

Duerig, T. et Williams, J. 1984. Overview: Microstruture and Properties of Beta Titanium Alloys. [auteur du livre] R. R. Boyer et H. W. Rosenberg. Beta Titanium Alloys in the 1980's, AIME Metallurgical Society, 1984, p. 20.

Encyclopedia Universalis. 1992. Encyclopedia Universalis – Corpus, Encyclopedia Universalis France S.A., 1992. Vol. 22.

Eylon, Daniel et Newman, Jeremy R. 1990. Titanium and Titanium Alloy Castings. [auteur du livre] Joseph R. Davis, et al. ASM Handbook – Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials. 10ème, ASM International, 1990, Vol. 2, pp. 634–646.

Froes, F. H. et Dutta, B. 2014. The Additive Manufacturing (AM) of Titanium Alloys. Advanced Materials Research. 2014, Vol. 1019, pp. 19–25.

Gerberich, W. W. et Baker, G. S. 1968. Toughness of Two-Phase 6Al-4V Titanium Microstructures. Applications Related Phenomena in Titanium Alloys, ASTM STP 432. 1968, pp. 80–99.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Gilbert, Roger et Shannon, C. Richard. 1991. Heat Treating of Titanium and Titanium Alloys. [auteur du livre] Joseph R. Davis, et al. ASM Handbook – Heat Treating. 10ème, ASM International, 1991, Vol. 4, pp. 914–923.

IMPAC. 2004. Pyrometer-Handbook : Non-Contact Thermometry, IMPAC Infrared GmbH, 2004.

Jovanović, M. T., et al. 2006. The effect of annealing temperatures and cooling rates on microstructure and mechanical properties of investment cast Ti-6Al-4V. Materials and Design. 2006, Vol. 27, pp. 192–199.

Kahveci, A. I. et Welsch, G. E. 1986. Effect of oxygen on the hardness and alpha/beta phase ratio of Ti-6Al-4V alloy. Scripta Metallurgica. 1986, Vol. 20, pp. 1287–1290.

Kobryn, P. A. et Semiatin, S. L. 2003. Microstructure and texture evolution during solidification processing of Ti-6Al-4V. Journal of Materials Processing Technology. 2003, 135, pp. 330–339.

Lampman, S. 1990. Wrought Titanium and Titanium Alloys. [auteur du livre] Joseph R. Davis, et al. ASM Handbook – Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials. 10ème, ASM International, 1990, Vol. 2, pp. 592–633.

Li, J. et Wang, H. M. 2010. Microstructure and mechanical properties of rapide directionally solidified Ni-bas superalloy René 41 by laser melting deposition manudacturing. Materials Science and Engineering A. 2010, Vol. 527, pp. 4823–4829.

Longuet, Arnaud. 2010. Modélisation du procédé de projection laser – Application au TI-6Al-4V, MINES-ParisTech, 2010. Thèse.

Lours, Philippe. 2009. Superalloys. Cours à l'École des Mines D'Albi Carmaux - Option Matériaux pour l'aéronautique et le spatial. 2009.

Maisonneuve, Julie. 2008. Fabrication directe de pièces aéronautiques en TA6V et IN718 : projection et fusion sélective par laser, MINES-ParisTech, 2008. Thèse.

Marion, Guillaume. 2016. Modélisation de procédés de fabrication directe de pièces aéronautiques et spatiales en TA6V par projection et dusion sélective d'un lit de poudre par laser : Approche thermique, métallurgique et mécanique, MINES-ParisTech, 2016. Thèse.

Mons, Claude. 1996. Traitements thermiques des superalliages. Techniques de l'ingénieur. 1996, Vol. M 1 165.

Rancic, Mickael. 2012. Étude des mécanismes de déformation et de transformations métallurgiques en souscouche et sur la surface usinée lors du tournage du Ti-6Al-4V avec un outil en carbure cémenté WC-Co non revêtu, Arts et Métiers ParisTech, 2012. Thèse.

Ratna, Vivek et Sarma, D. S. 1993. Influence of thermal fatigue on the microstructure of a Ni-bas superalloy. Scripta Metallurgica et Materialia. 1993, Vol. 29, pp. 467–472.

Reed, Roger C. 2006. The Superalloys. 2006.

Séraphin, L. 1965. Réponse des alliages de titane aux traitements thermiques. Mémoires scientifiques Revue de métallurgie. Avril 1965, Vol. LXII, 4, pp. 291–304.

Sims, Chester T. et Hagel, William C. 1972. The Superalloys. 1972.

Sims, Chester T., Stoloff, Norman S. et Hagel, William C. 1987. Superalloys II. 1987.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Singh, Gaurav, et al. 2013. Effect of hydrogen charging on tensile properties of B-modified Ti-6Al-4V. Material Science & Engineering A. 2013, 576, pp. 326–336.

Singh, P. N. et Singh, Vakil. 1996. Influence of ageing treatment on work hardening behaviour of Ni-base superalloy. Scripta Materialia. 1996, Vol. 34, pp. 1861–1865.

Special Metals Corporation. 2013. Inconel® alloy 625. Fiche Matériau. 2013.

Special Metals Corporation. 2004. Nimonic® alloy 263. Fiche Matériau. 2004.

Stoloff, N. S. 1990. Wrought and P/M Superalloys. [auteur du livre] Joseph R. Davis, et al. ASM Handbook – Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys. 10ème, ASM International, 1990, Vol. 1, pp. 950–977.

Vandenbroucke, B. et Kruth, J. P. 2007. Selective laser melting of biocompatible metals for rapid manufacturing of medical parts. Rapid Prototyping Journal. 2007, Vol. 13, 4, pp. 196–203.

Vilaro, Thomas. 2011. Fabrication directe de pièces aéronautiques et spatiales en Nimonic 263 et A360 par le procédé de fusion sélective par laser : approche thermique, microstructurale et mécanique, MINES-ParisTech, 2011. Thèse.

Vilaro, Thomas, Colin, Christophe et Bartout, Jean-Dominique. 2011. As-Fabricated and Heat-Treated Microstructures of the Ti-6Al-4V Alloy Processed by Selective Laser Melting. Metallurgical and Materials transactions A. 2011, Vol. 42, 10, pp. 3190–3199.

Wang, W. Z., et al. 2009. Influence of γ' and grain boundary carbide on tensile fracture behaviors of Nimonic 263. Materials Science and Engineering A. 2009, Vol. 523, pp. 242–245.

Wood, R. A. et Favor, R. J. 1972. Titanium Alloys Handbook. [éd.] Metals and Ceramics Information Center. 1972.

Xu, W., et al. 2015. Additive manufacturing of strong and ductile Ti-6Al-4V by selective laser melting via in situ martensite decomposition. Acta Materialia. 2015, Vol. 85, pp. 74–84.

Yan, M., et al. 2014. Review of effect of oxygen on room temperature ductility of titanium and titanium alloys. Powder Metallurgy. 2014, Vol. 57, 4, pp. 251–257.

Zhao, J. C. et Henry, Michael F. 2002. The Thermodynamic Prediction of Phase Stability in Multicomponent Superalloys. JOM. 2002, Vol. 54, pp. 37–41.

Zhao, J. C., Ravikumar, V. et Beltran, A. M. 2001. Phase Precipitation and Phase Stability in Nimonic 263. Matellurgical and Materials Transactions A. 2001, Vol. 32A, pp. 1271–1282.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Chapitre III Poudres brutes d'atomisation

Résumé :

Comme il a été vu au Chapitre I, les procédés de fabrication additive peuvent utiliser de nombreux matériaux et sous différentes formes. Le projet FALAFEL s'intéresse tout particulièrement aux procédés SLM et DMD qui requièrent des matériaux sous forme de poudre dont le cahier des charges est un élément crucial pour la bonne réussite d'une fabrication.

Ce chapitre présentera l'élaboration de poudres métalliques, les spécificités demandées à une poudre SLM, ainsi que l'étude des lots de poudre réceptionnés. Bien que le projet FALAFEL se soit intéressé à six matériaux différents, seuls le TA6V et le C263 (traités au Chapitre II) concernent ces travaux de thèse et seront étudiés ici.

Sommaire :

III.1 Élaboration des poudres 85
III.1.1 Importance des matériaux pulvérulents pour l'industrie 85
III.1.2 Atomisation des poudres 87
III.1.3 Autres voies d'élaboration des poudres 94
III.2 Cahier des charges des poudres adaptées au SLM 98
III.2.1 Objectif des spécificités demandées à la poudre 99
III.2.1.1 Spécificités chimiques 99
III.2.1.2 Spécificités granulométriques 99
III.2.2 Récapitulatif des spécificités requises 100
III.2.2.1 Poudre C263 101
III.2.2.2 Poudre TA6V 101
III.2.2.3 Granulométries souhaitées des poudres 101
III.2.3 Méthodes de vérification de la poudre lors de sa réception 102
III.2.3.1 Granulométrie 102
III.2.3.2 Porosité de la poudre et du lit de poudre 103
III.2.3.2.a Porosité de la poudre 103
III.2.3.2.b Porosité du lit de poudre 104
III.3 Caractérisation physico-chimique des poudres utilisées 106
III.3.1 Poudre C263 106
III.3.1.1 Description des lots réceptionnés 106

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

III.3.1.2 Analyse granulométrique et évaluation de la densité relative 108
III.3.1.3 Analyse morphologique 110
III.3.1.4 Autres analyses 113
III.3.2 Poudre TA6V 115
III.3.2.1 Description des lots réceptionnés 115
III.3.2.2 Analyse granulométrique et évaluation de la densité relative 116
III.3.2.3 Analyse morphologique 119
III.3.2.4 Autres analyses 122
III.4 Conclusion du chapitre 125

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Comme son nom l'indique, la matière première est primordiale à une pièce. S'il est possible que la pièce finale n'ait pas la qualité du matériau de base, il est certain qu'un mauvais matériau de départ n'aboutisse jamais à une pièce de bonne qualité. Cependant, la bonne santé de la pièce n'est pas uniquement liée à la composition chimique de la matière d'origine. La qualité du semi-produit joue aussi beaucoup sur la mise en forme de la pièce. Dans le cas de procédés utilisant un fil (cf. Chapitre I), le diamètre du fil et son état de surface ont leur influence sur le système de dépôt. Dans le cas où celui-ci se bouche, la qualité de la pièce est compromise du fait d'une interruption de la fabrication. Les procédés utilisant de la poudre sont eux-aussi sujets à cette problématique. Dans le cas des procédés utilisant de la poudre, que ce soit pour de la projection comme le DMD (pour *Direct Metal Deposition* : projection laser), ou sous forme de lits comme le SLM (pour *Selective Laser Melting* : fusion sélective par laser), la granulométrie de la poudre (*i.e.* la distribution en taille des particules la constituant) a son importance. Une mauvaise coulabilité de la poudre peut entraîner une obturation de la buse de projection ou des irrégularités du jet de poudre par exemple. C'est pour cela qu'il est nécessaire de bien définir, notamment dans le cas du SLM, le cahier des charges de la poudre. De plus, pour pasticher Lafontaine, on pourrait dire que "rien ne sert de fabriquer, il faut vérifier si c'est au point". C'est pourquoi, il est nécessaire d'effectuer des caractérisations plus poussées que celles dont les procès verbaux sont généralement fournis lors de la livraison de la poudre.

III.1 Élaboration des poudres

Comme il a été dit précédemment, le projet FALAFEL (pour Fabrication Additive par procédés LAser et Faisceau d'ELectrons) s'intéresse à la fabrication additive, et principalement à deux procédés : le SLM et le DMD. Ces deux procédés sont dérivés du prototypage rapide et utilisent de la poudre, généralement métallique, en tant que matière première (cf. Chapitre I). Toutefois, l'utilisation de matériaux sous forme pulvérulente (*i.e.* de poudre) est bien antérieure aux procédés de fabrication additive ainsi qu'aux procédés de prototypage rapide. Il existe par ailleurs différentes manières pour élaborer des poudres. On pourra parler également de solides divisés ou de matériaux granulaires pour faire référence à des poudres. Cette section passera en revue certaines voies d'élaboration et s'attardera sur l'atomisation au gaz, principalement utilisée dans le cas qui nous intéresse.

III.1.1 Importance des matériaux pulvérulents pour l'industrie

Si la métallurgie des poudres représente une part infime de la production (0,1 % du tonnage à l'échelle française et mondiale en 2002 (Bouvard, et al., 2002)), elle a considérablement augmenté au cours des années précédentes (cf. Figure III-1). Les poudres de fer et d'acier concernent la grande majorité des poudres métalliques industrielles (80 % du milliard de tonnes consommé mondialement en 2008), le reste étant constitué principalement de poudres base cuivre, base aluminium ou de matériaux durs (carbures) et réfractaires (bases tungstène et molybdène) (Puente, et al., 2011). Toutefois, l'utilisation de matériaux pulvérulents dans l'industrie n'est pas limitée aux seuls matériaux métalliques. En effet, les céramiques et les polymères peuvent également être mis en forme à partir de poudre.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

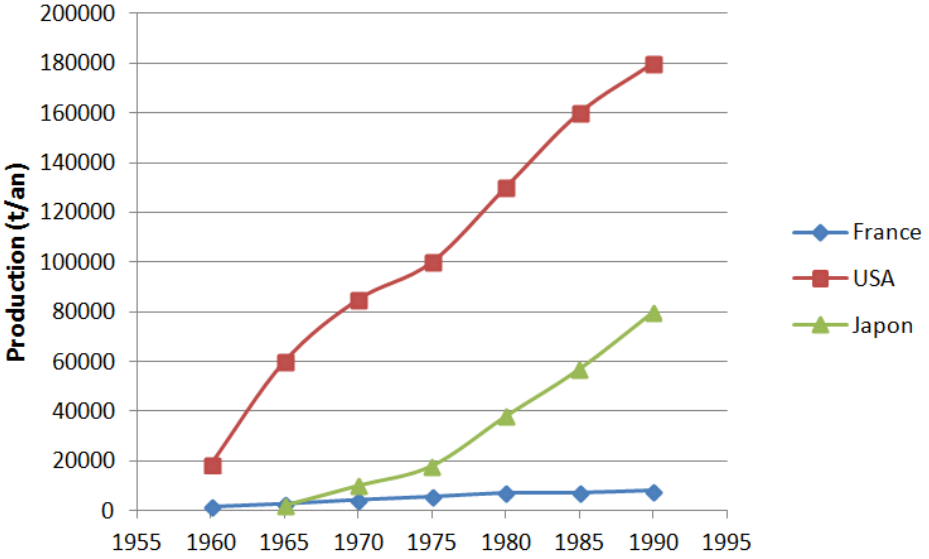


Figure III-1 : Évolution des productions de pièces mécaniques réalisées par métallurgie des poudres d'après (Eudier, 1994)

Historiquement, l'utilisation de poudre dans l'élaboration de produits finis remonte à Mathusalem et a vu le jour à différents endroits du globe. Si les orfèvres incas fondaient de la poudre aurifère pour confectionner leurs bijoux, les égyptiens savaient déjà obtenir de la poudre de fer plus de 3000 ans avant JC. L'industrie se tourne sur l'utilisation de poudres durant le XIXème siècle pour deux usages principalement. D'un côté, le besoin en platine des laboratoires a mené à des voies d'élaboration chimique de poudre de platine précipitée et au développement de procédés de consolidation permettant de travailler à des températures moindres que celle de fusion (T_f = 1769°C pour le platine) (German, 1994). Le secteur de l'alimentaire s'est également intéressé à la mise sous forme de poudre d'aliments à des fins de conservation. Initialement utilisé pour le séchage de l'œuf et la concentration des jus, l'atomisation (ou pulvérisation) s'est grandement développée dans les années 1920 par l'industrie des produits laitiers et par celle des lessives (Gomez, et al., 2012) et s'est vue depuis appliquée à la fabrication de poudres métalliques. Aujourd'hui, de nombreux secteurs utilisent des pièces fabriquées à partir de poudre ; des technologies de pointe (nucléaire, aérospatiale, armement, etc.), à des applications plus ordinaires : automobile, sidérurgie, mines, construction d'appareils ménagers, construction d'appareils de précision, électrotechnique et électronique, construction de machines-outils, chimie et thermique. La métallurgie des poudres est une solution permettant entre autres de travailler sur des matériaux magnétiques, des supraconducteurs, ainsi que des composites. Sa polyvalence est encore augmentée par le fait qu'elle peut aussi bien servir à construire des produits semi-finis que des produits finis, mais aussi à y rajouter des fonctions (revêtement, rechargement…).

De nos jours, de nombreux procédés utilisent de la poudre en tant que matière première. En effet, la métallurgie des poudres présente les avantages de pouvoir travailler sur des matériaux difficiles à mettre en forme par des voies plus conventionnelles (notamment grâce aux procédés restant dans le domaine solide, comme le frittage), tout en gardant une bonne productivité, et en réduisant les coûts, entre autres les coûts matière (absence de copeaux, etc.). C'est donc un domaine d'importance non négligeable dans l'industrie et de nombreux procédés de mise en forme des poudres ont vu le jour qui, à partir d'une poudre arrivent à une pièce finie ou semi-finie en passant par une étape de densification pouvant se faire à l'état solide (frittage à l'état solide), liquide (fusion sélective par laser

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

par exemple), voire en utilisant un liant. De nombreux procédés sont utilisés aujourd'hui de manière industrielle, comme la compression isostatique à chaud (CIC ou HIP pour *High Isostatic Pressure*), la compression uniaxiale à chaud, le frittage, le forgeage de préformes frittées, le laminage, le filage, l'extrusion (de poudre ou de préformes frittées), le compactage, etc. (Frachon, 2002), (Bouvard, et al., 2002), (Eudier, 1994), (German, 1994), (Masounave, et al., 1987).

Les procédés de demain comme le SLM, le SLS (pour *Selective Laser Sintering* : frittage laser sélectif), le DMD, l'EBM (pour *Electron Beam Melting* : fusion par faisceau d'électrons) continueront à utiliser de la poudre. Actuellement en voie d'industrialisation, ces procédés utilisent principalement de la poudre atomisée.

III.1.2 Atomisation des poudres

L'atomisation *stricto sensu* est la pulvérisation d'un liquide en fines gouttelettes, en vue de son séchage (Larousse, 2013). C'est aussi le nom de la méthode la plus répandue aujourd'hui pour obtenir des poudres métalliques (d'autres méthodes seront abordées dans la section III.1.3). Il y a une quinzaine d'années, l'atomisation à l'eau représentait près de 70 % du tonnage mondial de poudre de fer (Dunkley, 1998).

Le principe consiste à disperser une phase liquide continue en ligaments puis en gouttelettes, grâce à un jet (liquide ou gazeux) haute pression comme cela est décrit sur la Figure III-3. La dispersion en gouttelettes se fait lorsque les forces perturbatrices (gravitationnelles et hydrodynamiques) surpassent localement les forces de cohésion du liquide (tension de surface).

Dans le cas d'une chute libre d'un jet liquide sans perturbation d'un flux gazeux de haute pression, c'est-à-dire dans le cas d'une faible vitesse d'écoulement du liquide par rapport à celle de l'atmosphère de la chambre d'atomisation, la rupture du jet liquide peut s'expliquer par les instabilités de Rayleigh dues aux forces capillaires (les forces hydrodynamiques étant alors négligeables). Ces forces capillaires produisent des perturbations à la surface du liquide s'écoulant à travers un orifice de diamètre d_0, amenant à son ondulation puis à un amincissement régulier caractérisé par une longueur d'onde λ (cf. Figure III-2) et à un nombre d'onde $k = 2\pi / \lambda$. Une fois cette sinusoïde formée, son amplitude s'accentue jusqu'à entraîner la rupture du jet liquide en ligaments pour une longueur d'onde optimale λ_{opt} supérieure à $\lambda_{min} = 2\pi$ (cf. Eq III-1). Du fait des phénomènes de tension à la surface du ligament liquide, ce dernier, assimilé à un cylindre de longueur λ_{opt} et de diamètre d_0, se transforme en goutte dont le diamètre d_g est donné par l'Eq III-2 (Gomez, et al., 2012). En d'autres termes, le diamètre des gouttes sphériques est proche du double du diamètre du jet non perturbé.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

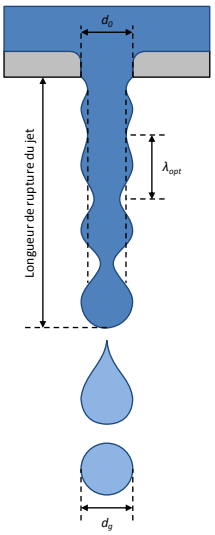


Figure III-2 : Schématisation de la rupture d'un jet liquide par les instabilités capillaires de Rayleigh (d'après (Gomez, et al., 2012))

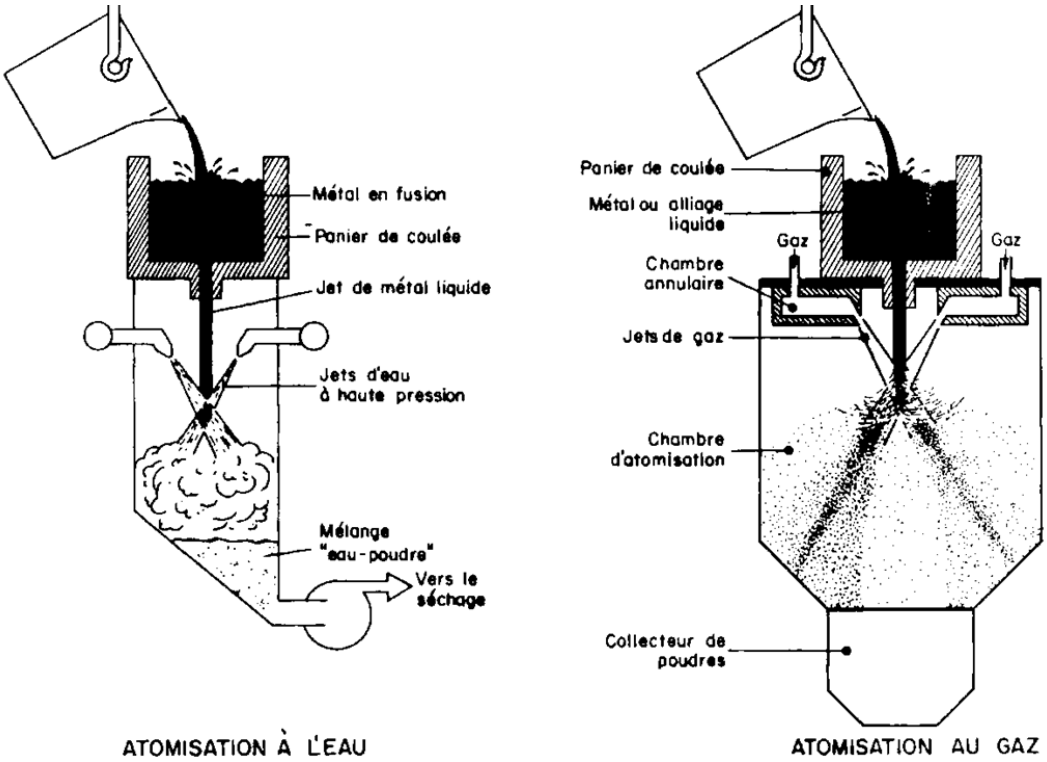


Figure III-3 : Schématisation de l'atomisation d'une poudre par action dynamique d'un fluide (Masounave, et al., 1987)

$$\lambda_{opt} = 4,51 \cdot d_0 \qquad \textbf{Eq III-1}$$

$$d_g = 1,89 \cdot d_0 \qquad \textbf{Eq III-2}$$

À l'inverse du cas précédent (chute libre d'un liquide), l'utilisation d'un jet dynamique de fluide pour l'atomisation permet de comprimer et d'accélérer le jet liquide. Les perturbations par ce flux haute

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

pression entraînent une diminution de la section du jet liquide jusqu'au point où les perturbations de sa surface induites par les forces hydrodynamiques surpassent les forces de cohésion du liquide entraînant son éclatement : c'est le point de désintégration (Dembinski, et al., 2006). Là encore, les phénomènes de tension de surface des portions arrachées du liquide (ligaments) entraînent leur déformation sous une forme plus énergétiquement favorable et donc plus stable : à savoir sous la forme de fines gouttelettes sphériques. Le modèle de Bradley peut être utilisé pour décrire la formation des gouttelettes en 3 étapes (Bradley, 1973). Tout d'abord, la surface de l'écoulement de liquide est perturbée par les forces hydrodynamiques amenant à son ondulation avec une amplitude grandissante (étape I). Puis, lorsque ces forces sont suffisamment fortes par rapport à la tension de surface, le film liquide se fragmente en ligaments (étape II) après que la longueur d'onde ait atteint λ_{max}. Ces ligaments se fragmentent à leur tour en gouttelettes à cause des instabilités de Rayleigh (étape III, cf. Figure III-4). Bradley remonte ainsi au diamètre d_g des gouttes formées par l'Eq III-3 dans laquelle il introduit un paramètre ε obtenu empiriquement lors de ses études sur l'atomisation de l'eau par l'air ($\varepsilon \approx 0{,}25$) et où λ_{max} correspond à la longueur maximale du ligament après fragmentation du film liquide. Signalons que dans le cas d'une chute libre d'un jet liquide, $d_g \approx 0{,}42 \cdot \lambda_{opt}$ en combinant l'Eq III-1 et l'Eq III-2.

$$\boldsymbol{d_g = 11{,}86 \cdot \varepsilon \cdot \frac{\lambda_{max}}{2\pi} \approx 0{,}47 \cdot \lambda_{max}} \qquad \textbf{Eq III-3}$$

Toutefois, il est possible de relier le diamètre des gouttes en fonction des paramètres opératoires utilisés pour l'atomisation et de coefficients (A et B) dépendant du système d'atomisation (cf. Eq III-4) (Dunkley, 1998). Dans cette équation, σ_{lg} est la tension de surface liquide-gaz, ρ_m la masse volumique du métal liquide, M_g et M_m les débits massiques respectivement du gaz et du métal liquide, v_g la vitesse du gaz quittant la buse, η_m la viscosité dynamique du métal liquide et d_0 le diamètre du jet liquide en sortie de buse.

$$\boldsymbol{d_g = \sqrt{\frac{A \cdot \sigma_{lg}}{\rho_m \cdot \frac{M_g}{M_m} \cdot v_{gaz} \cdot (1 - B \cdot \eta_m \cdot d_0)}}} \qquad \textbf{Eq III-4}$$

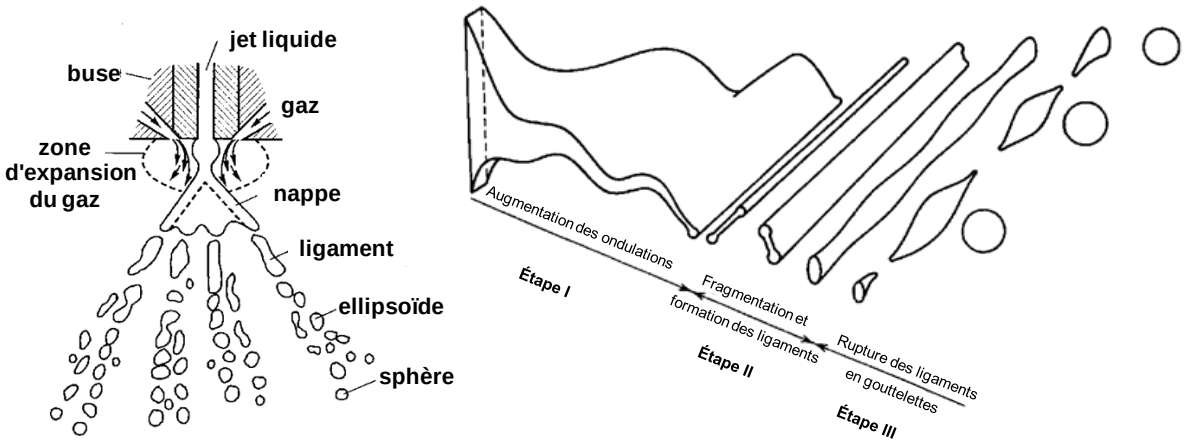


Figure III-4 : Modèle de désintégration en trois étapes d'une nappe liquide conique sous l'effet d'un jet de gaz à haute vitesse (d'après (German, 1994) et (Dunkley, 1998))

Ce modèle de désintégration en trois étapes présente des points communs avec l'étude de la stabilité du cordon liquide lors de la fusion sélective par laser d'un lit de poudre à la vitesse de

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

balayage V qui sera abordée dans le Chapitre VI, ainsi qu'avec la génération de particules de fort diamètre qui sera abordée au Chapitre IV et au Chapitre VI.

Les gouttelettes se solidifient ensuite durant leur chute jusqu'au fond de la tour d'atomisation où elles sont récupérées. Dans le cas où le fluide utilisé est un liquide (atomisation à l'eau par exemple), les poudres doivent être séchées avant d'être utilisées. Typiquement, les particules des poudres atomisées au gaz sont de forme sphérique et de diamètre de l'ordre du micron à quelques centaines de micromètres (cf. Figure III-6). Le diamètre initial du jet liquide en sortie de buse (d_0) et la vitesse du fluide (v_g) rendent compte des différents régimes de pulvérisation. Ces régimes se distinguent selon que la rupture ait lieu en raison des instabilités capillaires ou en raison des perturbations induites par les forces hydrodynamiques. Ils conditionnent par ailleurs la taille des particules de poudre obtenues (Gomez, et al., 2012). Typiquement, la vitesse d'un gaz dans un atomiseur est de l'ordre de Mach 1 à Mach 3 (soit entre 1224 et 3672 km/h) et la pression dans la chambre d'atomisation est comprise entre 0,5 et 4 MPa (Dunkley, 1998).

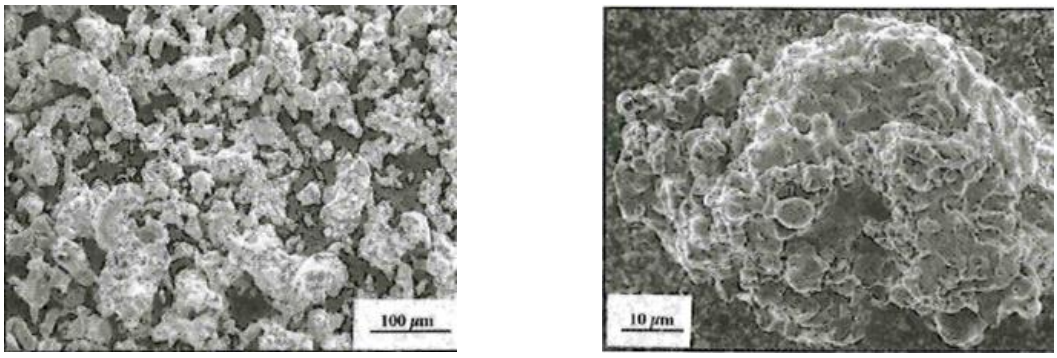


Figure III-5 : Particules non sphériques issues d'une poudre d'acier inoxydable atomisée à l'eau (à gauche) et poudre de fer après atomisation à l'eau, réduction par hydrogène et broyage (à droite) (German, 1994)

Il existe également d'autres types d'atomiseurs, appelés atomiseurs centrifuges, qui génèrent les gouttelettes par rotation d'un disque sur lequel coule le métal fondu ou par la rotation d'une anode constituée du matériau à atomiser (cf. Figure III-7). Il s'agit des méthodes communément appelées "plateau tournant" et "électrode rotative". D'un équilibre entre la force centrifuge et la force capillaire (liée à la tension de surface), la taille des particules (d_p) peut être prédite par l'Eq III-5 où ω est la vitesse angulaire du disque tournant, R est le rayon du disque tournant et C une constante proche de 6. La désintégration du métal en gouttelettes peut aussi être induite par dépression de la chambre d'atomisation (cf. Figure III-8). D'autres méthodes utilisent les vibrations (systèmes dits ultrasoniques) ou les forces coulombiennes (systèmes dits électrostatiques) appliquées au métal fondu pour atteindre la rupture et la désintégration du filament liquide (Gomez, et al., 2012).

$$d_p = \sqrt{\frac{C \cdot \sigma_{lg}}{\rho_m \cdot \omega^2 \cdot R}} \qquad \textbf{Eq III-5}$$

Plusieurs types de défauts peuvent se retrouver dans une poudre brute d'atomisation. Parmi les plus fréquemment rencontrés se trouvent les gaz occlus. Ces défauts sont liés au piégeage du gaz utilisé pour l'atomisation dans la particule lors de sa solidification, entraînant ainsi une porosité (interne ou débouchante) dans les particules de poudre (cf. Figure III-23 et Figure III-31).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Typiquement, pour une atomisation de poudre métallique, les porosités intraparticulaires sont de l'ordre du pourcent et leur taille peut aller du micron à plusieurs dizaines de micromètres. On peut noter que la probabilité de trouver une porosité de gaz occlus est plus forte dans les particules de grande taille. On peut également trouver dans la poudre des scories de métal pouvant atteindre plusieurs centaines de microns (cf. Figure III-9) qui sont des résidus du début de l'écoulement du jet de métal liquide qui n'ont pas été pulvérisés par le jet de gaz haute vitesse. On peut aussi observer des satellites et *splats* (cf. Figure III-23 et Figure III-31). Les satellites correspondent à de petites particules solidifiées s'incrustant dans de plus grosses en cours de solidification. Les *splats* quant à eux correspondent à des particules liquides venant s'étaler sur des particules solidifiées. L'origine de ces défauts provient la plupart du temps d'une mauvaise maîtrise des paramètres opératoires et notamment de la présence de turbulences du gaz en sortie de buse (German, 1994). Enfin, on peut également trouver des agglomérats de particules (cf. Figure III-10) qui peuvent être maintenues entre elles par différents facteurs (forces électrostatiques, humidité, frittage ou fusion partielle entre les particules, etc.).

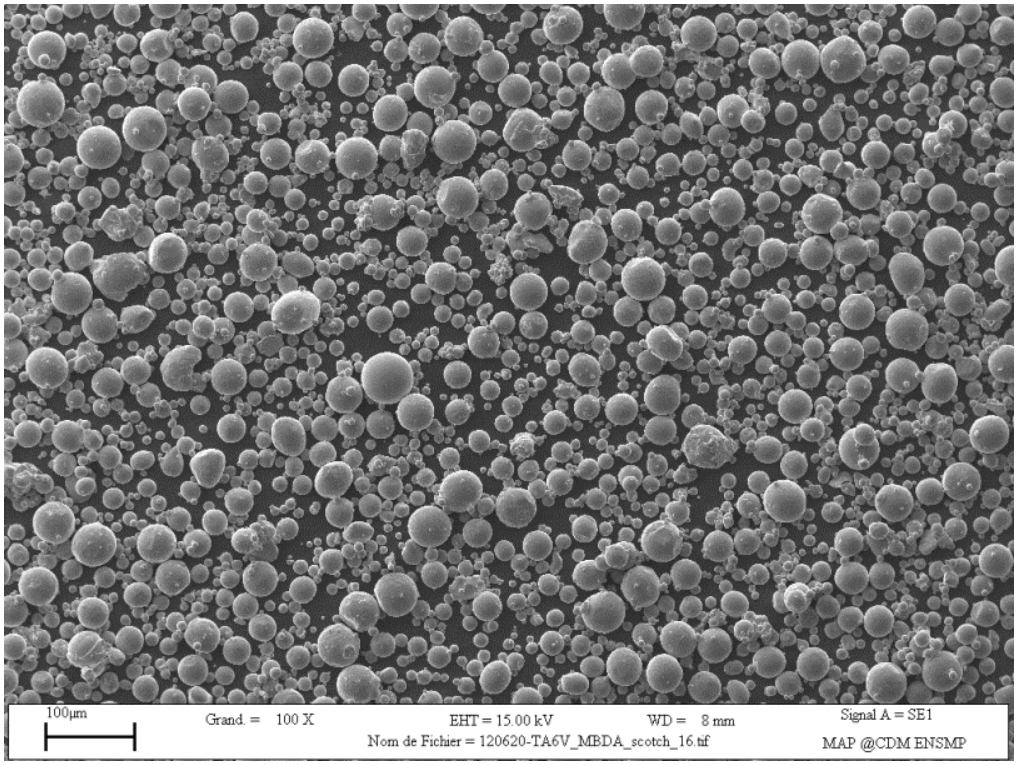


Figure III-6 : Poudre de TA6V atomisée et séparée par tamisage

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

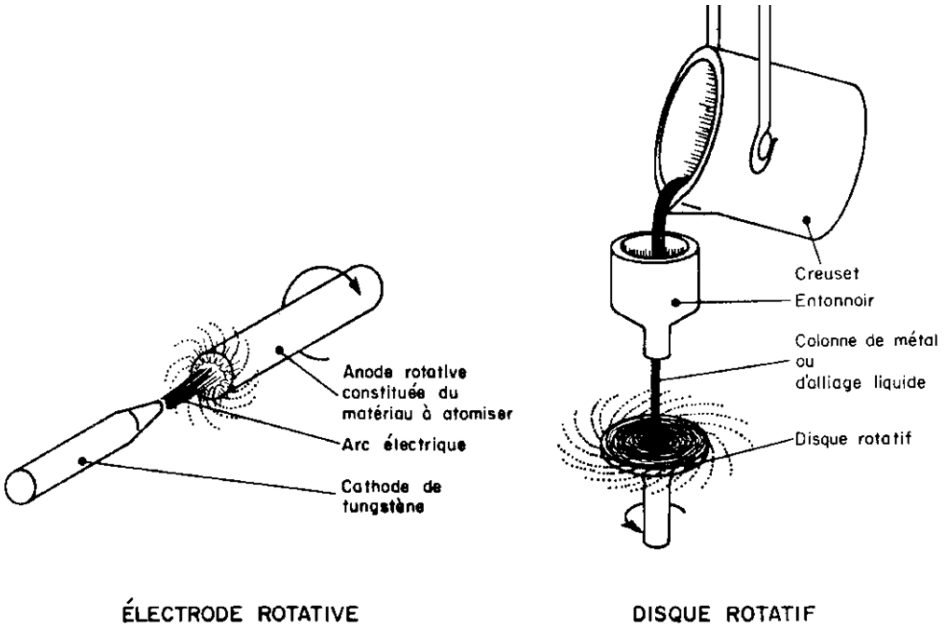


Figure III-7 : Schématisation de procédés d'atomisation centrifuge (Masounave, et al., 1987)

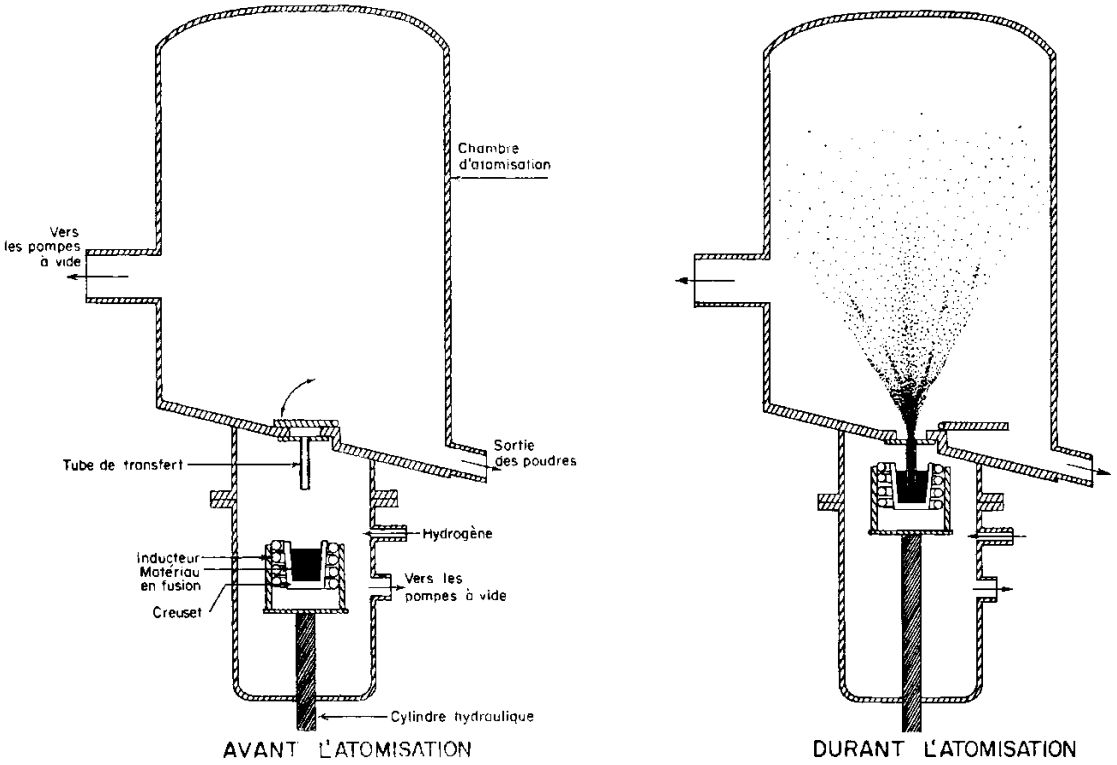


Figure III-8 : Schématisation de l'atomisation par dégazage d'hydrogène avant et pendant atomisation (Masounave, et al., 1987)

Une bonne maîtrise du procédé d'atomisation de la poudre permet d'obtenir des répartitions granulométriques assez fines, toutefois, la poudre est le plus souvent triée avant utilisation. Ce tri permet d'une part d'éliminer d'éventuels défauts de fabrication (scories, résidus de mauvais régime de pulvérisation, etc.). Généralement, ce tri peut se faire par des opérations de tamisage qui permettent

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

couper en deux un lot de poudre en séparant les particules en fonction de leur diamètre par rapport à la taille des mailles du tamis. Ainsi, il est possible de ne garder que les particules inférieures ou supérieures à une certaine taille. Au fil d'autres tamisages à des tailles de maille différentes, il est possible d'obtenir une poudre dont le diamètre des particules est centré sur une valeur choisie. Concrètement, un tel tri ne permet pas d'obtenir une poudre dont les particules sont strictement inférieures ou supérieures à la dimension du tamis. Il peut se trouver des cas où des particules plus petites que les mailles sont retenues et où de plus grandes peuvent passer pour des raisons décrites dans la section III.2.3.1.

Une autre méthode pour séparer des particules de poudre suivant leur taille consiste à utiliser un jet de gaz pour maintenir en l'air les particules dont le poids est compensé par les forces de frottement du fluide définies par la loi de Stokes (cf. Eq III-6) : il s'agit de l'élutriation. Les paramètres de l'Eq III-6 sont : la viscosité dynamique du gaz (η_g), le rayon (r_p) et le diamètre (d_p) de la particule sphérique, la vitesse de la particule sphérique en déplacement dans le gaz (v_p), la masse volumique du métal constitutif de la particule (ρ_m) et l'accélération de la pesanteur (g). Selon la vitesse du gaz dans l'élutriateur, les particules dont la masse est suffisamment faible sont maintenues en suspension. Dans le cas d'un matériau homogène, la taille des particules est directement proportionnelle à leur masse ce qui permet alors de séparer les particules en fonction de leur taille. Encore une fois, un tel système ne permet pas de différencier les particules selon leur forme (une particule sphérique pouvant avoir la même masse qu'une particule très allongée et fine).

$$\frac{4}{3}\pi \cdot {r_p}^3 \cdot \rho_m \cdot g = 6\pi \cdot \eta_g \cdot r_p \cdot v_p \quad \text{(Eq III-6 a)}$$

$$d_p = 2r_p = \sqrt{\frac{18\eta_g \cdot v_p}{\rho_m \cdot g}} \quad \text{(Eq III-6 b)}$$

Eq III-6

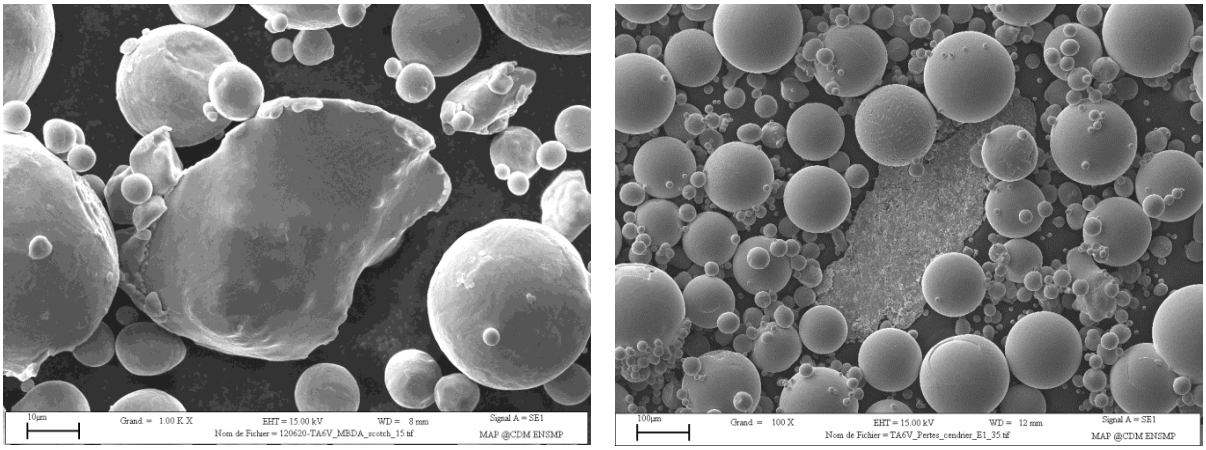


Figure III-9 : Scories présentes dans la poudre de TA6V provenant de l'atomisation au gaz

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

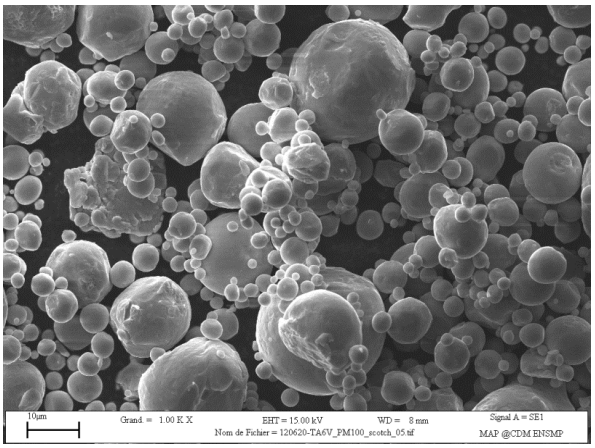


Figure III-10 : Agglomérat de petite taille présent dans de la poudre atomisée de TA6V

III.1.3 Autres voies d'élaboration des poudres

L'atomisation n'est pas le seul procédé permettant de transformer un matériau en poudre. Les voies chimique et électrochimique amènent généralement à l'obtention de poudres élémentaires très pures. Ces poudres peuvent être obtenues par réduction d'oxydes ou de solutions aqueuses par un réducteur gazeux (H_2) ou liquide, ou précipitation de solides métalliques à partir de solutions liquides (ou de gaz), éventuellement par le biais d'une cellule électrolytique (cf. Figure III-11). Différents exemples sont donnés ci-dessous (où Me correspond à l'élément métallique considéré) :

- réduction d'oxydes solides par un réducteur gazeux : $MeO_{(s)} + H_{2(g)} \rightarrow Me_{(s)} + H_2O_{(g)}$;
- réduction de solutions aqueuses par un réducteur gazeux : $2\ Me^{n+}_{(aq)} + n\ H_{2(g)} \rightarrow 2\ Me_{(s)} + n\ H^{+}_{(aq)}$;
- réduction par le sodium liquide d'halogénures métalliques (sels portés à l'état liquide) sous atmosphère protectrice ;
- réduction de sels métalliques dissous dans l'eau (nitrates, chlorures ou sulfates) par une solution adéquate amenant à la précipitation du métal désiré ;
- réaction à haute température de chlorures, fluorures ou oxydes métalliques très volatiles avec l'hydrogène gazeux ;
- précipitation par réaction chimique ou hydrolyse ($A_{(s)} + B_{(s)} \rightarrow P_{(s)} + R_{(s)}$), les précipités P sont le plus souvent des hydroxydes, des carbonates, des sulfates, des oxalates, etc. très peu solubles dans l'eau ;
- électrolyse (réduction dans laquelle un ion métallique est neutralisé par le courant anodique) : $Me^{n+}_{(aq)} + n\ e^{-} \rightarrow Me_{(s)}$.

Ces méthodes aboutissent à l'obtention de poudres de forme spongieuse caractérisées par de fortes porosités, ce qui leur permet d'offrir de bonnes aptitudes au compactage et au frittage (Taubenblat, 1998). Si les méthodes électrolytiques se prêtent bien à l'obtention de poudres métalliques élémentaires (de fer, de cuivre, de zinc, de nickel, de titane, de zirconium, de tungstène, de molybdène, ou encore de niobium) et les méthodes par réduction d'oxydes également (poudres de fer, de nickel de cobalt, de molybdène, de tungstène, de chrome, de zirconium et même d'uranium), il est également possible de former des poudres de carbures, borures ou nitrures chimiquement par réaction de poudres métalliques avec du graphite, du bore ou de l'azote (Barralis, et al., 2002).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

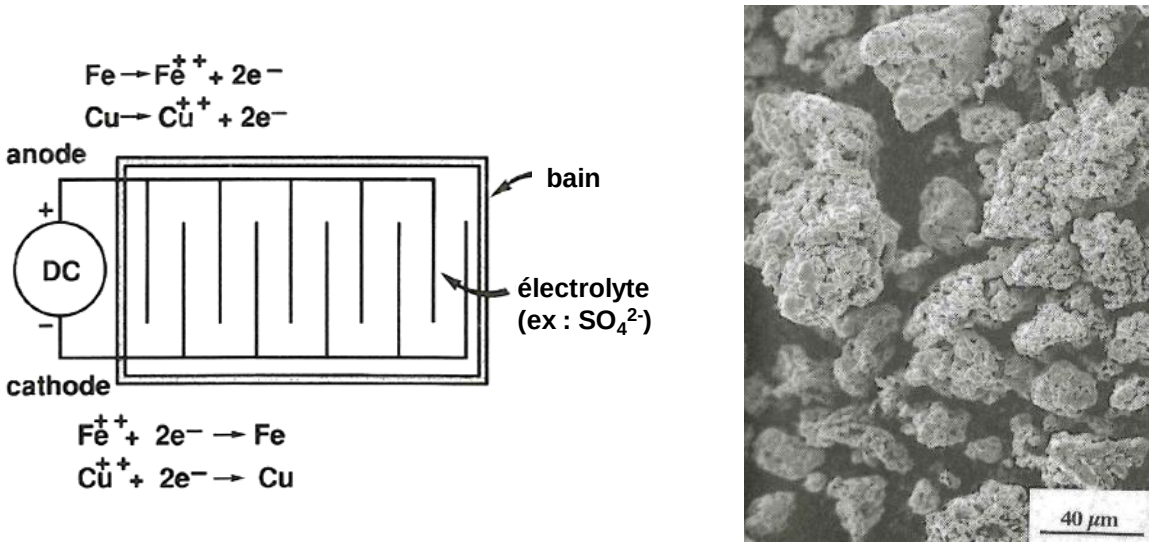


Figure III-11 : Cellule électrolytique permettant la création de poudre (le matériau brut contenant du fer ou du cuivre étant décomposé à l'anode et les ions précipitant à la cathode) et aspect spongieux d'une poudre de cuivre ainsi obtenue (d'après (German, 1994))

Il existe enfin une autre grande famille de procédés d'élaboration des poudres qui consiste à appliquer une force mécanique afin de faire passer le matériau brut sous forme granulaire. Le plus basique de ces procédés est la découpe d'un matériau brut qui conduit à la récupération de copeaux (cf. Figure III-13), pouvant être assimilés à une poudre. L'inconvénient d'une élaboration si primaire est le manque de contrôle de la poudre obtenue (forme et taille des particules, contamination, etc.), ce qui implique qu'elle n'est utilisée dans la métallurgie des poudres que pour des matériaux extrêmement durs et réfractaires qu'il est difficile de mettre sous forme pulvérulente par d'autres moyens (German, 1994). Une autre méthode couramment utilisée est le broyage de poudres (à sec ou en milieu humide). Elle consiste en le broyage d'un matériau par des billes très dures dans une enceinte tournante aussi appelée tambour ou jarre (cf. Figure III-12). Ce procédé se prête plus généralement à la fabrication de poudres de matériaux fragiles (carbures, nitrures, borures, intermétalliques, etc.) offrant alors des particules de forme irrégulière et anguleuse. Dans le cas de matériaux ductiles, l'efficacité du procédé chute (jusqu'à atteindre quelques pourcents seulement) à cause du fait que les particules déformables vont se coller entre elles au lieu de se fracturer en particules plus fines (German, 1994). Il est toutefois possible d'obtenir avec des matériaux ductiles (tels que Y, Th, U, Ti, Zr, Hf, Nb, et Ta) le même résultat qu'avec des matériaux fragiles en effectuant une hydruration du matériau afin d'obtenir la fragilité nécessaire, puis en déshydrurant (en chauffant sous vide à haute température) la poudre obtenue après broyage (cf. Figure III-13). Les matériaux présentant une transition ductile/fragile en dessous de 0°C peuvent également être mis sous forme de poudre par broyage dans l'azote liquide. On peut également noter que cette technique du broyage permet d'obtenir des mélanges de poudre très homogènes et qu'elle est souvent utilisée pour désagglomérer des poudres brutes de fabrication.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

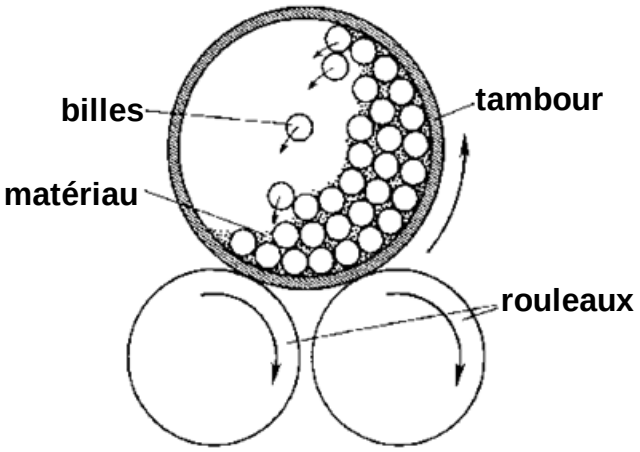


Figure III-12 : Schématisation du procédé de broyage (d'après (German, 1994))

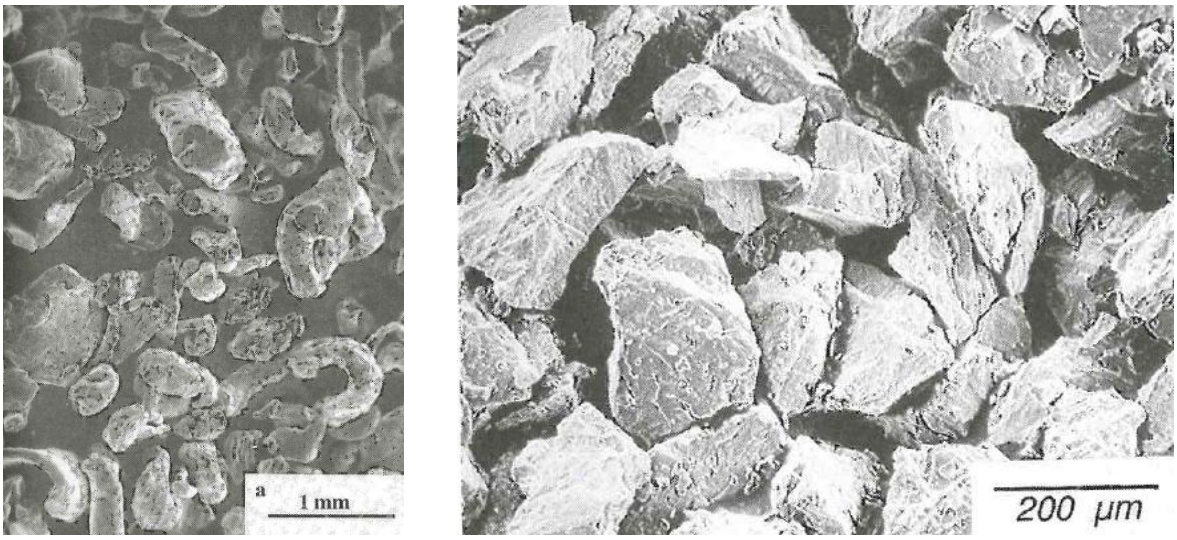


Figure III-13 : Poudre d'aluminium obtenue par découpe (à gauche, (German, 1994)) et poudre de titane de forme angulaire obtenue par hydruration, broyage et déshydruration (à droite (Moll, et al., 1998))

Comme il a été dit ci-dessus, la métallurgie des poudres ne se limite pas à l'utilisation de poudres élémentaires. Obtenir une poudre alliée par la métallurgie des poudres peut se faire par différentes techniques dont la plus simple est le mélange au turbula de poudres élémentaires. Cependant, d'autres voies d'élaboration existent, comme la mécanosynthèse (cf. Figure III-14). Le principe de cette technique est de cobroyer un mélange constitué de l'élément de base (particules de grande taille) et des éléments d'addition (particules de petite taille) en présence ou non d'agents organiques, ce qui, au fur et à mesure du broyage va entraîner le microforgeage des particules de nature différente les unes dans les autres, conduisant à l'obtention d'une poudre très homogène. Les phénomènes de diffusion des éléments d'addition au sein de l'élément de base étant favorisés par le fort taux d'écrouissage, il est possible de remettre en solution solide des éléments d'alliages, voire de former des précipités (Barralis, et al., 2002).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

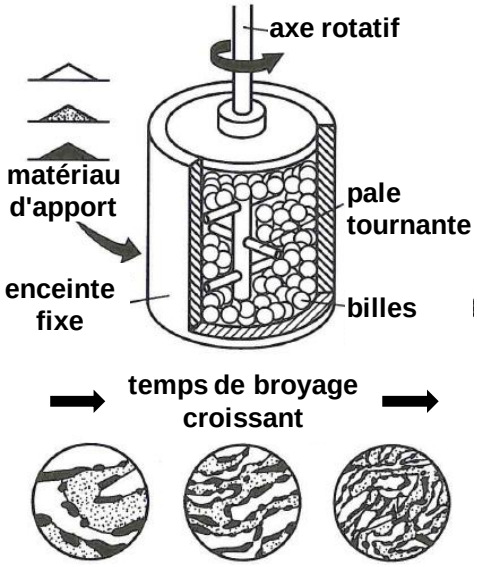


Figure III-14 : Schématisation du procédé de mécanosynthèse (d'après (German, 1994))

D'autres méthodes d'élaboration de poudres existent également pour permettre de travailler sur des alliages ou des matériaux composites à renforts particulaires (cf. Figure III-16). On peut utiliser des particules de poudre revêtues par voie chimique (par exemple par CVD pour *Chemical Vapor Deposition*) ou physique (par exemple par PVD pour *Physical Vapor Deposition*), des poudres pré-alliées par incrustation ou malaxées par mécanosynthèse avec une poudre de même dimension ou de taille très différente, voire une combinaison de différentes techniques (revêtement d'une poudre malaxée par exemple). Il est également possible d'obtenir des macroparticules de poudre en agglomérant de plus petites particules de composition différentes au moyen d'un liant (cf. Figure III-15). Ces macroparticules de poudre demandent l'élaboration d'une barbotine qui doit être atomisée et séchée (procédé de *spray-drying*). Elles peuvent éventuellement être densifiées par frittage au four ou à la flamme.

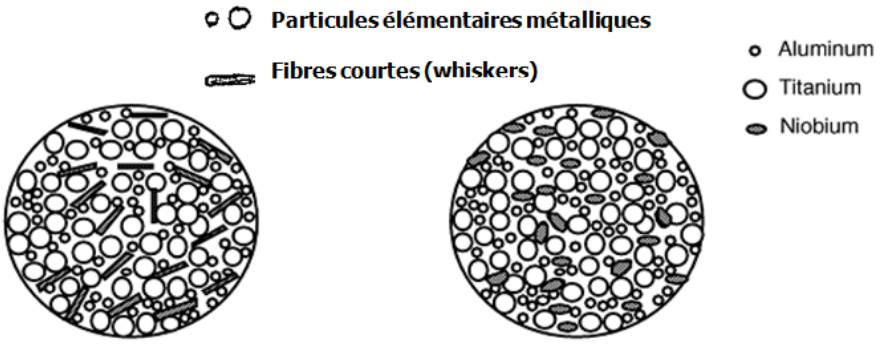


Figure III-15 : Poudres composites agglomérées pour l'élaboration d'un CMM Ti-Al renforcé par fibres courtes ou particules de Nb d'après (Armines, et al., 2013)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

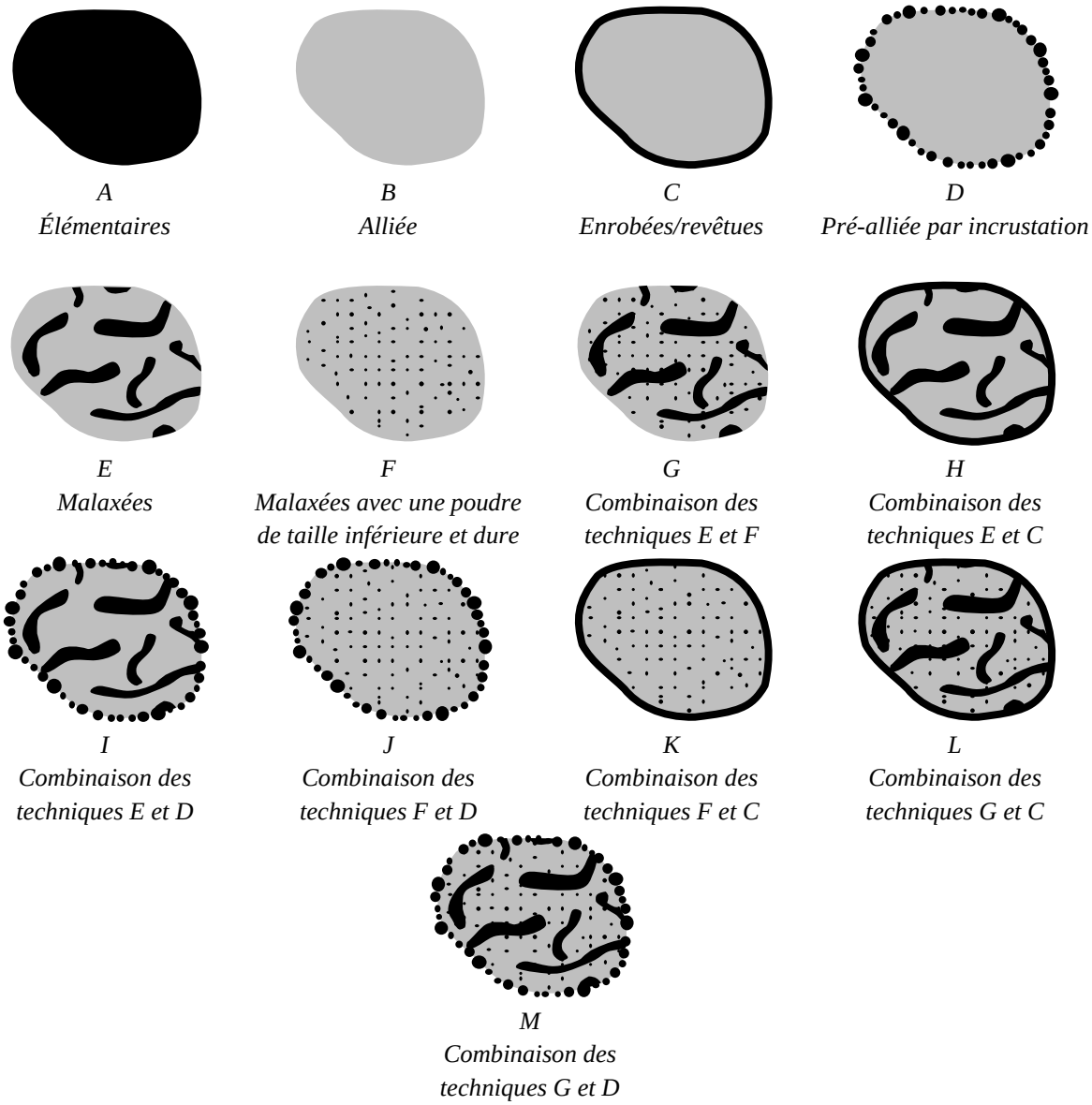


Figure III-16 : Différents types de poudres utilisables en métallurgie des poudres (d'après (Masounave, et al., 1987) et (Armines, et al., 2013))

III.2 Cahier des charges des poudres adaptées au SLM

Comme il a été décrit dans le Chapitre I, les procédés de prototypage rapide et de fabrication directe peuvent utiliser différents matériaux (métaux, polymères, céramiques), sous différentes formes (fil, poudre, solution photosensible, etc.). Le projet FALAFEL vise à développer et industrialiser deux techniques de fabrication directe que sont les procédés SLM et DMD qui utilisent de la poudre comme matière première. Les axes du projet FALAFEL sont de travailler sur différents alliages métalliques à destination du secteur aéronautique et aérospatial, notamment un alliage base titane (TA6V) et un superalliage base nickel (Nimonic 263, aussi appelé C263) décrits dans le Chapitre II. Toutefois, ce projet se penche aussi sur d'autres matériaux tels qu'un alliage à base de molybdène (TZM), un acier de la famille des maraging (Marval X12), un alliage d'aluminium-cuivre-lithium (Al-Cu-Li 2195) et des composites à matrice métallique (CMM) composés d'une matrice de TA6V et de renforts en TiC et TiB.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

III.2.1 Objectif des spécificités demandées à la poudre

III.2.1.1 Spécificités chimiques

Il parait difficilement concevable d'obtenir une pièce finale de qualité si elle est réalisée à partir d'un matériau de base de mauvaise qualité. C'est pourquoi des spécifications ont été émises et fournies aux élaborateurs des poudres afin de s'assurer que le matériau initial réponde déjà aux qualités désirées en termes de composition.

En effet, les normes aéronautiques imposent souvent des seuils à ne pas dépasser afin que la pièce puisse être avionable. Par exemple, dans le cas du TA6V, un taux d'oxygène dissous supérieur à 2000 ppm en masse ne permet pas la certification de la pièce (Eylon, et al., 1990). Ceci est aussi vrai pour d'autres matériaux, comme l'Inconel 718 (superalliage base nickel très largement répandu dans l'industrie aéronautique et aérospatiale) dont le taux admissible en oxygène dissous est de 180 ppm. Bien que des précautions soient prises lors de la manipulation et du stockage de la poudre, il existe toujours un risque de contamination que ce soit à cause d'une mise en contact avec l'oxygène de l'air ou avec l'humidité. On peut donc supposer sans trop s'avancer que la pièce finale aura une concentration plus élevée en impuretés que la poudre ayant servi à la fabriquer.

Le premier objectif du cahier des charges poudre défini dans le cadre du projet est de clarifier les compositions chimiques attendues. Le stockage de la poudre (durant son transport également) pouvant nettement influer sur sa contamination, des spécificités quant aux conteneurs utilisés ont également été définies.

III.2.1.2 Spécificités granulométriques

Même s'ils se recoupent sur de nombreux points (fusion de poudre, fabrication couche par couche, utilisation d'un laser comme source de puissance, etc.), les procédés SLM et DMD n'en restent pas moins assez différents. Le premier nécessite d'étaler la poudre sous forme de lits superposés afin de bâtir la pièce tandis que le second la projette sur un substrat (ou une pièce déjà existante) comme décrit dans le Chapitre I. Le procédé DMD n'est donc pas soumis aux problématiques liées au lit de poudre et à son étalement. Dès lors, à mise en œuvre différente, spécificités différentes pour un même matériau.

La poudre utilisée en DMD doit présenter une bonne coulabilité afin de ne pas colmater les tuyaux et les buses de projection. De ce fait sa granulométrie est généralement importante (de l'ordre de 45–150 µm pour le diamètre des particules). La poudre SLM quant à elle est généralement plus fine (5–50 µm habituellement), ce qui permet au procédé d'obtenir des épaisseurs de couche nettement plus fines qu'en DMD (typiquement de l'ordre de 30–50 µm contre 500–1500 µm). En effet, comme il a été précisé au Chapitre I, le procédé SLM présente une résolution beaucoup plus grande du fait d'un diamètre de spot laser (Φ_l) bien plus petit et de vitesses de balayage (V) beaucoup plus grandes permettant d'obtenir des tailles de bain liquide de plus petites dimensions, notamment en ce qui concerne la hauteur de zone refondue (H_{ZR}). Plus la taille du bain est petite, plus la précision géométrique des pièces peut être grande. Cependant la hauteur de zone refondue conditionne l'ancrage d'une couche consolidée sur la couche précédente. Si cette hauteur est trop petite comparée à la hauteur de couche consolidée (ΔZ_{piston}), la refusion peut-être partielle ou inexistante, ce qui entraine un mauvais ancrage de la couche voire aucun ancrage du tout.

Si le rapport $H_{ZR}/\Delta Z_{piston}$ est trop faible, la pièce comportera au mieux une très grande quantité de défauts (porosités, manques de matière) et au pire entraînera un blocage du système de mise en couche, arrêtant de ce fait la fabrication en cours. En effet, comme il a été dit dans le Chapitre I, certains systèmes de mise en couche sont plus sensibles aux défauts que d'autres. Si le rapport

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

$H_{ZR}/\Delta Z_{piston}$ est nul, il n'y a pas de refusion de la couche en cours avec la couche précédemment solidifiée ; la couche en cours "flotte" alors sur le lit de poudre et risque d'être déplacée ou entraînée jusqu'au cendrier lors de la mise en couche suivante. Dans tous les cas, la pièce finale ne peut pas être qualifiée comme telle car elle ne consiste qu'en une succession de tranches (suivant le fichier CAO) non jointives et présentant un état de surface médiocre.

Dans le cas d'une paramétrie de fabrication stable, le lasage ne se fait pas sur une couche de poudre d'épaisseur (ΔZ_{poudre}) supérieure à la hauteur du bain ($H_{ZR}/\Delta Z_{piston} < 1$) sauf dans le cas des contre-dépouilles, c'est-à-dire lorsque la géométrie de la pièce impose le lasage de portions du lit de poudre non soutenues par une couche précédemment solidifiée. Ceci entraîne des instabilités de type Rayleigh-Taylor (RT) ayant pour conséquence un très mauvais état de surface des zones en contre-dépouille (Chivel, et al., 2011), (Chivel, 2013). Ces problèmes sont généralement limités par l'utilisation de supports lasés reliés au substrat (ou éventuellement à la pièce elle-même) et destinés à être enlevés aisément lors de la récupération de la pièce en fin de fabrication.

Rappelons que la hauteur de couche consolidée et la hauteur de poudre étalée sont différentes. En régime permanent (*i.e.* au bout d'une dizaine de couches), la hauteur de couche consolidée correspond à ΔZ_{piston} tandis que la hauteur de poudre étalée ΔZ_{poudre} est environ égale à $2*\Delta Z_{piston}$. Le Chapitre V reviendra plus en détail sur cette notion grâce à un modèle de consolidation bidirectionnel anisotrope (notamment au travers de la Figure V-6).

Le procédé SLM doit donc mettre en œuvre des couches fines, or la dimension maximale des particules de poudre ne peut être supérieure à la hauteur de poudre déposée au risque de voir les particules trop grosses se faire entraîner hors de la zone de fabrication par le système d'étalement, ce qui peut entraîner des problèmes d'homogénéité du lit de poudre, voire des blocages du système de mise en couche. D'autre part, il a été montré que la qualité de la poudre influe grandement sur la qualité de la pièce finale. Épaisseur minimum des parois, rugosité de surface, homogénéité du lit de poudre (influant sur la présence de porosités dans la pièce finale suite à des manques de matière) sont autant de propriétés conditionnées par la poudre (Maisonneuve, 2008).

Bien que l'on puisse s'attendre à de fortes similitudes entre deux machines de SLM ou de DMD, chacune a été calibrée et certifiée par son constructeur sur la base d'une poudre d'un matériau précis et d'une granulométrie précise. Ainsi, par exemple, la machine PM100 de Phénix Systems du Centre des Matériaux est certifiée constructeur pour un travail sur poudre d'Inox 316L inférieure à 10 µm qui est plus fine que celle pour laquelle la machine TrumaForm LF 250 de Trumpf appartenant à Poly-Shape est calibrée. Bien entendu, le paramétrage de ces machines n'est pas totalement fermé et il est possible de jouer sur la paramétrie de fabrication (et donc sur ΔZ_{piston}), ce qui permet l'utilisation d'autres poudres et d'autres matériaux. Toutefois, les expériences des propriétaires de machines les ont amené à ne travailler que dans une gamme de granulométrie donnée.

Le second objectif du cahier des charges poudre est de définir clairement la granulométrie des lots attendus en fonction non seulement du procédé auquel ils sont destinés, mais aussi de la machine qui sera chargée de leur utilisation.

III.2.2 Récapitulatif des spécificités requises

L'ensemble des spécificités requises pour la poudre a fait l'objet d'un livrable pour le projet baptisé FALAFEL_L2-1-1_SPECIFICATIONS_POUDRES (FALAFEL, 2011).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

III.2.2.1 Poudre C263

La poudre de Nimonic 263 doit respecter la composition chimique fournie dans le Tableau III-1 tirée de la norme. Il est spécifié par ailleurs qu'il ne faut pas dépasser les niveaux maximum des constituants.

Élément	Ni	Cr	Co	Mo	Ti	Fe	Si	Mn	Al	Cu	C	Zr	B	Autres
Comp. nominale	Bal.	19–21	19–21	5,6–6,1	1,9–2,4	0,7 max	0,4 max	0,2–0,6	0,3–0,6	0,2 max	0,04–0,08	0,02 max	0,001 max	0,01 max

Tableau III-1 : Composition chimique (% massique) de la poudre C263 demandée dans le cadre du projet FALAFEL

III.2.2.2 Poudre TA6V

La poudre TA6V doit respecter la composition chimique fournie dans le Tableau III-2 proche de celle définie par la norme, mais dont le taux d'oxygène a été revu à la baisse afin de laisser une marge permettant d'accommoder la très probable contamination lors du lasage des pièces.

Élément	Ti	Al	V	Fe	O	C	N	H	Y
Comp. nominale	Bal.	5,50–6,75	3,5–4,5	0,3 max	0,08 max	0,08–0,10	0,05–0,07 max	≤ 0,0125	≤ 0,005

Tableau III-2 : Composition chimique (% massique) de la poudre TA6V demandée dans le cadre du projet FALAFEL

III.2.2.3 Granulométries souhaitées des poudres

Les granulométries souhaitées sont indépendantes du matériau considéré. Elles sont récapitulées dans le Tableau III-3, de même que le taux maximal de porosité intraparticulaire ($P_{t,intra}$) et la taille maximale des porosités souhaitées. Il est également précisé dans le cahier des charges que la poudre doit être livrée dans des pots métalliques contenant 10 kg de poudre sous atmosphère protectrice d'argon, peu importe le matériau et la machine à laquelle elle est destinée.

Machine	d_{10} µm	d_{50} µm	d_{90} µm	$P_{t,intra}$ %	Taille max des défauts µm
MAGIC LF 6000 (IREPA Laser)	45 ± 5	75 ± 5	115 ± 5	< 1	1–3
Optomec LENS 850 R (STAMP)	40 ± 10	60 ± 10	75 ± 5	< 1	1–3
Trumpf LF 250 (Poly-Shape)	10 ± 2	30 ± 5	45 ± 5	< 1	1–3
Phénix PM100 (Centre des Matériaux et ENISE)	5 ± 1	10 ± 1	20 ± 1	< 1	1–3

Tableau III-3 : Granulométries souhaitées suivant les machines utilisées

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

III.2.3 Méthodes de vérification de la poudre lors de sa réception

Les techniques de quantification de la composition d'un matériau sont répandues et connues dans le monde de la recherche et ne seront donc pas abordées dans cette partie. Toutefois, le cahier des charges poudres définit également la répartition granulométrique des lots de poudre et le taux de porosité autorisé. Les méthodes permettant de caractériser ces grandeurs seront décrites ci-dessous.

III.2.3.1 Granulométrie

Il existe plusieurs méthodes pour déterminer la granulométrie d'une poudre. La plus simple consiste à observer la poudre de visu que ce soit à l'œil nu, au microscope optique (MO) ou encore au microscope électronique à balayage (MEB) en fonction de ce que l'on souhaite observer. La poudre peut être soit déposée en vrac sur un scotch carboné double face, soit enrobée et polie. Le problème d'une observation sur poudre enrobée et polie est que le diamètre des particules observées n'est pas forcément le diamètre réel de la particule, du fait que l'observation de l'échantillon ne se fasse que sur le plan de polissage (cf. Figure III-17). Une telle observation ne peut pas mener à une quantification précise et n'est pas représentative de la granulométrie d'une poudre. L'observation de poudre scotchée n'est pas sujette à ce problème, mais une légère dépréciation des diamètres des particules est à craindre en fonction de la profondeur de champ dans le cas d'une observation optique.

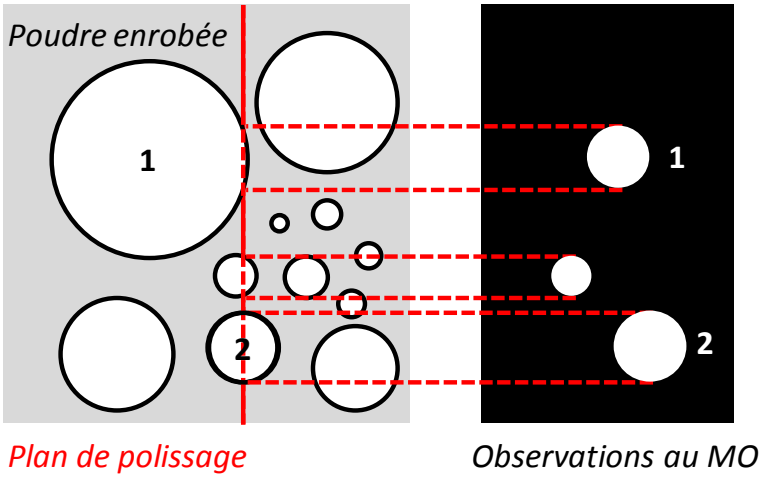


Figure III-17 : Mésestimation de la taille des particules lors de l'observation de poudres enrobées et polies (la particule 1 étant en réalité bien plus grande que la particule 2)

La mesure de la granulométrie d'une poudre peut également s'effectuer par tamisage. Le principe est simple et consiste à faire passer un lot de poudre successivement au travers de tamis de tailles de maille de plus en plus petites. Chaque tamis retient ainsi les particules de taille supérieure à sa maille, laissant passer les particules plus petites et sépare alors en deux la poudre qui le traverse. On peut alors quantifier la masse de poudre dont les particules sont supérieures aux tailles définies par les tamis. Cette méthode de mesure de la distribution en taille n'est pas très coûteuse, mais présente les inconvénients d'être longue et peu précise à la différence de la mesure par granulométrie laser. En effet, les classes de taille par lesquelles sera définie la poudre ont une résolution dépendant des tailles des tamis, qui sont généralement normées : (ISO, 1990), (ISO, 2012) pour l'international et (ASTM International, 2013) pour les États-Unis. La granulométrie par tamisage se prête plus à la détermination des tailles de particules sphériques qu'aux autres formes. En effet, il est possible que des particules oblongues (comme celle présente dans la Figure III-23) puissent, si elles se présentent avec le bon angle, traverser le tamis bien que leur longueur soit supérieure à la taille de maille (la particule

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

citée précédemment pourrait traverser un tamis de 20 µm alors qu'elle est longue de plus de 60 µm). À l'inverse, de petites particules peuvent être retenues à de plus grosses (par des forces électrostatiques par exemple) et ne pas traverser le tamis, mais se décrocher plus tard. D'autre part, au fil de leur utilisation, il est possible que des défauts apparaissent dans les tamis (déchirures, déformations des mailles), ce qui peut entraîner le passage de particules plus grosses et donc des erreurs de mesure. Ajoutons aussi que cette méthode de mesure ne donne accès qu'à une répartition granulométrique en fraction massique de la poudre. La conversion de ces résultats en fraction volumique ne se prête bien qu'aux matériaux de masse volumique constante et homogène entre les particules (poudre élémentaires ou pré-alliées) et ne convient donc pas aux mélanges de poudres.

Il existe également des mesures optiques pour déterminer la granulométrie d'une poudre. Certaines sont basées sur la visualisation directe des particules en chute libre dans un gaz (Pirard, 2001), tandis que d'autres utilisent la diffraction d'un faisceau laser par les particules dans un fluide (gaz ou liquide) pour remonter à leur diamètre équivalent en s'appuyant sur les théories de Fraunhofer et de Mie (Chatelet, 1996). Ces méthodes présentent l'avantage de pouvoir traiter beaucoup plus rapidement un plus grand nombre de particules qu'il n'est possible de traiter par tamisage ou analyse d'images d'une poudre scotchée ou enrobée. Si l'observation directe des particules permet de visualiser leur forme (et donc de la quantifier en introduisant par exemple un facteur de sphéricité), cette donnée est inaccessible par diffraction laser. En effet, pour cette dernière, l'angle avec lequel le faisceau laser est diffracté permet de remonter par des modèles mathématiques au diamètre équivalent de la particule analysée, c'est-à-dire au diamètre qu'aurait la particule si elle était sphérique. Les méthodes optiques se prêtent à tout type de poudre (qu'elle soit mélangée ou non) et elles permettent de déterminer la fraction volumique de l'échantillon appartenant à une classe de taille donnée (à l'inverse du tamisage qui détermine des fractions massiques). On définit communément 3 valeurs pour quantifier une distribution en taille des particules, à savoir d_{10}, d_{50} et d_{90}, correspondant aux diamètres équivalents pour lesquels respectivement 10 %, 50 % et 90 % en volume des particules analysées présentent un diamètre inférieur. Il est possible par un calcul simple de remonter du pourcentage en volume de particules d'une classe de taille donnée à son pourcentage en nombre de particules en les assimilant à des sphères de diamètre équivalent correspondant à cette même classe de taille. On peut noter comme sur la Figure III-29 qu'un faible volume de particules de petite taille représente un très grand nombre de particules. À l'inverse quelques grosses particules de grande taille suffisent à occuper une grande fraction volumique de l'échantillon.

III.2.3.2 Porosité de la poudre et du lit de poudre

III.2.3.2.a Porosité de la poudre

Afin de connaître la porosité fermée (P_f) d'un corps solide, il est possible d'appliquer plusieurs techniques. Une des plus fréquemment utilisées du fait de la facilité de sa mise en œuvre et de son faible coût est la méthode des deux pesées qui consiste à comparer le poids du corps plongé dans deux fluides de masses volumiques différentes (l'air et généralement l'éthanol ou l'eau additionnée d'un agent mouillant). Son utilisation pour la détermination de la porosité intraparticulaire d'une poudre présente deux inconvénients majeurs :

- sa résolution de mesure est de l'ordre du pourcent, or les taux de porosité susceptibles d'être trouvés dans une poudre métallique atomisée au gaz sont de cet ordre ;
- la petite taille de certaines particules de poudre entraîne leur flottaison dans l'eau (à cause des phénomènes de tension de surface), ce qui conduit à des résultats erronés.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Afin de connaître précisément la porosité intraparticulaire (ou porosité fermée) des particules de poudre, il est possible d'effectuer des mesures de masse volumique par pycnométrie à hélium (AFNOR, 2011). Cette méthode consiste à mesurer la différence de pression d'hélium entre une chambre de mesure vide (de volume calibré) et la même chambre contenant un échantillon (de masse connue), ce qui permet ainsi de mesurer précisément le volume de l'échantillon et donc de déduire sa masse volumique. Cette méthode permet de déterminer un taux de porosité fermée de l'ordre de 0,01 %. La taille des défauts au sein des particules n'est cependant pas accessible par cette méthode. Aussi, connaître la taille et la forme de ces défauts nécessite d'enrober et de polir la poudre afin de l'observer au MO ou au MEB. Enrober une poudre et la polir peut être une technique pour quantifier sa porosité par analyse d'images, mais elle est soumise aux mêmes inconvénients que l'observation des poudres enrobées (cf. section III.2.3.1 et Figure III-17). La pycnométrie à hélium est en revanche une méthode de mesure de la porosité en volume et n'est donc pas affectée par ce problème. Si théoriquement la porosité fermée des particules d'une poudre est indépendante de leur taille, dans la pratique, pour une atomisation au gaz, la probabilité de présence de porosité fermée augmente avec le diamètre des particules.

III.2.3.2.b Porosité du lit de poudre

À l'inverse d'un matériau massif, un lit de poudre est un milieu très poreux. Suivant la manière dont les particules se réarrangent, un lit d'une même poudre peut être constitué de plus ou moins de vide. La densité d'un lit de poudre (par rapport à celle du matériau massif parfaitement dense) se situe aux alentours de 40 % pour la poudre versée et aux alentours de 60 % lorsque la poudre est tassée. Cela correspond donc des porosités de 60 % et 40 % respectivement. Cette porosité totale P_t du lit de poudre provient de deux origines : la porosité intraparticulaire $P_{t,intra}$ et la porosité interparticulaire $P_{t,inter}$. La porosité intraparticulaire correspond à la porosité au sein des particules et est donc indépendante de leur arrangement. Cette porosité provient principalement du procédé d'élaboration de la poudre. Dans le cas d'une poudre atomisée au gaz, elle provient généralement du piégeage du gaz d'atomisation dans les particules de poudre avant qu'elles ne se soient solidifiées (cf. section III.1.2). Comme elle est liée aux particules en elles-mêmes, pour un même lot de poudre, la porosité intraparticulaire ne varie pas, peu importe l'arrangement des particules (poudre versée ou tassée). La porosité interparticulaire quant à elle vient de l'arrangement des particules entre elles : c'est l'espace vide entre les particules du lit de poudre. Cette porosité est indépendante de la porosité intraparticulaire et peut varier pour un même lot de poudre. En effet, lorsqu'elle est versée, l'arrangement entre les particules d'une poudre peut être considéré comme aléatoire. Toutefois si la poudre est tassée (par vibration, compactage ou autre), les particules vont se réarranger à plus ou moins grande distance pour occuper le moins d'espace possible, entraînant une porosité interparticulaire moindre. Ceci est d'autant plus vrai dans le cas d'une poudre de particules non isodimensionnelles (caractérisée par une large distribution en taille ou une répartition granulométrique multimodale) car les petites particules vont pouvoir s'intercaler entre les plus grosses lors du tassement (cf. Figure III-18). Toutefois, dans le cas d'un mélange de deux poudres de même nature constituées chacune de particules sphériques iso-dimensionnelles, la densité relative optimale (D^*) du mélange dépend du rapport de taille des deux poudres et s'opère pour une forte proportion massique X^* de particules de la poudre la plus grosse (cf. Tableau III-4).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Répartition	Nb de taille de poudre	Rapport de taille	Fraction massique de particules, X^*	Densité relative optimale, D^*	P_t (%)
Unimodale	1	-	100	0,64	36
Bimodale	2	7:1	73:27	0,86	14
Trimodale	3	49:7:1	75:14:11	0,95	5
Quadrimodale	4	343:49:7:1	73:14:10:3	0,98	2

Tableau III-4 : Densité relative optimale pour des arrangements de mélanges de poudre iso-dimensionnelles (d'après (German, 1994))

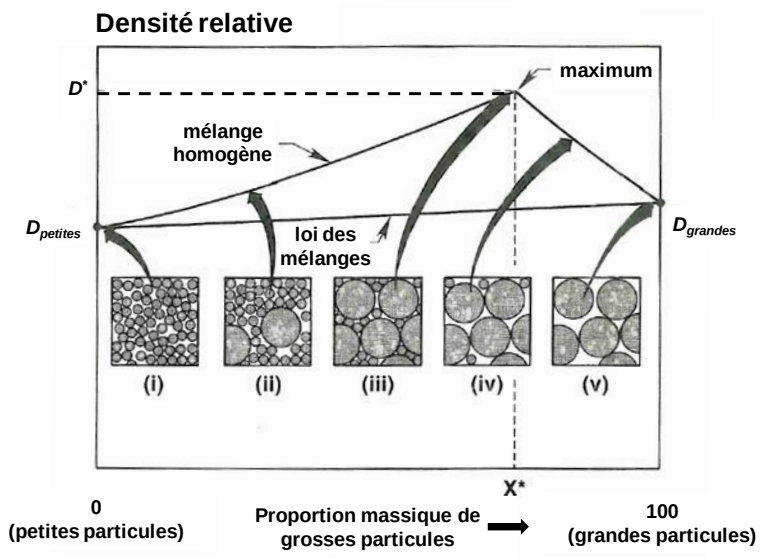


Figure III-18 : Augmentation de la densité relative d'un lit de poudre constitué d'un mélange homogène de deux poudre dont l'une est composée de particules sphériques iso-dimensionnelles d'une petite taille et l'autre d'une grosse taille en fonction de la proportion de particules de fort diamètre (d'après (German, 1994))

La porosité totale d'un lit de poudre est généralement encadrée par celle de la poudre versée ($P_{t,versée}$) et tassée ($P_{t,tassée}$). La porosité versée peut être obtenue par l'utilisation d'un volumètre de Scott (AFNOR, 1993) et la porosité tassée se déduit d'autres d'appareils tels que le Densitap (ASTM International, 2006). Le volumètre de Scott consiste à remplir de poudre une cellule d'un volume calibré en versant de la poudre sur une série de plans inclinés afin de casser ses agglomérats. En pesant la masse de poudre contenue dans la cellule de volume connu remplie à ras bord, on remonte à la masse volumique apparente de la poudre et à sa densité versée (connaissant celle du matériau massif et dense), et donc finalement à sa porosité versée. Une autre méthode plus rudimentaire consiste à verser la poudre dans une éprouvette en verre graduée dont la masse est connue. Il est alors possible d'apprécier le volume de poudre versée en lisant le niveau sur l'éprouvette. Connaissant la masse de poudre introduite, il est alors possible de remonter à la masse volumique apparente de la poudre ($\rho_{versée}$), à sa densité relative versée ($\rho_{r,versée}$) et donc à sa porosité moyennant la connaissance de la densité théorique. En tassant la poudre contenue dans l'éprouvette (par exemple au moyen d'un plateau vibrant) le niveau de la poudre va diminuer jusqu'à se stabiliser. La lecture de ce niveau sur l'éprouvette graduée permet de remonter à la masse volumique apparente tassée ($\rho_{tassée}$), à sa densité relative tassée ($\rho_{r,tassée}$) et par conséquent, à sa porosité tassée. Il s'agit là d'une méthode non

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

normalisée, dont les valeurs sont proches de celles données par les méthodes normales. L'écart entre la porosité versée et tassée reste toutefois le même.

La porosité interparticulaire d'un lit de poudre n'est quant à elle pas mesurable directement. Toutefois, il est possible d'y remonter en connaissant les porosités totale du lit et intraparticulaire de la poudre (Eq III-7). Si la porosité interparticulaire d'un lit de poudre peut être supposée indépendante de la porosité intraparticulaire, ce n'est pas le cas de la porosité totale du lit de poudre qui va augmenter avec elle. La porosité interparticulaire est constante pour un arrangement de la poudre donné (*i.e.* taille et agencement des particules donnés). De même, pour un lit de poudre donné, l'augmentation de la porosité intraparticulaire de la poudre implique une augmentation de la porosité totale du lit de poudre de manière à ce que la porosité interparticulaire décrite par l'Eq III-7 reste inchangée.

$$\boldsymbol{P_{t,inter} = \frac{P_t - P_{t,intra}}{1 - P_{t,intra}}} \qquad \textbf{Eq III-7}$$

La porosité d'un lit de poudre étalé dans une machine SLM est difficile à évaluer avec précision. Toutefois, il est possible de l'encadrer puisque l'étalement entraîne un arrangement des particules moins aléatoire que celui obtenu pour une poudre versée, mais cependant moins compact que celui qu'on peut obtenir en tassant les particules de poudre.

III.3 Caractérisation physico-chimique des poudres utilisées

Différents lots de poudre, destinés au procédé DMD (également étudié dans le cadre du projet FALAFEL) et au procédé SLM sont arrivés auprès des différents partenaires du projet. Du fait de l'importance de la poudre sur la qualité des pièces élaborées par fabrication additive, une étude assez poussée des poudres a été menée afin de vérifier leurs caractéristiques et leur respect du cahier des charges. Si certaines des poudres utilisées pour le procédé DMD sont abordées dans cette section, une attention plus grande sera portée aux poudres destinées au procédé SLM.

III.3.1 Poudre C263

III.3.1.1 Description des lots réceptionnés

La poudre de Nimonic 263 a été commandée auprès de la société espagnole Metallied Powder Solution S.A., désormais propriété d'Erasteel selon le cahier des charges décrit dans la section III.2.2. Quatre lots de poudre ont été reçus portant l'appellation "lot 684-697" et étant étiquetés suivant leurs granulométries. Pour plus de clarté, une dénomination par des lettres a été préférée :

- le lot A, étiqueté "> 45 µm ; < 75 µm" pour une granulométrie demandée à (d_{10};d_{50};d_{90}) = (45;60;75) µm destiné aux études DMD sur la machine Optomec LENS 850 R de STAMP ;
- le lot B, étiqueté "> 45 µm ; < 120 µm" pour une granulométrie demandée à (d_{10};d_{50};d_{90}) = (45;65;115) µm destiné aux études DMD sur la machine grande dimension MAGIC LF 6000 d'IREPA Laser ;
- le lot C, étiqueté "< 45 µm" pour une granulométrie demandée à (d_{10};d_{50};d_{90}) = (10;30;45) µm destiné aux études SLM sur la machine Trumpf LF 250 de Poly-Shape ;

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

- le lot D', étiqueté "< 20 µm" pour une granulométrie demandée à (d_{10};d_{50};d_{90}) = (5;10;20) µm destiné aux études SLM sur la machine Phénix PM100 du Centre des Matériaux.

Un premier constat lors de la livraison a été le non respect des conditions d'envoi. En effet, au lieu de se trouver dans des conteneurs métalliques sous atmosphère inerte, la poudre réceptionnée était contenue dans un sac en plastique souple fermé par un collier de serrage en plastique et déposé dans des seaux en plastique non étanches (cf. Figure III-19). La poudre a donc été renvoyée au fournisseur pour non-conformité en lui demandant une nouvelle expédition respectant le cahier des charges. Le second envoi a été soumis au même problème : pas de mise sous atmosphère inerte. Le pot métallique non scellé contenant la poudre dans un sac du même type que celui envoyé au départ est même arrivé défoncé et ouvert (cf. Figure III-20). Il est d'ailleurs très fortement probable que le sac plastique contenant la poudre soit le même entre le premier et le second envoi et que Metallied ne se soit contenté que de transvaser ce sac du seau en plastique au pot métallique. Afin de ne pas trop retarder les études, il a été décidé de conserver ces lots malgré leur non-conformité.

Il existe également deux lots de poudre C263 supplémentaires :

- Le lot C élutrié (par azote), correspondant à une partie du lot C ayant été coupé au dessus de 20 µm par élutriation au LERMPS.
- le lot D, étiqueté "< 20 µm" par Metallied mais dont la mesure au granulomètre laser montre une granulométrie à (d_{10};d_{50};d_{90}) = (25;36;51) µm au lieu des (5;10;20) µm demandés pour le lot D. Ce lot correspondait à une erreur d'expédition de la part de Metallied.

Figure III-19 : Non conformité de la première réception de la poudre Metallied (ici le lot D')

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Figure III-20 : Non conformité de la seconde réception de la poudre Metallied (ici le lot D')

III.3.1.2 Analyse granulométrique et évaluation de la densité relative

Les études granulométriques décrites ci-dessous et dans la suite de ce rapport ont été réalisées à l'aide d'un granulomètre Mastersizer 3000 de Malvern Instruments Ltd. équipé d'une cellule de mesure en voie sèche (milieu dispersant : air).

Dans un premier temps, afin de s'assurer que les lots respectaient les répartitions de taille désirées, une étude a été menée par granulométrie laser. Cela a permis de se rendre compte que le lot D initialement envoyé ne correspondait pas à celui demandé (cf. III.3.1.1). On peut également se rendre compte que les granulométries livrées sont légèrement supérieures à celles requises (cf. Tableau III-5), mais comme la différence n'est pas grande, les machines peuvent s'accommoder de ces changements sans problème. Metallied avait également joint aux lots une première analyse de la distribution en taille des particules par tamisage présentée dans le Tableau III-6.

Les distributions en classes de taille des particules pour les lots concernant les études SLM sont données en Figure III-21. On peut voir que la poudre du lot C présente une forte concentration en particules de petite taille (plus de 90 % du nombre des particules présente un diamètre équivalent inférieur à 10 µm), qui ne représente finalement qu'un faible pourcentage du volume total des particules de poudre (un peu plus de 10 % seulement). En ce qui concerne les poudres issues des lots D' et C élutrié, l'analyse en nombre des particules montre une répartition bimodale qu'il n'était pas forcément évident de déceler par l'analyse en volume uniquement. Une plus grande proportion de petites particules devrait amener une densité relative plus importante du lot de poudre car les petites particules peuvent s'immiscer entre les plus grosses (cf. Figure III-18).

	Lot A		**Lot B**		**Lot C**		**Lot D**		**Lot D'**	**Lot C élutrié**
	demandé	*livré*	demandé	*livré*	demandé	*livré*	demandé	*livré*	*livré*	*livré*
d_{10} (µm)	45	*48*	45	*48*	10	*11*	5	*25*	*7*	*6*
d_{50} (µm)	60	*63*	65	*75*	30	*28*	10	*36*	*13*	*11*
d_{90} (µm)	75	*82*	115	*118*	45	*50*	20	*51*	*22*	*20*

Tableau III-5 : Répartition granulométrique des différents lots de poudre C263 reçus

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Lot A		Lot B		Lot C		Lot D	
Ø part.	**%vol.**	**Ø part.**	**%vol.**	**Ø part.**	**%vol.**	**Ø part.**	**%vol.**
> 150 µm	0	> 150 µm	0	> 45 µm	3,03	> 20 µm	5,29
> 105 µm	49,06	> 105 µm	13,27	32-45 µm	23,63	< 20 µm	94,71
75-105 µm	47,81	75-105 µm	21,24	25-32 µm	18,48		
< 75 µm	3,125	63-75 µm	18,58	20-25 µm	9,39		
		45-63 µm	43,36	< 20 µm	45,45		
		< 45 µm	3,54				

Tableau III-6 : Répartition granulométrique (en pourcentage en volume) obtenue par tamisage pour les différents lots de poudre C263 fournis par Metallied

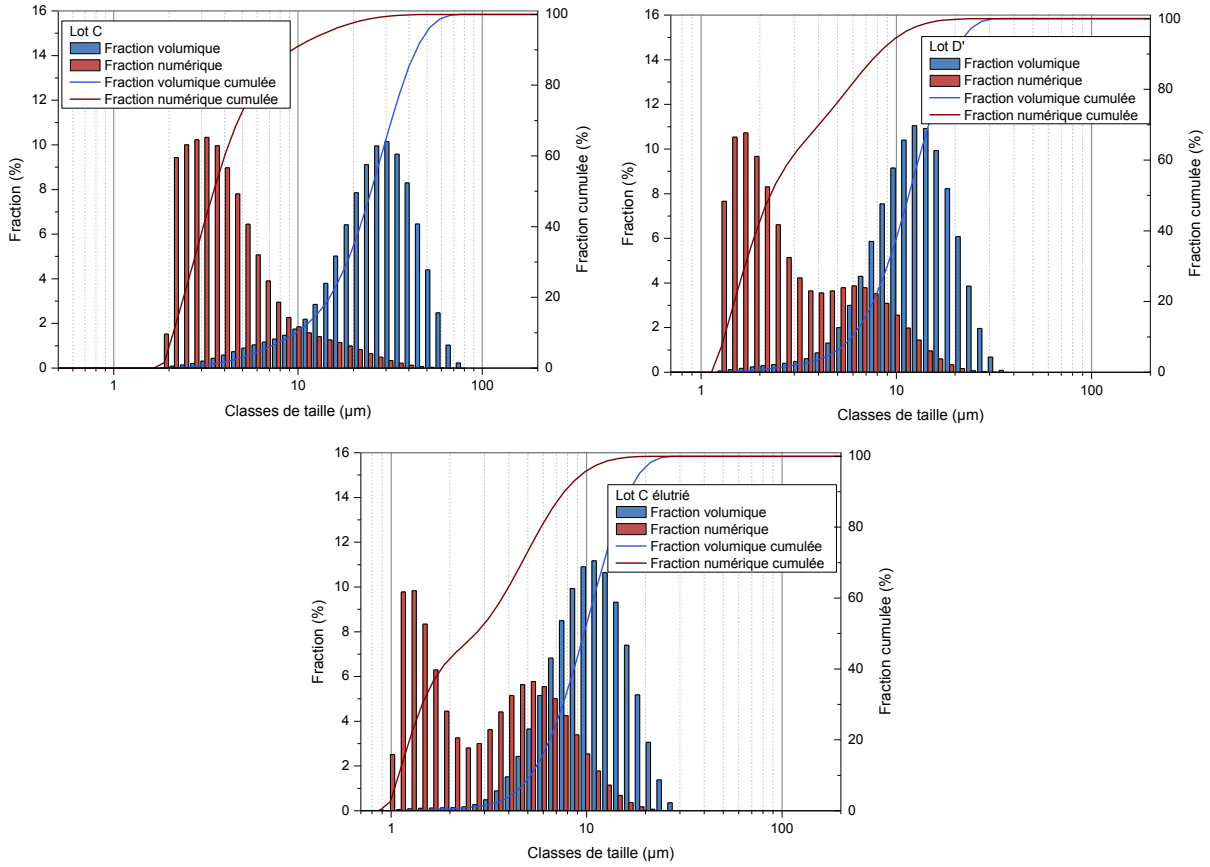


Figure III-21 : Répartition granulométrique en classes de taille des lots C (à gauche), D' (à droite) et C élutrié (en bas)

Des mesures de densité relative versée et tassée ont été entreprises sur les poudres des lots C et D' en appliquant la méthode décrite dans la section III.2.3.2. Ces valeurs de densité relative sont récapitulées dans le Tableau III-7. On voit bien que le lot C qui contient proportionnellement plus de petites particules que le lot D' (cf. Figure III-21) présente des densités relatives versées et tassées plus importantes.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

	$\rho_{r,versée}$ %	$P_{t,versée}$ %	$\rho_{r,tassée}$ %	$P_{t,tassée}$ %
Lot C	53,62 ± 1,84	46,38 ± 1,84	62,54 ± 0,96	37,46 ± 0,96
Lot D'	50,45 ± 0,37	49,55 ± 0,37	57,26 ± 0,60	42,74 ± 0,60

Tableau III-7 : Densités relatives ($\rho_{r,i}$) et porosités ($P_{t,i}$) versées et tassées des poudres C263 issues des lots C et D'

Comme montré en Figure III-23 dans la partie III.3.1.3, les particules de poudre peuvent présenter des porosités internes provenant du piégeage de gaz durant leur élaboration par atomisation au gaz. Ces défauts, s'ils sont trop nombreux, peuvent se retrouver dans la pièce finale. Une bonne santé matière de la pièce implique une bonne santé matière de la poudre au départ. Des mesures de masse volumique apparente ont donc été réalisées à l'aide d'un pycnomètre à hélium (AccuPyc 1330 V2.01) dont les résultats sont donnés dans le Tableau III-8. Le lot D' présentant une distribution en taille légèrement plus grande que celle du lot C élutrié (cf. Tableau III-5), sa porosité fermée est donc plus grande.

	ρ g/cm^3	$\rho_{théorique}$ g/cm^3	$P_{t,intra}$ %
Lot C élutrié	8,3388 ± 0,0043	8,360	0,21
Lot D'	8,2806 ± 0,0021	8,360	0,91

Tableau III-8 : Masse volumique apparente, masse volumique théorique pour le matériau massif parfaitement dense et porosité intraparticulaire de la poudre issue des lots C élutrié et D'

Une connaissance de la répartition granulométrique de la poudre et de sa porosité intraparticulaire est une information importante car elle peut donner des indices quant à la qualité des lits de poudre qui sont étalés au cours des fabrications en SLM. Cependant, la mise en couche du lit de poudre dépend aussi de la forme des particules qui peut être plus ou moins adaptée à un étalement (les particules sphériques s'étalant mieux que les autres).

III.3.1.3 Analyse morphologique

Les poudres ont également été observées de différentes manières. Elles ont été enrobées à froid dans de la résine époxy et polies miroir puis observées au microscope optique et au microscope électronique à balayage. Elles ont également été déposées en vrac sur un scotch carbone avant d'être observées au MEB en électrons secondaires (SE pour *Secondary Electrons*).

La poudre apparait majoritairement sphérique (cf. Figure III-22), ce qui est caractéristique du procédé d'atomisation au gaz du métal. On peut également distinguer des particules non sphériques, des satellites et des *splats* (cf. Figure III-23). On note aussi des porosités internes aux particules, voire débouchantes après que certaines porosités aient éclaté. Ces porosités arborent une forme sphérique caractéristique du gaz occlu et apparaissent préférentiellement dans les particules de grande taille. Si la poudre respecte le taux maximum de porosité intraparticulaire défini dans le cahier des charges poudre (cf. III.2.1.2 et Tableau III-8), la taille maximum de ces porosités ne répond pas au critère fixé, certaines porosités de gaz occlus atteignant la cinquantaine de microns (cf. Figure III-23).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

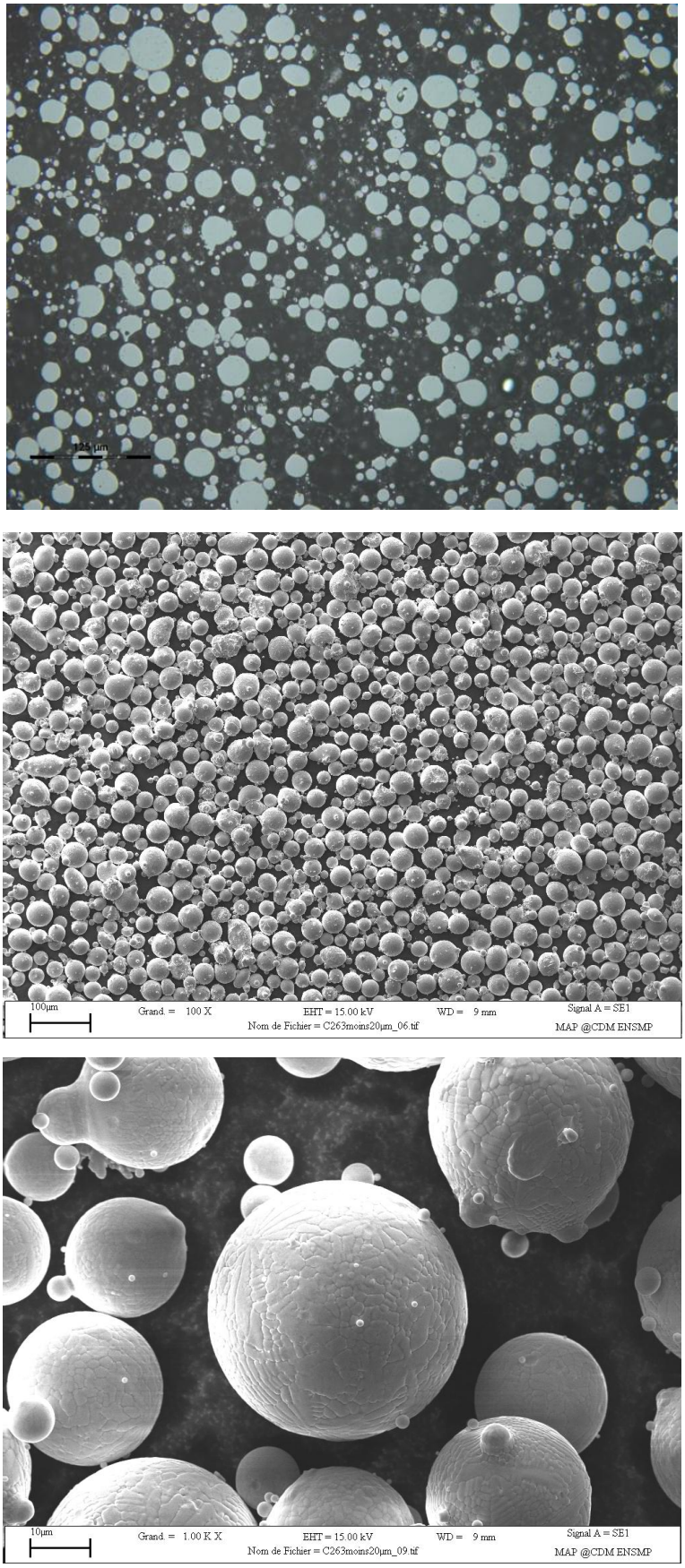
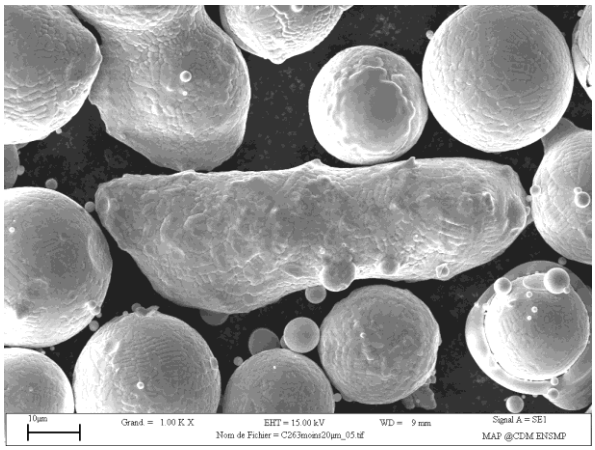
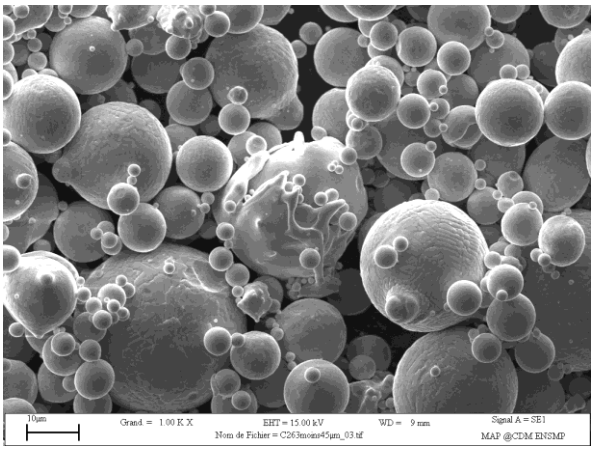


Figure III-22 : Poudre C263 : vue générale de la poudre enrobée et polie au micron et observée au MO (en haut, lot C) et scotchée et observée au MEB en SE (au centre, lot D') et détail sur une particule de poudre observée au MEB en SE (en bas, lot D')

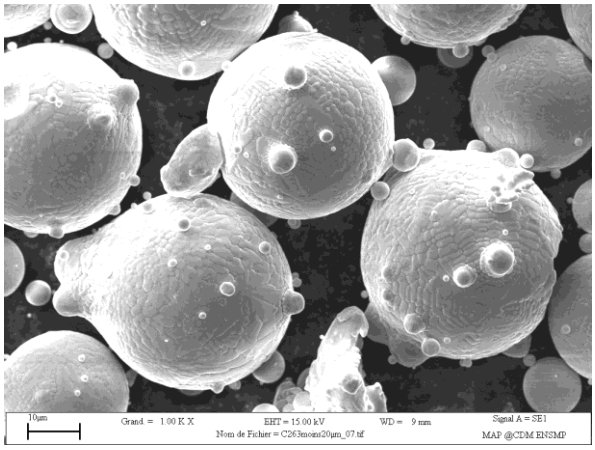
CONFIDENTIEL INDUSTRIE



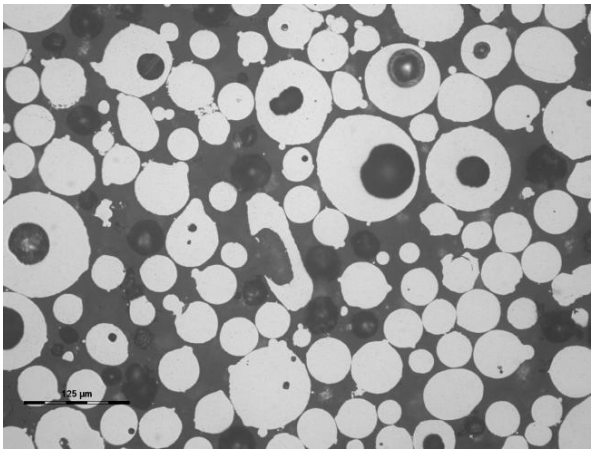
a



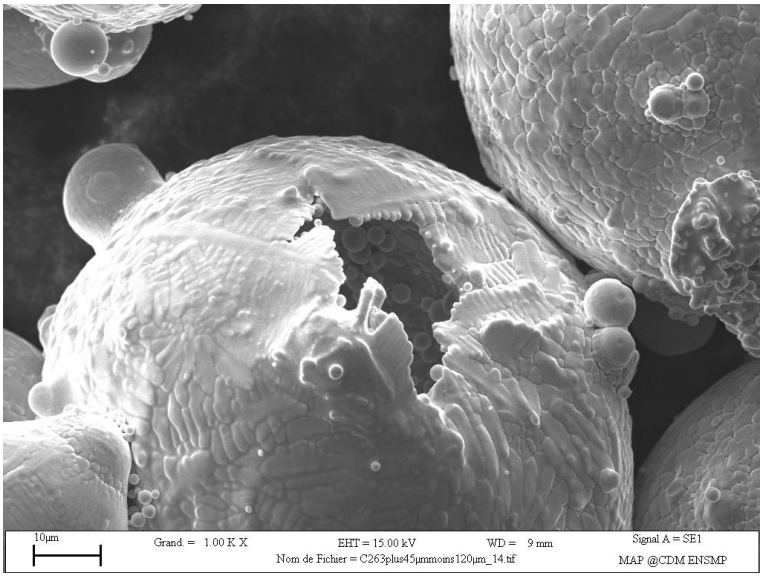
b



c



d



e

Figure III-23 : Défauts apparaissant dans la poudre C263 : particules non sphériques (a, lot D' observé au MEB en SE), *splats* (b, lot C, observé au MEB en SE), satellites (c, lot D' observé au MEB en SE), gaz occlus (d, lot B enrobé et poli, observé au MO) et porosité débouchante (e, lot B observé au MEB en SE)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Une attaque au Glycérégia (30 mℓ HCl, 20 mℓ glycérol, 10 mℓ HNO_3, 20 secondes) sur les poudres enrobées et polies montre une structure dendritique (cf. Figure III-24) qui pouvait déjà se voir en surface de certaines particules (cf. Figure III-23).

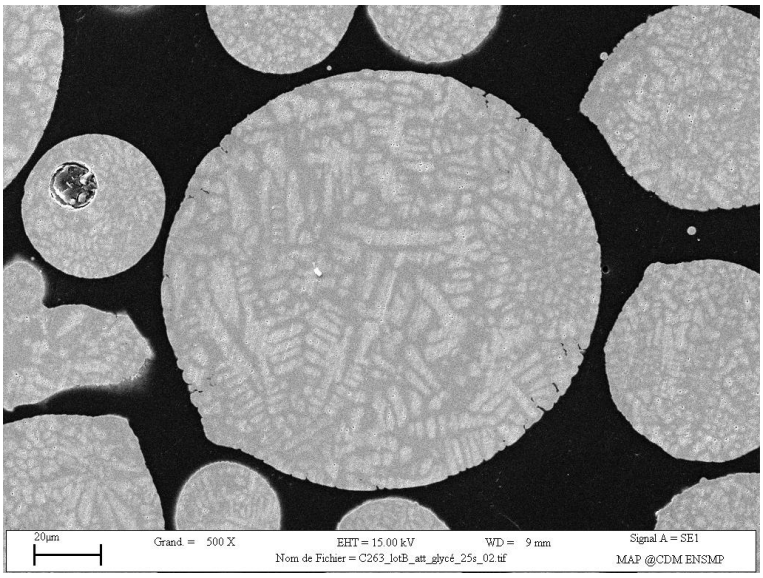


Figure III-24 : Particule de poudre (lot B) enrobée, polie et attaquée au Glycérégia observée au MEB en SE

III.3.1.4 Autres analyses

Des mesures de microdureté Vickers sous 10 g ont été faites sur des échantillons de poudre enrobée et polie miroir. S'il ne semble pas y avoir de corrélation entre la taille des particules indentées et leur dureté, les essais ont montré que la dureté de la poudre se trouve aux alentours de $HV_{0,010} = 318 \pm 20$. Lors d'un projet précédent, la poudre C263 provenant également de Metallied affichait une dureté supérieure : $HV_{0,010} = 341 \pm 28$ (Vilaro, 2011). Les valeurs trouvées ici correspondraient plus à celles obtenues après un traitement de remise en solution à 1150°C / 2 h + trempe à l'eau + revenu à 800°C / 8 h, soit $HV_{10} = 314$ pour une microstructure equiaxe (Singh, et al., 1996).

Une analyse de la poudre enrobée et polie au micron a été menée à la microsonde de Castaing. Les cartographies X (cf. Figure III-25) montrent une concentration plus forte en titane et en molybdène dans les régions interdendritiques où précipitent les carbures primaires (Ti, Mo)C. Les dendrites quant à elles sont plus chargées en nickel, chrome et cobalt, ce qui correspond à la phase austénitique γ. Une analyse par diffraction des rayons X sur la poudre montre clairement les raies de diffraction d'une structure CFC (cf. Figure III-26).

Une analyse thermique différentielle (ATD) sur les poudres C263 a été menée de 25°C à 1250°C à 10°C/min (1er cycle) et de 25°C à 1500°C à 10°C/min (2ème cycle) sous un balayage d'argon (3 l/h). Elle permet de situer les solidus (T_S) et liquidus (T_L) de la poudre à respectivement 1320°C et 1420°C (cf. Figure III-27). On peut alors calculer l'intervalle de solidification $IS = T_L - T_S = 100$°C. On constate lors du premier cycle un pic exothermique aux alentours de 520°C qui correspond à un retour à l'équilibre de la poudre trempée à la suite de l'atomisation au gaz. Cet effet a déjà été constaté

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

sur le même alliage par T. Vilaro (Vilaro, 2011) et sur l'alliage d'Inconel 718 par J. Maisonneuve (Maisonneuve, 2008).

Une analyse de la composition de la poudre par WDS (*Wavelength Dispersive Spectroscopy*, spectroscopie à dispersion de longueur d'onde) est donnée en Tableau III-9, de même que celle fournie par Metallied (probablement obtenue par spectrométrie). L'analyse par WDS a été effectuée sur une soixantaine de pointés et une dizaine de profils sur des particules choisies arbitrairement dans l'échantillon enrobé. La composition de l'alliage est respectée, hormis le taux de manganèse qui est plus faible qu'il ne devrait l'être et celui de molybdène légèrement supérieur. Ceci ne devrait toutefois pas être handicapant car cela devrait permettre de limiter la formation de sulfure de manganèse.

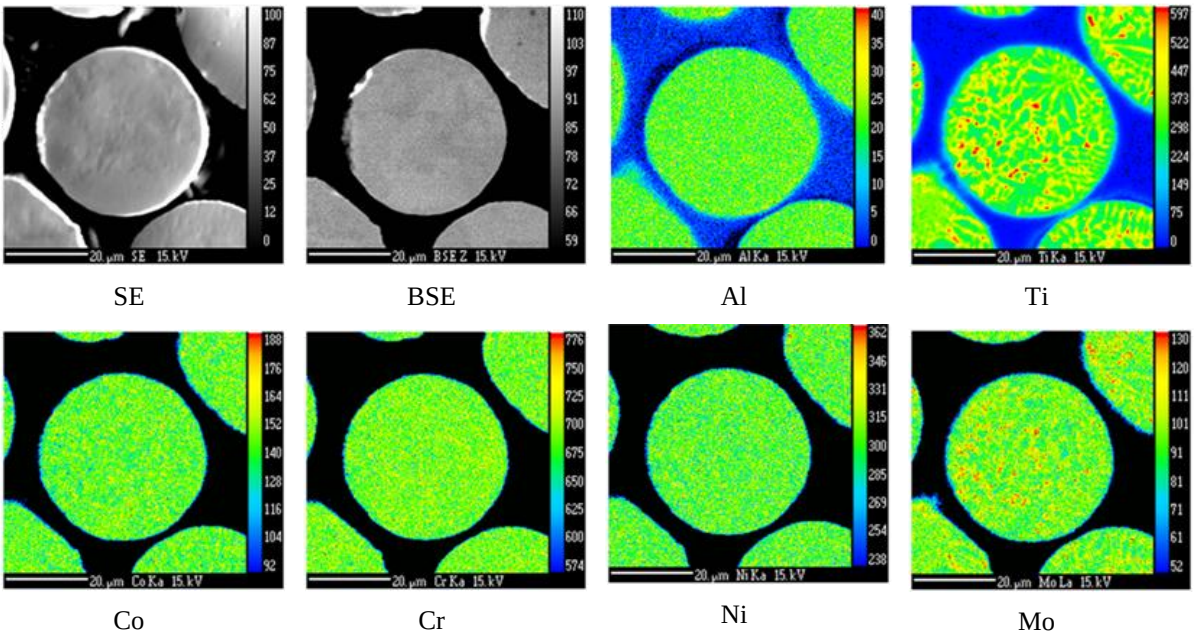


Figure III-25 : Cartographies X du d'une particule de poudre (lot A) enrobée et polie

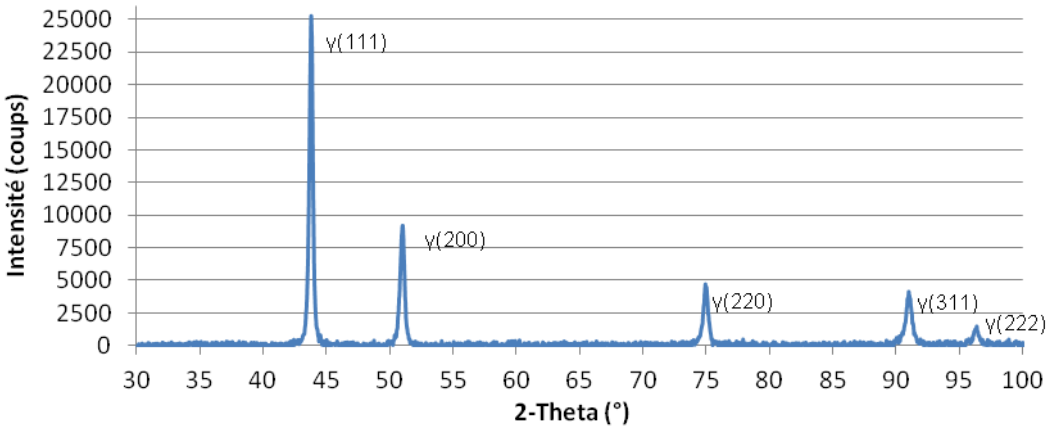


Figure III-26 : Diagramme de DRX de la poudre C263 scotchée (lot C élutrié)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

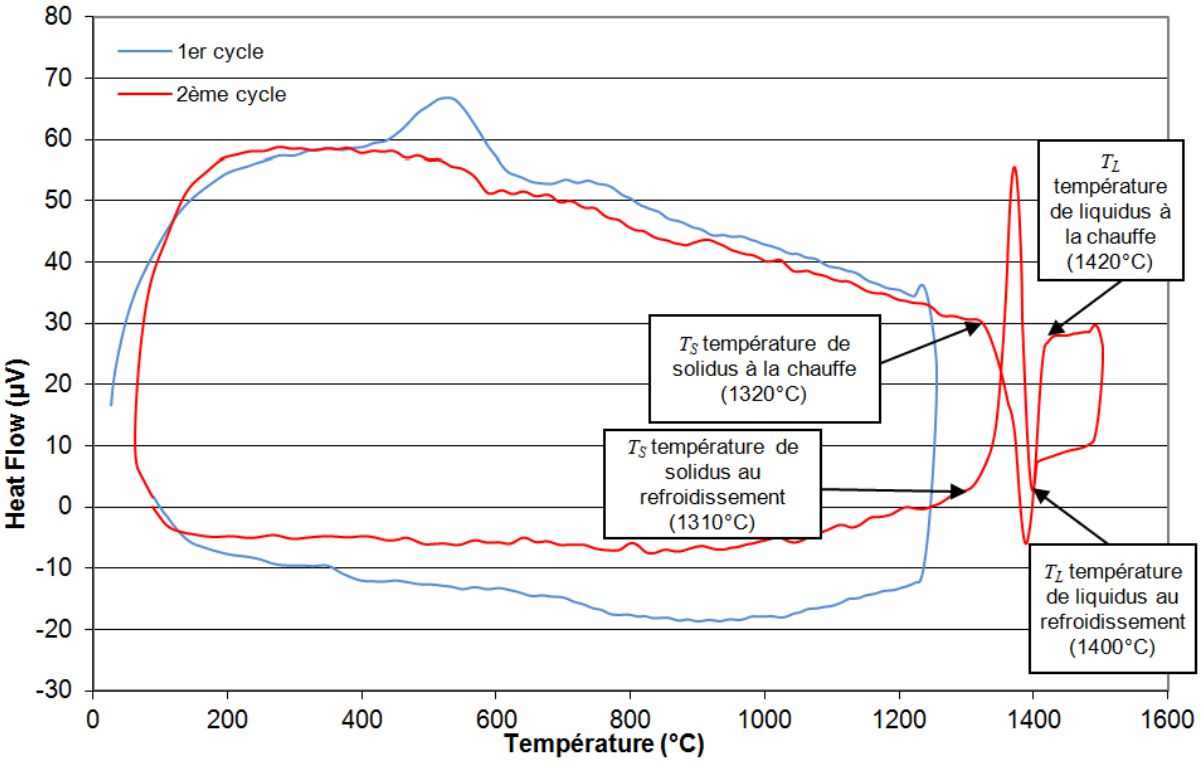


Figure III-27 : Analyse thermique différentielle d'un échantillon de poudre C263 (lot D') de masse *m* = 461,8 mg

Élément	Al	Si	Ti	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Mo
Comp. nominale (C263 standard)	0,3–0,6	0,4 max	1,9–2,4	19–21	0,2–0,6	0,7 max	19–21	Bal.	0,2 max	5,6–6,1
% massique (WDS)	0,4	0,04	2,26	20,08	0,01	0,10	19,90	50,74	0	6,17
Ecart-type (%) (WDS)	0,02	0,01	0,06	0,24	0,00	0,03	0,44	0,76	0	0,24
% massique (Metallied)	0,412	0,072	2,27	20,25	0,011	–	19,99	Bal.	0,0089	5,83

Tableau III-9 : Composition chimique de la poudre C263 réalisée par WDS (lot A)

III.3.2 Poudre TA6V

III.3.2.1 Description des lots réceptionnés

La poudre TA6V a été commandée auprès de la société allemande TLS Technik GmbH & Co selon le cahier des charges décrit dans la section III.2. Plusieurs lots ont été reçus par les différents partenaires du projet, tant destinés au procédé SLM qu'au procédé DMD. Toutefois, une plus grande attention sera accordée à la poudre destinée à l'étude du recyclage pour le procédé SLM (cf. Chapitre IV). Il s'agit de la poudre destinée aux fabrications sur la machine SLM Trumpf LF 250 appartenant à Poly-Shape.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

L'achat de poudre a été financé par différents partenaires afin de répartir les coûts au vu de la quantité commandée pour le projet. C'est ainsi que la poudre concernant le SLM a été livrée en trois lots :

- le lot 0874/3 pour une granulométrie demandée à (d_{10};d_{50};d_{90}) = (5;10;20) µm destiné aux études sur les machines Phénix PM100 du Centre des Matériaux et de l'ENISE ;
- les lots 0989/3 et 0974/3 pour une granulométrie demandée à (d_{10};d_{50};d_{90}) = (10;30;45) µm destinés aux études sur la machine Trumpf LF 250 et la machine grande dimension Concept Laser XLINE 1000R de Poly-Shape.

On peut noter que deux lots de références différentes ont été livrés à Poly-Shape à la place d'un lot unique. Compte-tenu de leurs financeurs, les lots 0989/3 et 0974/3 ont été respectivement baptisés EADS et MBDA.

Contrairement à la poudre de Nimonic 263 livrée par Metallied, le conditionnement de TLS Technik répondait aux exigences du cahier des charges : la poudre se trouvant dans des conteneurs métalliques scellés et sous atmosphère protectrice (cf. Figure III-28).

Figure III-28 : Conditionnement des poudres TA6V livrées par TLS Technik

III.3.2.2 Analyse granulométrique et évaluation de la densité relative

De même que pour le C263, afin de vérifier la répartition en taille des lots de TA6V livrés, une étude a été menée par granulométrie laser dont les résultats sont donnés dans le Tableau III-10 et la Figure III-29. On peut noter une augmentation des valeurs de d_{10}, d_{50} et d_{90} pour tous les lots analysés par rapport aux tailles définies dans le cahier des charges. Ceci ne concorde pas avec les analyses fournies par TLS Technik lors de la livraison (leurs résultats ayant aussi probablement été obtenus par granulométrie laser). Des analyses réalisées au LERMPS par granulométrie laser montrent des résultats similaires à ceux obtenus au Centre des Matériaux pour le lot 0974/3. Là encore, les machines peuvent s'accommoder de cette granulométrie légèrement supérieure.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

	Lot 0989/3 EADS			Lot 0974/3 MBDA				Lot 0874/3		
	demandé	*livré*	*TLS*	demandé	*livré*	*TLS*	*LERMPS*	demandé	*livré*	*TLS*
d_{10} (µm)	10	*24*	*17*	10	*20*	*16*	*18*	5	*5*	*5*
d_{50} (µm)	30	*38*	*34*	30	*36*	*32*	*35*	10	*12*	*12*
d_{90} (µm)	45	*59*	*50*	45	*58*	*46*	*60*	20	*27*	*23*

Tableau III-10 : Répartition granulométrique des différents lots de poudre TA6V reçus pour les études SLM

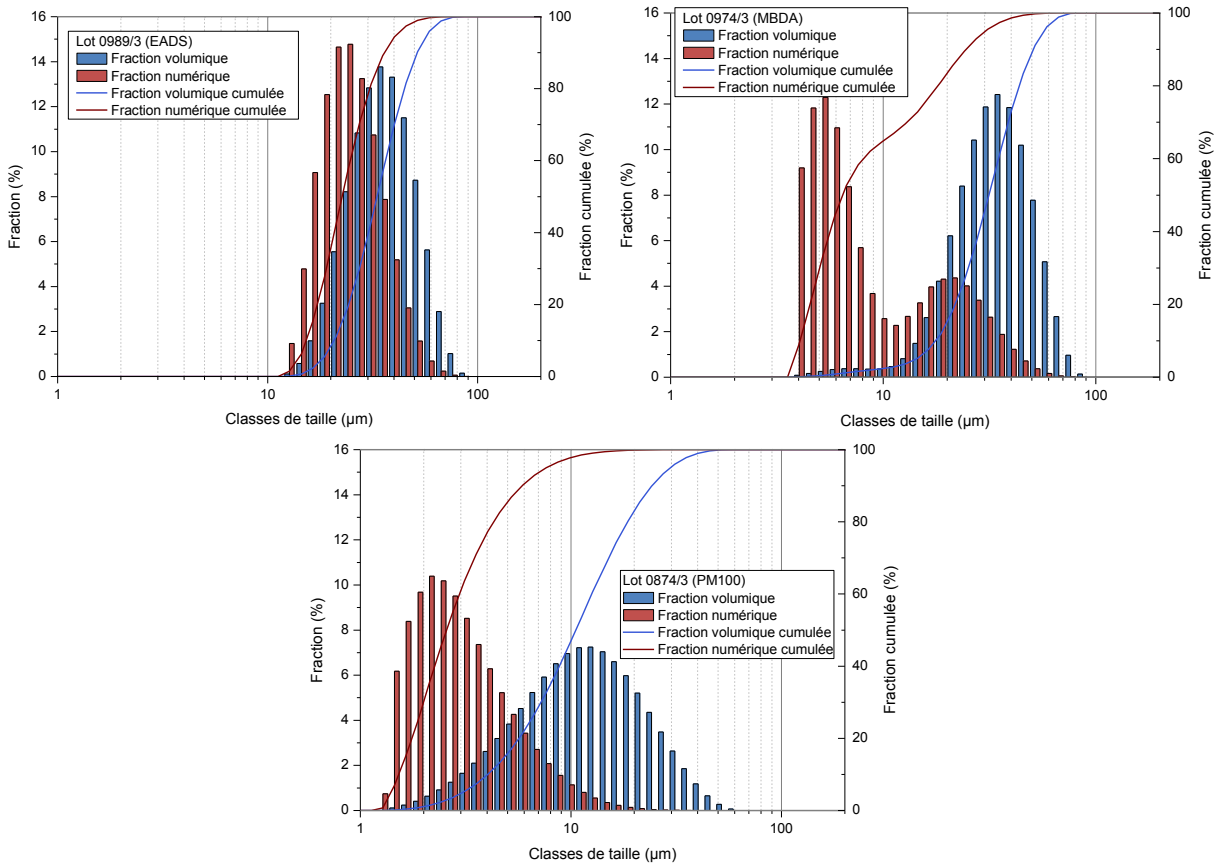


Figure III-29 : Répartition granulométrique en classes de taille des lots 0989/3 EADS (à gauche), 0974/3 MBDA (à droite) et 0874/3 (en bas)

Bien que l'on note que les valeurs de d_{10}, d_{50} et d_{90} des lots EADS et MBDA sont proches, leurs distributions en taille sont très différentes. En effet, la poudre du lot 0989/3 apparaît monomodale tandis que celle du lot 0974/3 est bimodale (cette tendance est clairement montrée par l'analyse en nombre des particules). Les quantités de poudre mises en jeu étant conséquentes (près d'une centaine de kilogrammes), faire un lot unique et homogène de poudre en mélangeant les lots EADS (20,2 kg) et MBDA (71,8 kg) était une solution difficilement envisageable et aurait eu pour conséquence de trop retarder le lancement des essais. En effet, la poudre TA6V, en quantité importante, doit être mélangée sous atmosphère protectrice afin d'éviter les problèmes de contamination par l'oxygène ou des accidents (la poudre de titane pouvant être explosive si elle est manipulée dans de mauvaises conditions). Afin de pallier ce problème, il a été décidé d'utiliser le lot

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

0974/3 MBDA pour l'étude du recyclage qui sera détaillée dans le Chapitre IV et le lot 0989/3 EADS pour la fabrication des démonstrateurs sur la machine Concept Laser de grande dimension mise en place dans le projet.

Des mesures de densité relative versée et tassée ont été effectuées et leurs résultats sont récapitulés dans le Tableau III-11. De même que précédemment, des mesures de la masse volumique apparente par pycnométrie à hélium ont été réalisées pour les différents lots de poudre et sont récapitulées dans le Tableau III-11. Comme il a été dit dans la section III.2.3.2, la probabilité de trouver du gaz occlu est plus élevée dans le cas de particules de fort diamètre. Il est donc logique de trouver une porosité intraparticulaire plus faible pour le lot 0874/3 que pour les deux autres lots compte tenu du fait qu'il est composé de particules de plus faible diamètre. Bien que leurs valeurs de d_{10}, d_{50} et d_{90} soient proches (cf. Tableau III-10), les distributions granulométriques présentées en Figure III-29 montrent que le lot 0989/3 (EADS) contient plus de grosses particules que le lot 0974/3 (MBDA). L'augmentation de l'occurrence du gaz occlu dans la poudre se voit également sur la valeur de la porosité intraparticulaire du lot 0989/3 (EADS) qui est supérieure à celle du lot 0974/3 (MBDA). Notons que le lot 0974/3 de distribution bimodale présente des porosités versée et tassée plus faibles que le lot 0989/3 de distribution monomodal en accord avec ce qui a été évoqué dans la section III.2.3.2 et dans la Figure III-18. Toutefois, le rapport de taille entre les diamètres des deux populations de particules (qui ne sont pas iso-dimensionnelles) se situe aux alentours de 4 et non de 7. De ce fait, le gain en densité relative du lit de poudre n'est pas aussi important entre le lot 0974/3 et 0989/3 qu'entre le cas d'une poudre iso-dimensionnelle monomodale et d'un mélange de deux poudres iso-dimensionnelles présenté dans le Tableau III-4. On peut constater toutefois que les écarts-type des mesures de densité relative sont plus importants pour la poudre monomodale que pour la poudre bimodale, notamment lorsqu'elle est versée.

	$\rho_{r,versée}$ %	$P_{t,versée}$ %	$\rho_{r,tassée}$ %	$P_{t,tassée}$ %
Lot 0874/3	46,22 ± 1,46	53,78 ± 1,46	54,15 ± 0,78	45,85 ± 0,78
Lot 0989/3 EADS	52,40 ± 0,80	47,60 ± 0,80	60,35 ± 0,29	39,65 ± 0,29
Lot 0974/3 MBDA	52,63 ± 0,53	47,37 ± 0,53	60,59 ± 0,25	39,41 ± 0,25

Tableau III-11 : Densités relatives ($\rho_{r,i}$) et porosités ($P_{t,i}$) versées et tassées des poudres TA6V issues des lots 0874/3, 0989/3 EADS et 0974/3 MBDA

	ρ g/cm^3	$\rho_{théorique}$ g/cm^3	$P_{t,intra}$ %
Lot 0874/3	4,4260 ± 0,0025	4,430	0,09
Lot 0989/3 EADS	4,4142 ± 0,0009	4,430	0,36
Lot 0974/3 MBDA	4,4177 ± 0,0022	4,430	0,28

Tableau III-12 : Masse volumique apparente, masse volumique théorique pour le matériau massif parfaitement dense et porosité intraparticulaire de la poudre issue des lots 0874/3, 0989/3 EADS et 0974/3 MBDA

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

III.3.2.3 Analyse morphologique

À l'instar de la poudre C263, la poudre TA6V a été observée de différentes manières : soit enrobée à froid puis polie au micron et observée au MEB et MO, soit déposée en vrac sur un ruban adhésif carbone et observée au MEB.

La poudre apparaît majoritairement sphérique (cf. Figure III-30). On peut noter des défauts dans la poudre : satellites, *splats*, particules non sphériques et gaz occlus (cf. Figure III-31). Comme pour le C263, la poudre respecte le taux maximum de porosité intraparticulaire défini dans le cahier des charges (cf. III.2.2.3), mais ne respecte pas la taille maximum de ces défauts (cf. Figure III-31 montrant un pore de gaz occlu de près de 20 µm de diamètre).

Une attaque au Kroll (2 mℓ HF, 3 mℓ HNO_3, 95 mℓ H_2O, 16 secondes) révèle une structure martensitique aciculaire caractéristique du TA6V trempé. Cette structure aiguillée pouvant parfois se deviner en surface des particules, notamment sur la Figure III-30. La différence de distribution granulométrique entre le lot MBDA et le lot EADS n'est pas clairement visible sur la Figure III-33, prouvant l'intérêt d'une étude par granulométrie laser en volume et en nombre.

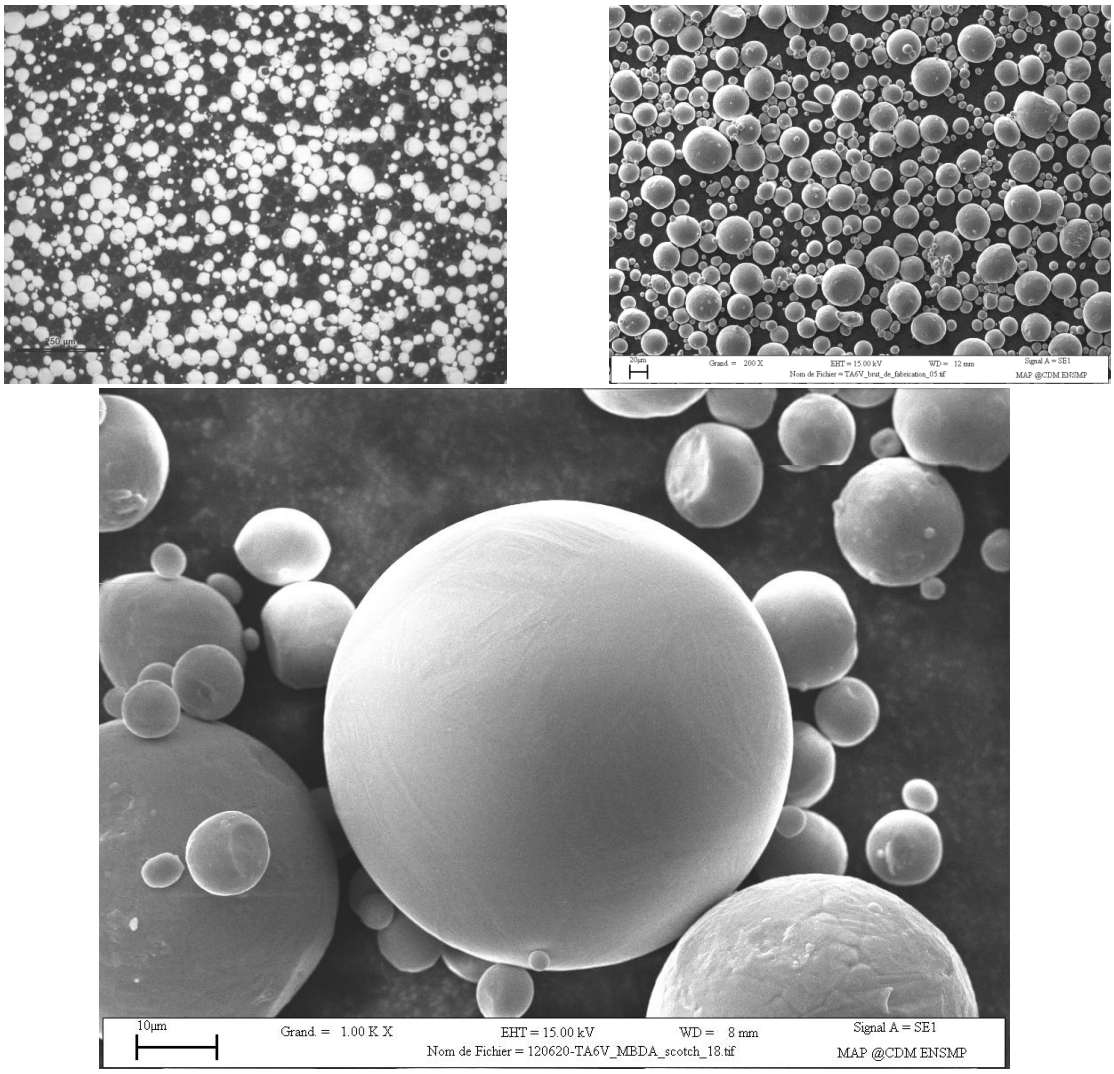
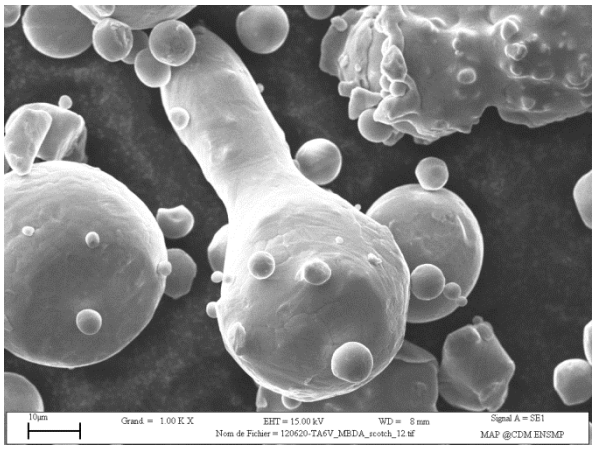
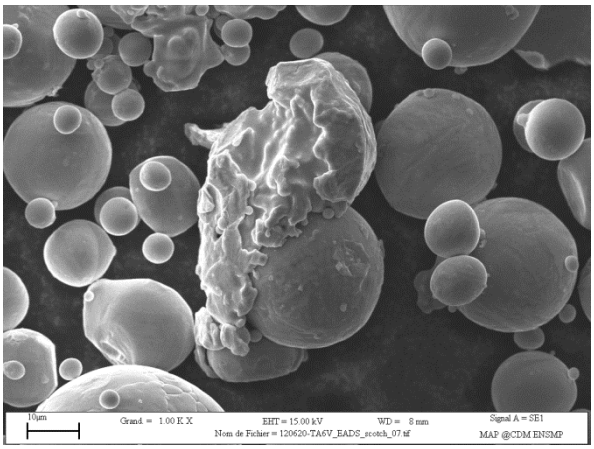


Figure III-30 : Poudre TA6V : vue générale de la poudre issue du lot 0974/3 MBDA (en haut) enrobée et polie au micron et observée au MO (à gauche) et scotchée et observée au MEB en SE (à droite) et détail sur une particule de poudre observée au MEB en SE (en bas)

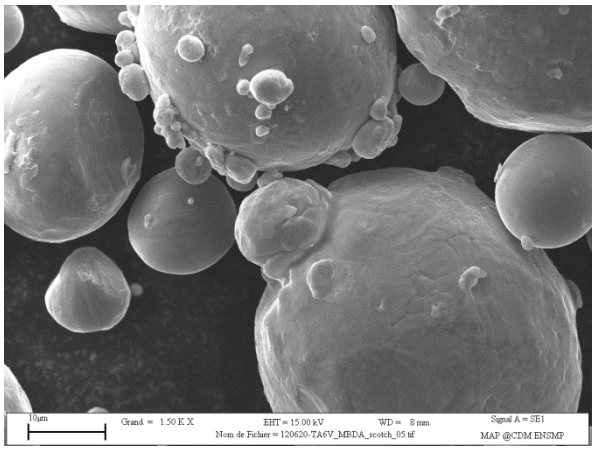
CONFIDENTIEL INDUSTRIE



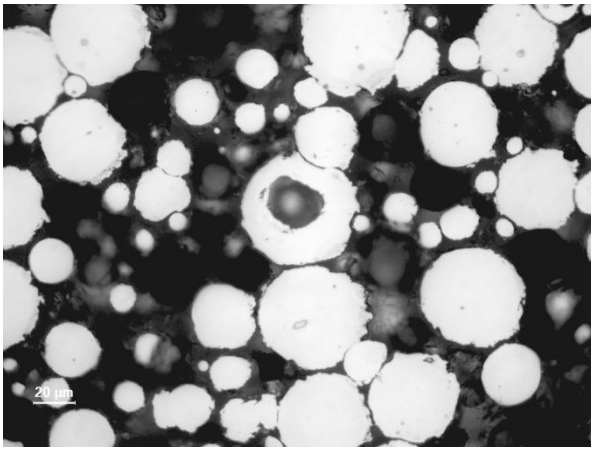
a



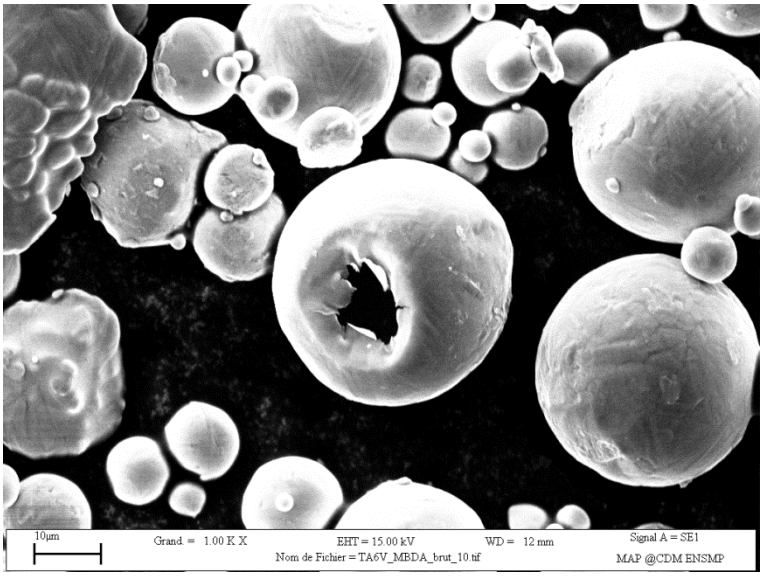
b



c



d



e

Figure III-31 : Défauts apparaissant dans la poudre TA6V : particules non sphériques (a, lot MBDA observé au MEB en SE), splats (b, lot EADS, observé au MEB en SE), satellites (c, lot MBDA observé au MEB en SE), gaz occlus (d, lot MBDA enrobé, poli et observé au MO) et porosité débouchante (e, lot MBDA observé au MEB en SE)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

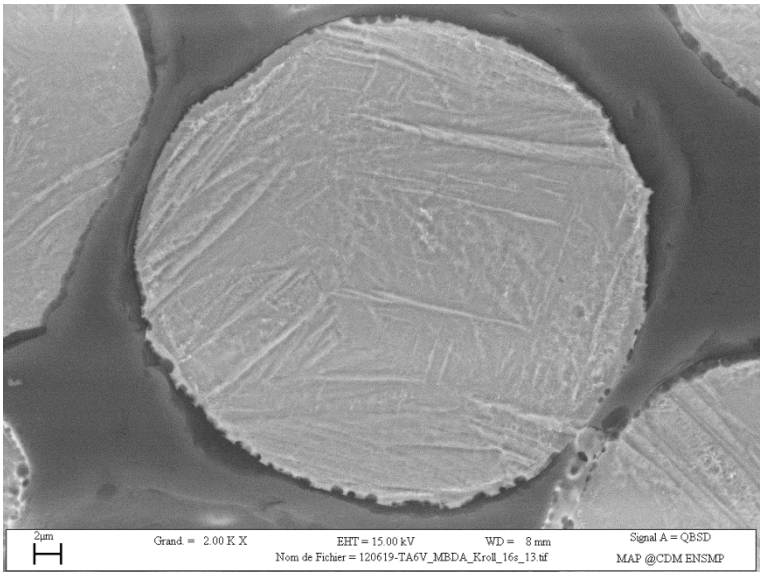


Figure III-32 : Particule de poudre (lot 0974/3 MBDA) enrobée, polie et attaquée au Kroll observée au MEB en SE

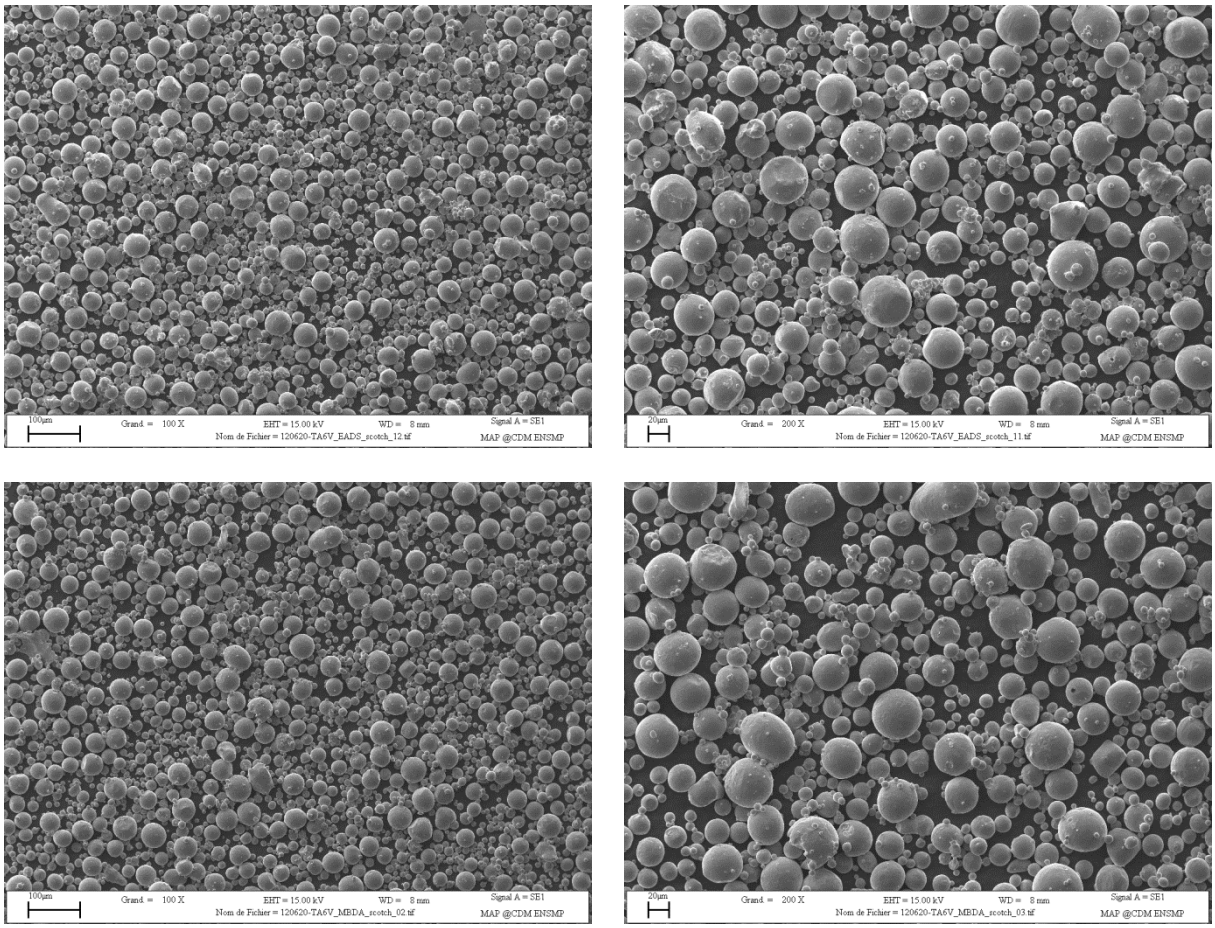


Figure III-33 : Comparaison de la morphologie des poudres TA6V entre les lots 0989/3 EADS (en haut) et 0974/3 MBDA (en bas) observés au MEB en SE aux grossissements x100 (à gauche) et x200 (à droite)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

III.3.2.4 Autres analyses

Des essais de microdureté Vickers sous 10 grammes ont été réalisés sur des échantillons de poudre enrobée dans de la résine époxy à froid et polie miroir. De même que pour le C263, il ne semble pas y avoir de tendance claire entre le diamètre de la particule indentée et sa dureté, démontrant que les vitesses de trempe ne sont pas suffisamment différentes pour que la dureté soit différente. On trouve une valeurs à $HV_{0,010} = 399 \pm 48$, ce qui corrèle bien les valeurs obtenues par J. Maisonneuve ($HV_{0,025} = 398 \pm 21$) sur une poudre TA6V également fournie par TLS Technik quelques années auparavant (Maisonneuve, 2008). Ces valeurs sont proches de celles obtenues pour un traitement de recuit à 950°C / 1 h + trempe à l'eau entraînant une déstabilisation de 50 % de la phase α' en α (42 %) et β (8 %) correspondant à une dureté de $HV_{10} = 392 \pm 3$ (Jovanović, et al., 2006). Toutefois, l'atomisation au gaz entraîne une trempe de la poudre qui devrait correspondre à une dureté plus élevée compte-tenu de sa forte teneur en phase martensitique (le TA6V coulé et traité thermiquement exhibant une microstructure quasi-α' après trempe présente une dureté à $HV_{10} = 425 \pm 2$ (Jovanović, et al., 2006)). Toutefois, un essai de dureté sous 10 kg n'est pas envisageable sur de la poudre enrobée compte-tenu de sa très faible taille comparée à celle de l'empreinte résiduelle de l'indent après l'application pendant 10 secondes d'une telle charge.

Une analyse de la poudre enrobée et polie au micron a été menée par spectroscopie à dispersion de longueur d'onde (WDS) à l'aide d'une microsonde de Castaing (cf. Tableau III-13) sur une dizaine de profils au travers de particules choisies arbitrairement au sein de l'échantillon. On peut noter que la mesure de la concentration en oxygène est très dispersée. En effet, il est difficile de mesurer avec précision par WDS la concentration en certains éléments trop légers ou en trop faible quantité. Les taux d'oxygène, d'azote et d'hydrogène sont donc difficilement quantifiables par cette méthode. C'est pourquoi des mesures complémentaires par spectrométrie d'émission optique (ICP-AES pour *Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectrometry*) et fusion réductrice ont été entreprises et dont les résultats sur des échantillons de poudre recyclée et des pièces fabriquées à partir de cette poudre seront donnés dans le Chapitre IV. Les principaux éléments d'alliage quantifiables (l'oxygène mis à part) respectent la norme et les spécifications demandées dans le cadre du projet FALAFEL. Le Tableau III-13 présente également l'analyse de la poudre fournie par TLS Technik lors de la livraison. Bien que ce ne soit pas spécifié explicitement, il est fort probable que cette analyse ait été faite par ICP. TLS faisait toutefois mention de TA6V ELI sur le bon de livraison.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Elément	Ti	Al	V	Fe	O	C	N	H	Y
Analyse WDS	89,98 ± 0,60	5,68 ± 0,37	4,08 ± 0,21	0,03 ± 0,02	0,23 ± 0,45	–	–	–	–
Analyse ICP-AES	Bal.	6,01 ± 0,18	4,26 ± 0,13	0,03 ± 0,005	0,156 ± 0,005	0,010 ± 0,001	0,010 ± 0,001	*non quantifié*	–
Analyse fournie par TLS	Bal.	5,84	4,21	0,042	0,100	0,004	0,005	0,002	< 0,01
Norme TA6V standard	Bal.	5,50–6,75	3,50–4,50	0,3 max	0,2 max	0,08–0,10	0,05–0,07 max	0,0125 max	0,005 max
Norme TA6V ELI	Bal.	5,50–6,50	3,50–4,50	0,15	0,13	0,08	0,05	0,015	–
Spécifications FALAFEL	Bal.	5,50–6,75	3,50–4,50	0,3 max	0,08 max	0,08–0,10	0,05–0,07 max	0,0125 max	0,005 max

Tableau III-13 : Composition chimique de la poudre TA6V (lot 0974/3 MBDA) analysée par WDS et ICP-AES (en % massique)

Les cartographies X (cf. Figure III-36) montrent des particules de composition homogène. On note toutefois un ombrage sur un bord de la particule pour la concentration en aluminium et dans une moindre mesure sur celle du titane. Ces ombrages peuvent provenir d'effets de bord (léger écrantage du détecteur) probablement à cause d'une mauvaise planéité de l'échantillon. Compte tenu de leur très fine taille, les aiguilles martensitiques α' ne sont pas visibles sur ces cartographies. Le diagramme de DRX présenté en Figure III-34 rend compte des raies caractéristiques d'une structure hexagonale pseudo-compacte. La phase martensitique α' du TA6V présente un paramètre de maille *a* quasiment identique à celui de la phase α, mais un paramètre de maille *c* plus petit (donc un rapport *c/a* plus petit). La différenciation des deux phases est donc peu évidente par DRX. Cependant, au vu des résultats présentés dans le Tableau III-14 et à la vue de la microstructure observée sur les particules, on peut clairement affirmer que la structure observée est la phase α'.

Une ATD a également été menée sur un échantillon de poudre TA6V de 25 à 1580°C avec des vitesses de chauffe et de refroidissement de 20°C/min sur deux cycles, sous un balayage d'argon à 3 l/h (cf. Figure III-35). Si la température limite du moyen d'essai utilisé (1600°C) ne permet pas d'observer les solidus et liquidus du TA6V (qui se trouvent aux alentours de 1650°C), elle permet toutefois de déterminer la température de transus T_β de l'alliage (T_β = 995°C). Un petit pic exothermique est observable vers 1520°C et pourrait correspondre à une réaction entre le creuset de l'alumine et la poudre, changeant alors sa composition, ce qui peut expliquer que le transus β n'est pas visible au second cycle (Jardy, et al., 2000), (Maisonneuve, 2008). Bien qu'il ne soit pas très marqué, le pic exothermique correspondant au retour à un état thermodynamiquement plus stable de la poudre TA6V est visible aux alentours de 500°C lors du premier cycle et disparait au second cycle.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

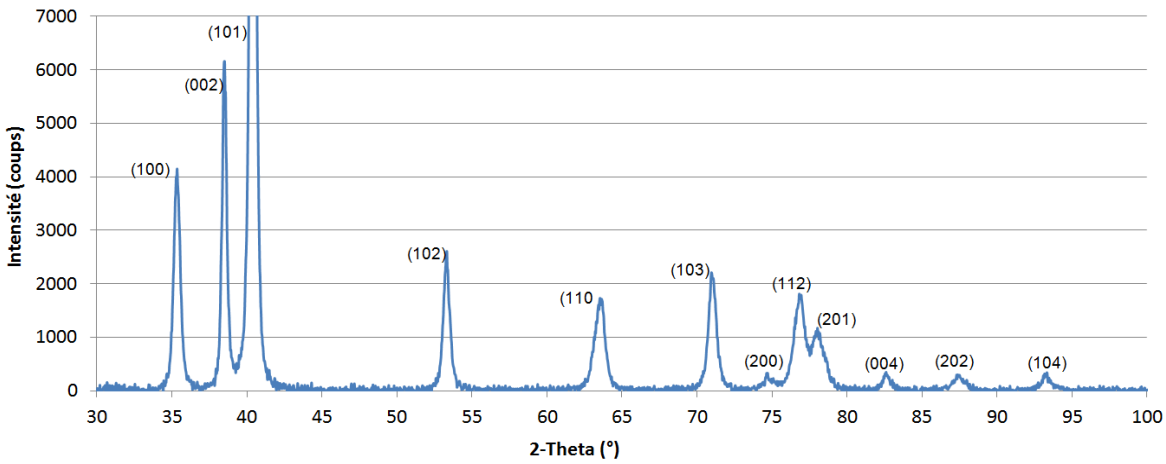


Figure III-34 : Diagramme de DRX de la poudre TA6V (lot 0974/3 MBDA)

		Poudre TA6V (lot 0974/3 MBDA)	TA6V phase α (Combres)	Poudre TA6V (Maisonneuve)
a	**(Å)**	2,932	2,950	2,909
c	**(Å)**	4,678	4,682	4,643
c/a	**-**	1,596	1,587	1,596

Tableau III-14 : Paramètres de maille calculés par DRX d'un échantillon de poudre de TA6V, et valeurs trouvées dans la littérature (Combres, et al., 1995), (Maisonneuve, 2008)

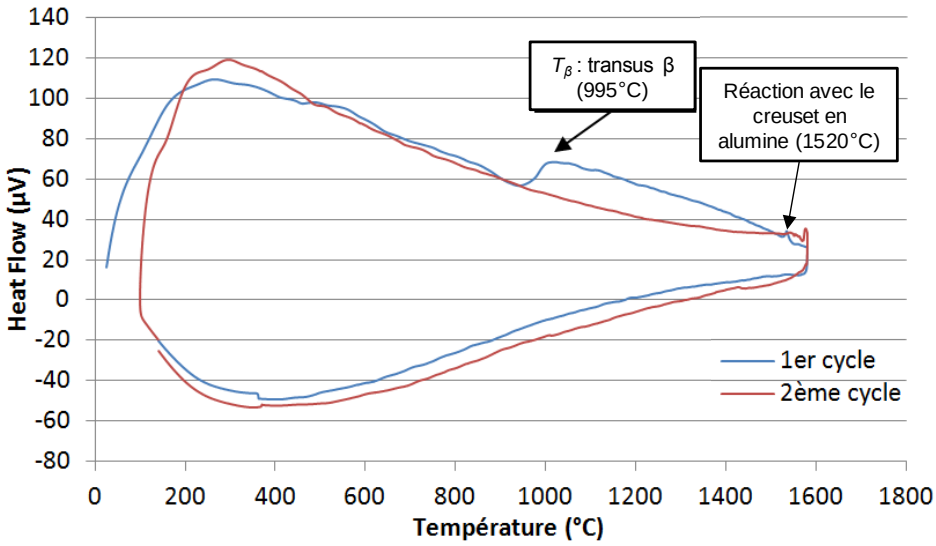


Figure III-35 : Analyse thermique différentielle d'un échantillon de poudre TA6V (lot 0974/3 MBDA) de masse *m* = 270,19 mg

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

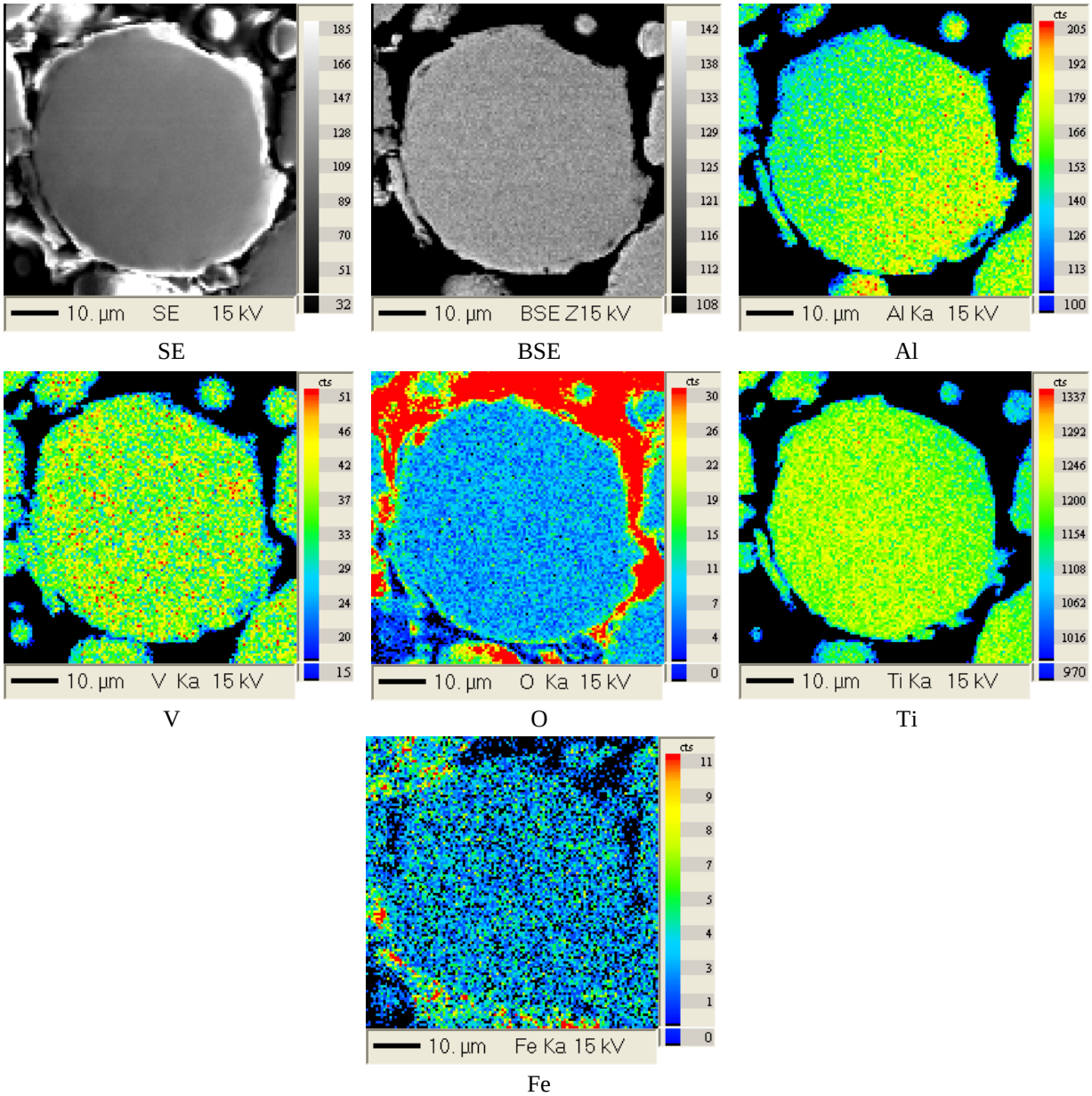


Figure III-36 : Cartographies X d'une particule de poudre (lot 0974/3 MBDA) enrobée et polie

III.4 Conclusion du chapitre

La poudre est la matière première utilisée pour fabriquer des pièces par SLM. De ce fait, elle est primordiale pour le procédé. Il convient donc de définir des critères morphologiques, granulométriques, de porosité et de composition chimique qui doivent être respectés lors de l'élaboration de la poudre. Il est nécessaire aussi de vérifier que la poudre reçue correspond bien au cahier des charges qui a été établi, notamment vis-à-vis de la taille des particules qui est souvent surestimée par les fournisseurs.

La distribution granulométrique est un paramètre important, notamment dans le cas du procédé SLM. En effet, chaque couche de la pièce sera fabriquée à partir d'un lit de poudre. Or, il a été vu que la masse volumique apparente d'un arrangement de particules de poudre pouvait, dans le pire

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

des cas, atteindre 40 % seulement de la masse volumique du matériau massif parfaitement dense. Il est toutefois possible d'améliorer ce résultat en contrôlant la distribution granulométrique de la poudre afin d'avoir des lits de poudre plus compacts, notamment par le biais d'une poudre à distribution bimodale.

Les poudres reçues dans le cadre du projet FALAFEL présentent la morphologie sphérique typique des poudres atomisées au gaz. Toutefois, elles présentent également les défauts typiques liés à cette voie d'élaboration des poudres : porosités de gaz occlu, satellites, splats, etc. L'ensemble de ces paramètres va jouer sur l'interaction laser/poudre et en particulier sur l'absorbance, mais également sur l'intégrité de la matière consolidée. Malgré certaines non-conformités avec le cahier des charges établi, les différents lots de TA6V et de C263 ont été acceptés.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Bibliographie

AFNOR. 1993. NF EN 23923-2. Détermination de la masse volumique apparente. Norme. 1993.

AFNOR. 2011. NF EN ISO 8130-2. Poudre pour revêtement - Partie 2 : détermination de la masse volumique à l'aide d'un pycnomètre à gaz (méthode de référence). Norme. 2011.

Armines, et al. 2013. Procédé de fabrication additive de pièces par fusion ou frittage de particules de poudre(s) au moyen d'un faisceau de haute énergie avec des poudres adaptées au couple procédé/matériau visé. 13/01591 4 Juillet 2013.

ASTM International. 2006. ASTM B527-06. Standard Test Method for Determination of Tap Density of Metallic Powders and Compounds. Norme. 2006.

ASTM International. 2013. ASTM E11-13. Standard Specification for Woven Wire Test Sieve Cloth and Test Sieves. Norme. 2013.

Barralis, Jean et Maeder, Gérard. 2002. Précis de métallurgie. [éd.] Nathan, AFNOR, 2002.

Bouvard, Didier et Bienvenu, Yves. 2002. Métallurgie des poudres, Hermès Science, 2002.

Bradley, D. 1973. On the atomization of liquids by high-velocity gases. Journal of Physics D: Applied Physics. 1973, Vol. 6, 14, p. 1724.

Chatelet, Jacques. 1996. Systèmes optroniques semi-actifs - Application du laser à la granulométrie. Techniques de l'ingénieur. 1996, Vol. E4410.

Chivel, Y. 2013. Optical in-process temperature monitoring of selective laser melting. Physics Procedia. 2013, Vol. 41, pp. 897–903.

Chivel, Yu. et Smurov, I. 2011. Temperature Monitoring and Overhang Layer Problem. Physics Procedia. 2011, Vol. 12, pp. 691–696.

Combres, Yves et Champin, Bernard. 1995. Traitement thermiques des alliages de titane. Techniques de l'ingénieur. 1995, Vol. M 1335.

Dembinski, L., et al. 2006. Élaboration de poudres métalliques pré-alliées par atomisation gazeuse, granulométrie et microstructure. SF2M. 2006.

Dunkley, John J. 1998. Atomization. [auteur du livre] Peter W. Lee, et al. ASM Handbook – Powder metal technologies and applications, ASM International, 1998, Vol. 7, pp. 32–52.

Eudier, Michel. 1994. Métallurgie des poudres - Généralités. Techniques de l'ingénieur. 1994, Vol. M 860.

Eylon, Daniel et Newman, Jeremy R. 1990. Titanium and Titanium Alloy Castings. [auteur du livre] Joseph R. Davis, et al. ASM Handbook – Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials. 10ème, ASM International, 1990, Vol. 2, pp. 634–646.

FALAFEL. 2011. FALAFEL_L2-1-1_SPECIFICATIONS_POUDRES. [Livrable de projet (rapport technique)], Livrable FALAFEL, 2011.

Frachon, Arnaud. 2002. Modélisation et Simulation Numérique de la Compression en Matrice de Poudres Métalliques. [PhD Thesis], INPG, 2002.

German, Randall M. 1994. Powder Metallurgy Science 2nd edition, Metal Powder Industries Federation, 1994.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Gomez, François et Saleh, Khashayar. 2012. Mise en forme des poudres - Séchage par atomisation. Principes. Techniques de l'ingénieur. 2012, Vol. J 2 256.

ISO. 1990. ISO 565. Tamis de contrôle - Tissus métallques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées - Dimensions nominales des ouvertures. Norme. 1990.

ISO. 2012. ISO/NP 3310-1. Tamis de contrôle - Exigences techniques et vérifications - Partie 1 : Tamis de contrôle en tissus métalliques. Norme. 2012.

Jardy, A., Hans, S. et Ablitzer, D. 2000. Détermination des températures de liquidus et de solidus d'alliages de titane par analyse thermique différentielle. La revue de métallurgie-CIT/Science et Génie des Matériaux. 2000, 97, p. 1021.

Jovanović, M. T., et al. 2006. The effect of annealing temperatures and cooling rates on microstructure and mechanical properties of investment cast Ti-6Al-4V. Materials and Design. 2006, Vol. 27, pp. 192–199.

Larousse. 2013. Dictionnaire en ligne Larousse. [En ligne] 2013. http://www.larousse.fr/dictionnaires/français/atomisation/6136.

Maisonneuve, Julie. 2008. Fabrication directe de pièces aéronautiques en TA6V et IN718 : projection et fusion sélective par laser, MINES-ParisTech, 2008. Thèse.

Masounave, Jacques, Hamel, François G. et Bathias, Claude. 1987. Nouveaux matériaux métalliques et nouveaux procédés de fabrication, Conseil national de recherches Canada, 1987.

Moll, J. H. et Yolton, C. F. 1998. Production of Titanium Powder. [auteur du livre] Peter W. Lee, et al. ASM Handbook – Powder metal technologies and applications, ASM International, 1998, Vol. 7, pp. 160–166.

Pirard, Eric. 2001. Granulométrie et Morphométrie des matériaux granulaires en laboratoire. Revue de l'Industrie Minérale : Les Techniques. 2001.

Puente, Gérard et François, Philippe. 2011. Métallurgie des poudres appliquée aux pièces mécaniques. Techniques de l'ingénieur. 2011, Vol. M3400.

Singh, P. N. et Singh, Vakil. 1996. Influence of ageing treatment on work hardening behaviour of Ni-base superalloy. Scripta Materialia. 1996, Vol. 34, pp. 1861–1865.

Taubenblat, Pierre W. 1998. Chemical and Electrolytic Methods of Powder Production. [auteur du livre] Peter W. Lee, et al. ASM Handbook – Powder metal technologies and applications, ASM International, 1998, Vol. 7, pp. 67–71.

Vilaro, Thomas. 2011. Fabrication directe de pièces aéronautiques et spatiales en Nimonic 263 et A360 par le procédé de fusion sélective par laser : approche thermique, microstructurale et mécanique, MINES-ParisTech, 2011. Thèse.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Chapitre IV Étude du recyclage

Résumé :

À l'issue d'une fabrication par SLM, on récupère d'une part les pièces générées mais aussi de la poudre non consolidée qui a été étalée dans la machine et plus ou moins affectée par le laser. Il peut être intéressant de revaloriser cette poudre, par exemple en la réutilisant pour effectuer d'autres fabrications. Cette étude du recyclage ne porte que sur la poudre de TA6V du fait qu'il s'agit d'un matériau sensible à l'environnement et à l'humidité.

Ce chapitre présentera la démarche mise en œuvre dans l'étude du recyclage de la poudre pour le procédé SLM. Les propriétés mécaniques et la composition des pièces fabriquées à partir de poudres recyclées seront investiguées pour voir si ces pièces répondent encore aux exigences du secteur aéronautique. D'autre part, l'évolution de la poudre récupérée et recyclée sera étudiée, tant au niveau de sa morphologie et de sa taille que de sa composition. C'est très certainement l'analyse fine des rebuts qui donne à ce chapitre tout l'intérêt d'une telle étude qui de prime abord est plus industrielle que scientifique.

Sommaire :

IV.1 Présentation de l'étude 131
IV.1.1 Intérêts du recyclage de la poudre 131
IV.1.2 Démarche et mise en œuvre de l'étude 132
IV.1.2.1 Mise en place de l'étude 132
IV.1.2.2 Présentation de la procédure de recyclage 133
IV.2 Évolution des propriétés mécaniques des pièces fabriquées à partir de la poudre recyclée 139
IV.2.1 Essais de traction 139
IV.2.1.1 Présentation des moyens d'essais 139
IV.2.1.2 Résultats 141
IV.2.2 Essais de dureté 151
IV.3 Évolution de la poudre au fil des recyclages 155
IV.3.1 Bilan massique de l'étude du recyclage 155
IV.3.2 Évolution de la taille, morphologie et composition de la poudre 158
IV.3.2.1 Poudre recyclée 160
IV.3.2.2 Poudre rebutée lors du tamisage du bac de fabrication et du cendrier. 164

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

IV.4 Effet de la dilution de la poudre recyclée sur les propriétés mécaniques des pièces.....172
IV.5 Conclusion du chapitre 179

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Dans une optique de minimisation des coûts, il peut être intéressant de réutiliser la poudre précédemment mise en machine afin de relancer des productions. Toutefois, il a été dit dans le Chapitre III que la qualité de la poudre était un paramètre très important quant à la santé matière de la pièce fabriquée par SLM. Il est nécessaire de vérifier que la réutilisation de la poudre n'influe pas trop sur ses propriétés pour que ces dernières répondent toujours au cahier des charges.

IV.1 Présentation de l'étude

Comme cela a été décrit dans le Chapitre I, les procédés de fabrication additive sont intéressants sur le plan économique et environnemental car, contrairement à l'usinage, il n'est pas nécessaire d'enlever de la matière et de traiter puis reconditionner les copeaux. Seule la matière correspondant au volume de la pièce est consolidée. Bien que ceci soit vrai pour tous les procédés de fabrication additive, il faut nuancer car cette quantité de matière n'est pas la seule nécessaire pour pouvoir fabriquer la pièce. Il arrive en effet qu'un petit peu plus de matière soit nécessaire au démarrage de la fabrication. En DMD par exemple, le débit massique de poudre passe obligatoirement par un régime transitoire avant d'atteindre la valeur paramétrée et de lancer la fabrication. De plus, l'alimentation en poudre ne s'arrête pas lors de la coupure du laser entre les cordons. De ce fait, on utilise de la poudre qui ne sera pas comptabilisée dans le volume de la pièce. De même, il peut arriver que des quantités minimum de matière soient nécessaires pour amorcer les distributeurs, notamment dans le cas des procédés de dépôt fil, ce qui peut impliquer d'utiliser plus de matière qu'il n'en faudrait normalement dans le cadre d'une fabrication de très petit volume. D'une manière générale, on constatera toujours une perte de matière. Même si leur rendement de fusion est important, les procédés de type rechargement (*cladding*) engendreront toujours des pertes de poudre. Les procédés de type lit de poudre sont eux-aussi obligés d'utiliser plus de poudre que le volume servant à consolider la pièce. La récupération de la matière non consolidée pour la réutiliser est donc une problématique touchant les procédés de fabrication additive. C'est pour étudier cet aspect que le projet FALAFEL en a fait un de ses axes d'étude.

IV.1.1 Intérêts du recyclage de la poudre

Un des arguments commerciaux revenant souvent dans l'argumentaire des constructeurs de machines de fabrication additive est que ces technologies nous permettent de ne fabriquer "que ce qu'il [nous] faut", permettant ainsi de diminuer les pertes et coûts matière (Renishaw S.A.S., 2012). Dans le cas d'un procédé lit de poudre comme l'EBM ou plus particulièrement les procédés SLS ou SLM, le recyclage de la poudre est un paramètre très important vis-à-vis du chiffrage du coût du procédé.

En effet, la quantité de poudre à introduire dans la machine dépend directement de la surface du bac de fabrication et de la hauteur de la pièce à créer. Imaginons la construction par SLM d'un parallélépipède de 70 mm de haut, avec une section de 20*4 mm^2 (dans lequel peut être usiné une éprouvette de traction plate par exemple). Imaginons également la réaliser à l'aide d'une machine commerciale standard telle que la machine TrumaForm LF 250 commercialisée par Trumpf possédant un bac de fabrication cylindrique de 250 mm de diamètre. La surface du plateau de fabrication est donc de 491 cm^2, ce qui est faible comparé aux 2560 cm^2 qu'offre une machine de grande dimension telle que la XLine 1000R de Concept Laser testée dans le cadre du projet FALAFEL. Le volume de poudre à introduire dans le bac de fabrication de la LF 250 pour la fabrication du parallélépipède susmentionné est de 3,44 ℓ. Ajoutons à cela que la quantité de poudre étalée est généralement 30 % supérieure à la quantité de poudre effectivement mise en couche dans le bac de fabrication, le surplus étant entraîné dans le bac de trop-plein (aussi appelé cendrier) afin de s'assurer que le bac de fabrication est correctement rempli. La fabrication d'un parallélépipède unique nécessite donc d'utiliser 4,47 ℓ de poudre. Dans le cas d'un alliage de titane, par exemple le TA6V (de densité ρ = 4,43 g/cm^3),

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

et en tenant compte d'une porosité du lit de poudre de 50 % (cf. section III.2.3.2), cela revient à déposer 9,89 kg de poudre pour construire une pièce de moins de 25 grammes, et plus de 50 kg pour la XLine 1000R ! Bien évidemment, il serait complètement absurde d'utiliser une machine aussi grosse pour la fabrication d'une unique pièce de si petite taille. La plupart du temps, l'encombrement du bac de fabrication est optimisé et plusieurs pièces sont réalisées en même temps, la quantité de poudre à utiliser étant conditionnée par la hauteur de la pièce la plus grande selon son positionnement vis-à-vis de la direction de construction.

Toutefois, le point fort du procédé SLM est de pouvoir fabriquer des pièces de géométrie très complexes, notamment avec l'aide de l'optimisation topologique, ce qui implique des pièces plus légères que celles fabriquées par des procédés standard de mise en forme (car majoritairement composées de vide) bien qu'elles ne soient pas forcément moins hautes (cf. Figure IV-1). De ce fait, même si l'agencement des pièces est optimisé pour couvrir le plus de surface du plateau de fabrication, une grande partie de la poudre nécessaire à la fabrication ne sera pas fondue. Il est donc important de pouvoir réutiliser cette poudre afin de limiter les coûts matière. Cela permet de fortement rentabiliser les déchets de fabrication (à l'instar de la revalorisation des copeaux d'usinage) qui, compte-tenu du prix de la poudre neuve (plusieurs centaines d'euros le kilogramme pour certains matériaux) représente un coût non-négligeable. Un avantage par rapport à la revalorisation de copeaux d'usinage est que le SLM est exempt de bris d'outils et qu'une pollution de la matière à recycler par des éclats de carbures cémentés est improbable. Toutefois, il est nécessaire de savoir dans quelle mesure la réutilisation de la poudre non fondue peut impacter les propriétés mécaniques et la composition des pièces.

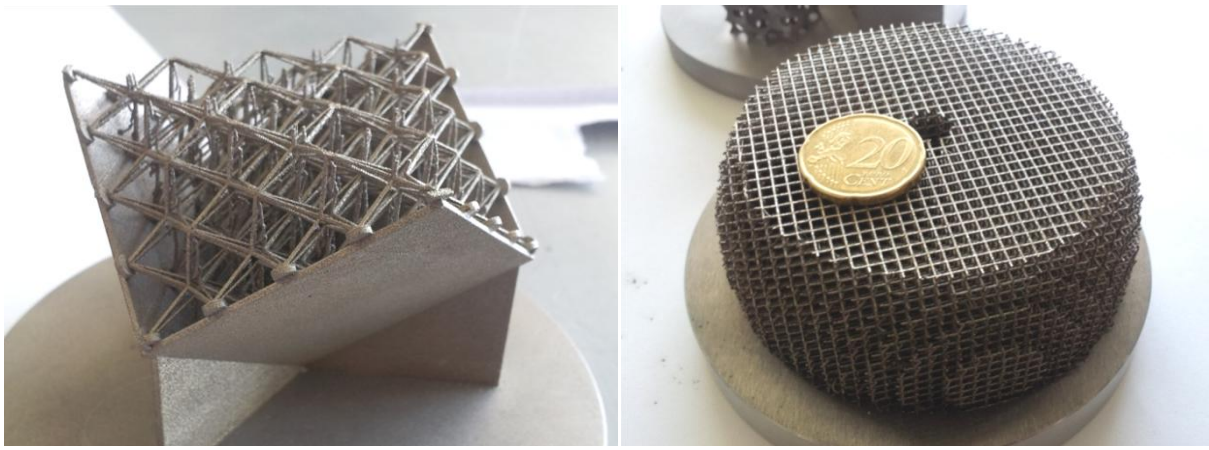


Figure IV-1 : Exemple de matériaux architecturés de structures dites *lattices* fabriquées par SLM au Centre des Matériaux

IV.1.2 Démarche et mise en œuvre de l'étude

Un des points forts du projet FALAFEL est l'étude du recyclage des poudres non fondues lors des mises en œuvre des deux procédés de fabrication additive phares du projet : DMD et SLM. L'étude du recyclage en DMD fait partie des travaux menés par T. Blanc (Blanc, 2016) et ne sera pas abordée dans le cadre de ce manuscrit.

IV.1.2.1 Mise en place de l'étude

Le principe de l'étude du recyclage est de réutiliser la poudre non fondue après une fabrication afin d'en alimenter une autre, générant ainsi à son tour de la poudre non fondue, etc. Ces fabrications successives consistent, entre autres (cf. section IV.1.2.2), à fabriquer, à iso-paramétrie de fabrication, des blocs parallélépipédiques dans lesquels seront usinées des éprouvettes de traction. Ces éprouvettes

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

permettront d'étudier l'évolution des propriétés mécaniques des pièces fabriquées avec de la poudre de plus en plus recyclée (*i.e.* ayant vu de plus en plus de passages en machine sans avoir été fondue). D'autre part, différents prélèvements sont effectués à chaque fabrication afin de suivre l'évolution de la poudre (tant au niveau de sa morphologie que de sa composition).

À chaque fabrication, il n'est pas possible de récupérer autant de poudre qu'on en a étalé du simple fait que l'on en fond une partie lors du lasage des pièces. Pour des raisons qui seront données dans la section IV.1.2.2 ci-dessous, toutes les fabrications de l'étude du recyclage ont été effectuées à la même hauteur totale de fabrication, conditionnée par la géométrie des éprouvettes à caractériser. Afin d'obtenir suffisamment de poudre recyclée X fois pour pouvoir lancer un cycle de fabrication d'éprouvettes (et recueillir de la poudre recyclée X+1 fois ensuite), il est nécessaire d'avoir réalisé au moins deux cycles de fabrication à partir de poudre recyclée X-1 fois, et 3 cycles à partir de poudre recyclée X-2 fois, etc. Plus on cherche à étudier un niveau de recyclage de la poudre avancé, plus il sera nécessaire de cumuler des cycles de fabrication, entraînant de ce fait une consommation de plus en plus conséquente de poudre neuve et une utilisation croissante de la machine.

Il serait plus simple de générer de la poudre non fondue à recycler en remplissant le bac de fabrication au-delà de la hauteur des pièces. Cependant les couches en surplus ainsi étalées ne verraient pas de lasage et seraient donc très peu affectées par leur passage en machine. Afin de limiter les quantités de poudre mises en œuvre tout en explorant un domaine de niveau de recyclage suffisamment large, il a été décidé d'étudier des pièces faites à partir de poudre recyclée jusqu'à 4 fois, ce qui permet de récupérer de la poudre recyclée 5 fois à la fin du dernier cycle.

Parmi les différents matériaux étudiés dans le projet, c'est le TA6V qui a été retenu pour l'étude du recyclage, en raison notamment de sa forte sensibilité à l'oxygène (cf.). Ainsi, si la poudre capte facilement l'oxygène, ceci devrait pouvoir se vérifier à partir d'un nombre de cycles moins important que pour un autre matériau étudié dans le projet bien moins sensible à l'oxygène.

IV.1.2.2 Présentation de la procédure de recyclage

Comme il a été dit ci-dessus, l'objectif de cette étude de recyclage est d'évaluer dans quelle mesure la réutilisation d'une poudre avide d'oxygène influe sur les propriétés mécaniques des pièces, leurs propriétés chimiques et sur la poudre, tant au niveau de sa morphologie que de sa composition chimique. Pour cela, une procédure a été définie dans un livrable FALAFEL (Vinson, et al., 2012) qui définit certaines appellations décrites ci-dessous. La procédure de recyclage est donnée en Annexe B. Comme il a été dit dans la section III.3.2.2, la poudre utilisée pour cette étude vient du lot 0974/3 approvisionné par MBDA auprès de TLS Technik GmbH & Co et a été tamisée à 75 µm afin de s'affranchir des éventuels défauts d'atomisation. Toutes les fabrications de l'étude du recyclage ont été réalisées sur la machine SLM TrumaForm LF 250 de Trumpf appartenant à Poly-Shape.

Afin de décrire convenablement cette étude, il est nécessaire de définir certaines notions. Ainsi la procédure de recyclage est définie en cycles et en séquences. Chaque cycle correspond à une fabrication de pièces. Chaque séquence correspond à un certain nombre de cycles de fabrication (au moins 1 et au plus 5), tous réalisés avec de la poudre au même niveau de recyclage (poudre neuve à la séquence A, poudre recyclée 1x à la séquence B, poudre recyclée 2x à la séquence C, etc.). Une schématisation de cet agencement de séquences et de cycles est montrée en Figure IV-2. Afin de faciliter la compréhension, les séquences sont référencées par des lettres et les cycles par des chiffres. Toutefois, par la suite, on pourra parler de séquence X+1 pour désigner la séquence suivant celle référencée sous la lettre X. De ce fait, on considèrera que A = 1, B = 2, etc.

Initialement, l'intégralité de l'étude du recyclage devait se faire d'une traite afin que la machine reste dans les mêmes conditions, notamment sans changer de matériau, ce qui pourrait entraîner une

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

contamination des bacs d'alimentation, de fabrication ou du cendrier. Cependant, suite à des soucis de planning (l'étude du recyclage prenant 15 jours d'utilisation machine), une interruption a été faite par Poly-Shape afin d'honorer une commande industrielle. La coupure s'est produite entre les cycles B4 et C1 et la commande concernait également des pièces en TA6V (fabriquées à partir d'une autre poudre de même granulométrie). Bien qu'il ait été souhaitable que l'étude du recyclage se fasse en une fois, cette interruption est un moindre mal.

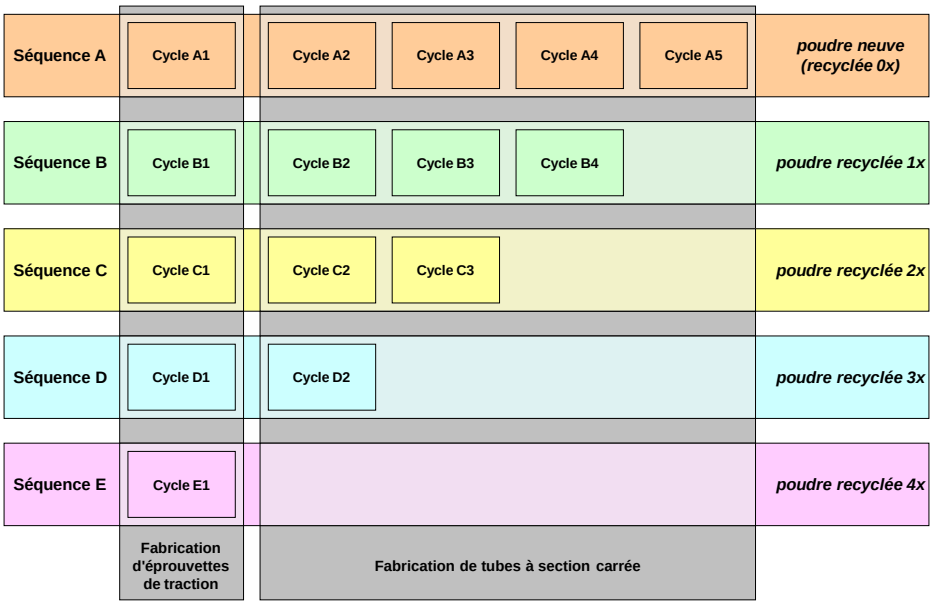


Figure IV-2 : Schématisation de l'étude du recyclage du TA6V sur la machine Trumpf LF 250 de Poly-Shape

Un des objectifs de cette étude est de caractériser les propriétés en traction des pièces fabriquées à partir de poudre recyclée. Pour cela, une partie des fabrications, (le premier cycle de chaque séquence, cf. Figure IV-2 et Figure IV-6) consiste en la réalisation de 8 parallélépipèdes de 70*4*20 mm^3 destinés à être usinés en éprouvettes de traction plates CEAT TP 5 (cf. Figure IV-3). Quatre de ces blocs sont positionnés en sens transverse (ST), c'est-à-dire dans la direction de construction, perpendiculaire au plateau ou substrat de fabrication. Les quatre autres blocs sont positionnés en sens long (SL), c'est-à-dire parallèles au substrat. Les procédés de fabrication additive étant connus pour leur anisotropie, la caractérisation mécanique doit se faire suivant au moins les deux directions SL et ST (Maisonneuve, 2008), (Vilaro, 2011) et (Le Falher, 2009).

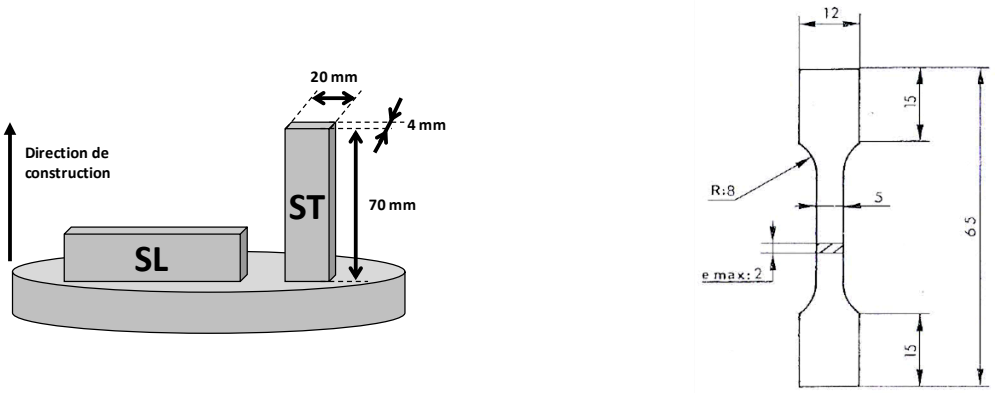


Figure IV-3 : Schématisation des blocs parallélépipédiques fabriqués aux cycles A1, B1, C1, D1 et E1, et géométrie des éprouvettes CEAT TP5

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

À la fin de chaque fabrication, on produit à la fois des pièces consolidées (de masse $m_{pièces\ fab,\ Xi}$), mais aussi de la poudre non fondue en différents endroits de la machine (cf. Figure IV-4). La poudre non consolidée restant dans le bac de fabrication (en rouge sur le schéma) a été affectée par sa proximité avec la surface balayée par le laser. Cette masse de poudre $m_{bac\ fab,\ Xi}$ (où Xi représente le cycle i de la séquence X) est récupérée **en fin de cycle** pour **être tamisée** sous argon et obtenir ainsi une masse de poudre recyclée X fois : $m_{recyclée,\ Xi}$ (recyclée 1 fois pour les cycles de la séquence A, 2 pour ceux de la séquence B, etc.). Cette opération de tamisage entraine le rebut d'une masse de poudre $m_{pertes\ tamis\ bac\ fab,\ Xi}$ constituée des particules trop grosses pour franchir le tamis. À la fin de chaque séquence X, la poudre recyclée à chacun des cycles a été mélangée pour obtenir la masse $m^{X}_{bac\ alim}$ qui est celle introduite dans le bac d'alimentation afin de pouvoir lancer la séquence suivante (à noter qu'au début de la séquence A, la masse $m^{0}_{bac\ alim}$ introduite dans la machine est constituée de poudre neuve). La masse $m^{X}_{bac\ alim}$ est donc la somme de toute la poudre recyclée un certain nombre de fois (une fois pour la séquence A, deux fois pour X = B, etc.) et qui alimente la séquence X+1. On notera aussi qu'une certaine quantité de poudre $m_{pertes\ fab,Xi}$ est perdue lors de chaque cycle du fait de l'évaporation de la matière lors du lasage et de la manutention de la poudre.

On peut noter aussi la présence de poudre dans le cendrier, ou bac de trop-plein, $m_{cendrier,\ Xi}$, constituée de la poudre en surplus lors de l'étalement des couches. Cette poudre se trouve éloignée du bac de fabrication et des pièces consolidées et ne devrait donc pas être très affectée par le lasage et donc sa composition, sa taille et sa morphologie sont censées être très proches de la poudre étalée dans le bac de fabrication. Afin de limiter les quantités de poudre mises en œuvre dans l'étude du recyclage, il a été décidé de réutiliser la poudre du cendrier aux cycles suivants d'une même séquence en la réinjectant dans le bac d'alimentation après tamisage. L'opération de tamisage entraine la génération d'une masse $m_{pertes\ tamis\ cendrier,\ Xi}$ de poudre rebutée lors du tamisage et d'une masse $m_{complément\ poudre\ recyclée\ X\text{-}1\ fois,\ Xi+1}$ de poudre ayant traversé le tamis et réinjectée dans le bac d'alimentation au cycle suivant, complétant ainsi la masse de poudre $m_{bac\ alim,\ Xi}$ restante dans le bac d'alimentation après le cycle Xi.

L'étude du recyclage amène à la définition d'un taux de dilution. En effet, il est possible de "couper" de la poudre recyclée avec de la poudre neuve. Ce taux de dilution est défini par l'Eq III-1 ci-dessus. Il est également possible de diluer la poudre recyclée avec de la poudre présentant un niveau de recyclage moindre. Un des objectifs de cette étude est de caractériser l'abattement des propriétés mécaniques des fabrications réalisées à partir de poudre recyclée. Diluer la poudre recyclée avec de la poudre neuve laisse supposer que l'abattement se fera de manière moins marquée au fil des séquences. C'est pourquoi l'étude du recyclage utilise un taux de dilution nul (aucune poudre neuve ou moins recyclée n'est ajoutée à la poudre récupérée).

$$\tau_{dilution} = \frac{m_{poudre\ neuve}}{m_{totale\ du\ mélange\ de\ poudre}} = \frac{m_{poudre\ neuve}}{m_{poudre\ recyclée} + m_{poudre\ neuve}} \qquad \textbf{Eq IV-1}$$

Compte-tenu de son affinité avec l'oxygène et pour des raisons de sécurité, conformément aux directives européennes ATEX (INRS, 2011), les opérations de tamisage de la poudre de TA6V provenant du cendrier ou du bac de fabrication se sont faites sous argon. La durée du tamisage a été fixée à 2h. L'utilisation d'un tamis dédié non seulement au TA6V, mais aussi à l'étude du recyclage a été préconisée afin d'éviter les risques de contamination. Une taille de tamis supérieure d'au moins 15 µm au d_{90} de la poudre a été recommandée afin de ne pas modifier la granulométrie de la poudre au tamisage. Étant donné que le lot de poudre 0974/3 utilisé pour l'étude du recyclage présente une granulométrie supérieure à celle spécifiée dans le cahier des charges (d_{90} = 56 µm au lieu de 45 µm), un tamis neuf de taille de maille de 75 µm (200 mesh (AFNOR, 1983)) a donc été utilisé. Sécurité

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

mise à part, le stockage et le tamisage de la poudre s'est fait sous argon afin de rester cohérent avec l'étude qui cherche à évaluer dans quelle mesure la réutilisation de poudre de TA6V d'une séquence à l'autre influe sur les propriétés mécaniques de la matière consolidée à chaque premier cycle et sur la poudre. L'oxydation ne doit venir que de la manipulation de la poudre et de son passage en machine et non d'une mauvaise condition de stockage. C'est pourquoi les paramètres opératoires machine et les conditions de manipulation sont ceux mis en œuvre par Poly-Shape dans le cas de pièces industrielles. Du fait de la conception de la machine Trumpf LF 250, la poudre non fondue peut être récupérée sous argon dans la machine par aspiration simultanée de la poudre du cendrier et de celle du bac de fabrication. Afin de récupérer séparément ces deux quantités de poudre, il n'y a pas d'autre solution que d'ouvrir l'enceinte, ce qui implique la rupture de l'atmosphère protectrice et l'exposition de la poudre à l'air ambiant. Ce contact a cependant été limité au maximum par l'opérateur, et est du même ordre de durée pour tous les cycles de l'étude. De plus, afin de limiter l'oxydation, un temps d'attente de quelques heures a été imposé avant chaque ouverture de l'enceinte pour laisser refroidir le bac de fabrication.

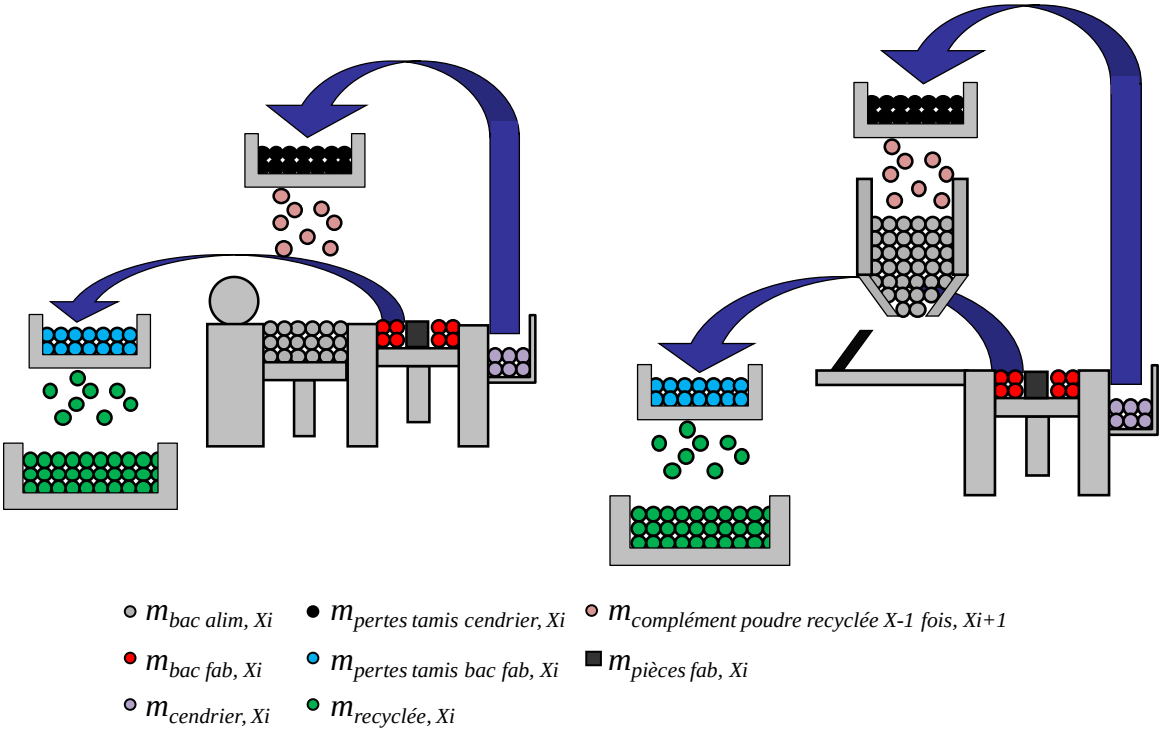


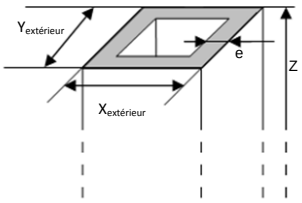
Figure IV-4 : Schématisation des quantités de poudre pouvant être recueillies dans la machine SLM après le cycle de fabrication Xi, dans le cas d'une machine à système d'alimentation par piston (à gauche) ou par trémie (à droite)

En plus de ceux destinés à la fabrication des éprouvettes, d'autres cycles ont été mis en œuvre afin de générer de la poudre recyclée (cycles i > 1 de chaque séquence). Il a été décidé d'étudier l'influence du lasage de la surface enveloppe d'une pièce (*i.e.* l'interface pièce/lit de poudre), sur les propriétés de la poudre récupérée. À cet effet, des tubes de section carrée dont "l'axe de révolution" est l'axe de construction ont été réalisés possédant différentes surfaces enveloppes (à raison de 5 tubes cycle). Peu importe sa séquence, à chaque numéro de cycle correspond une géométrie de tube particulière, c'est-à-dire que les cycles A2, B2, C2 et D2 correspondent chacun à la fabrication de 5 tubes de largeur et d'épaisseur donnée (cf. Figure IV-5). Ces géométries ont été définies à partir des dimensions des blocs pour éprouvettes afin d'avoir la même hauteur totale de fabrication et le même volume consolidé pour les 5 tubes que pour les 8 bloc d'éprouvettes. Ces conditions impliquent

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

également que la surface totale lasée est la même à chaque cycle. La stratégie de balayage utilisée ici est du type contour/remplissage, comme communément mis en œuvre en fabrication par SLM. Comme il a été indiqué au Chapitre I, cette stratégie consiste à laser l'intérieur de la pièce avec une paramétrie grossière offrant un temps de fabrication rapide et les contours avec une paramétrie plus fine permettant de mieux respecter la géométrie de la pièce et d'avoir un meilleur état de surface. L'étude de la surface enveloppe revient donc à étudier le rapport de la surface lasée en paramétrie de contour sur celle lasée en paramétrie de remplissage.

Afin de rester cohérent dans l'étude, toutes les fabrications (blocs d'éprouvettes aux premiers cycles et tubes à section carrée aux cycles suivants) ont été effectuées dans les mêmes conditions opératoires : même paramétrage de la machine, même opérateur, même poudre, etc. Chaque numéro de cycle a été effectué avec le même fichier CAO, peu importe sa séquence (le fichier CAO du cycle A1 a été réutilisé pour le cycle B1, C1, D1 et E1, etc.). Si le souhait initial était de construire les blocs et les tubes directement sur le plateau de fabrication, des raisons pratiques ont amené à utiliser des supports de fabrication. En effet, Poly-Shape ne disposait pas de suffisamment de plateaux de fabrication pour les 15 cycles de l'étude du recyclage. Par ailleurs, l'envoi du plateau avec les pièces pour découpe et rectification aurait entraîné une latence beaucoup plus grande pour l'étude du recyclage. Les supports de fabrication présentent l'avantage de permettre une séparation facile et rapide des pièces du plateau et ainsi gagner en délai en s'affranchissant d'une étape d'usinage de la surface du plateau (bien qu'il soit quand même sablé ensuite). Il est à noter que compte-tenu des différentes géométries de pièces d'un cycle à l'autre (éprouvettes SL et ST et tubes plus ou moins larges et épais), les fabrications n'ont pas pu être réalisées à iso-supports. Cependant, le nombre de ces supports a été ajusté de manière à minimiser les différences de volume des pièces d'un cycle à l'autre. Le volume des supports atteint 0,36 ± 0,06 cm^3 par cycle, ce qui reste négligeable comparé aux 44,8 cm^3 de matière consolidée pour les pièces à chaque cycle. Il en va de même en ce qui concerne leur surface enveloppe.



Séquences	**A, B, C, D**	**A, B, C**	**A, B**	**A**
Cycle	**2**	**3**	**4**	**5**
$X_{extérieur}$ (mm)	33,0	22,8	18,0	15,3
$Y_{extérieur}$ (mm)	33,0	22,8	18,0	15,3
e (mm)	1,0	1,5	2,0	2,5
Z (mm)	70	70	70	70
S_{env} (cm^2)	896,0	596,4	448,0	358,4

Figure IV-5 : Tubes de section carrée destinés à l'étude de l'influence de la surface enveloppe des pièces sur la poudre récupérée.

On peut donc arriver aux bilans massiques suivants :

$$\boldsymbol{m_{cendrier,Xi} + m_{bac\ fab,Xi} + m_{pièces\ fab,Xi} + m_{bac\ alim,Xi} + m_{pertesfab,Xi} = m_{bac\ alim,Xi-1} + m_{complement\ poudre\ recyclée\ X-1\ fois,Xi}} \quad \textbf{Eq IV-2}$$

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

$$\begin{cases} m_{cendrier,Xi} = m_{complément\ poudre\ recyclée\ X-1\ fois,Xi+1} + m_{pertes\ tamis\ cendrier,Xi} \\ m_{bac\ fab,Xi} = m_{recyclée,Xi} + m_{pertes\ tamis\ bac\ fab,Xi} \end{cases} \quad \textbf{Eq IV-3}$$

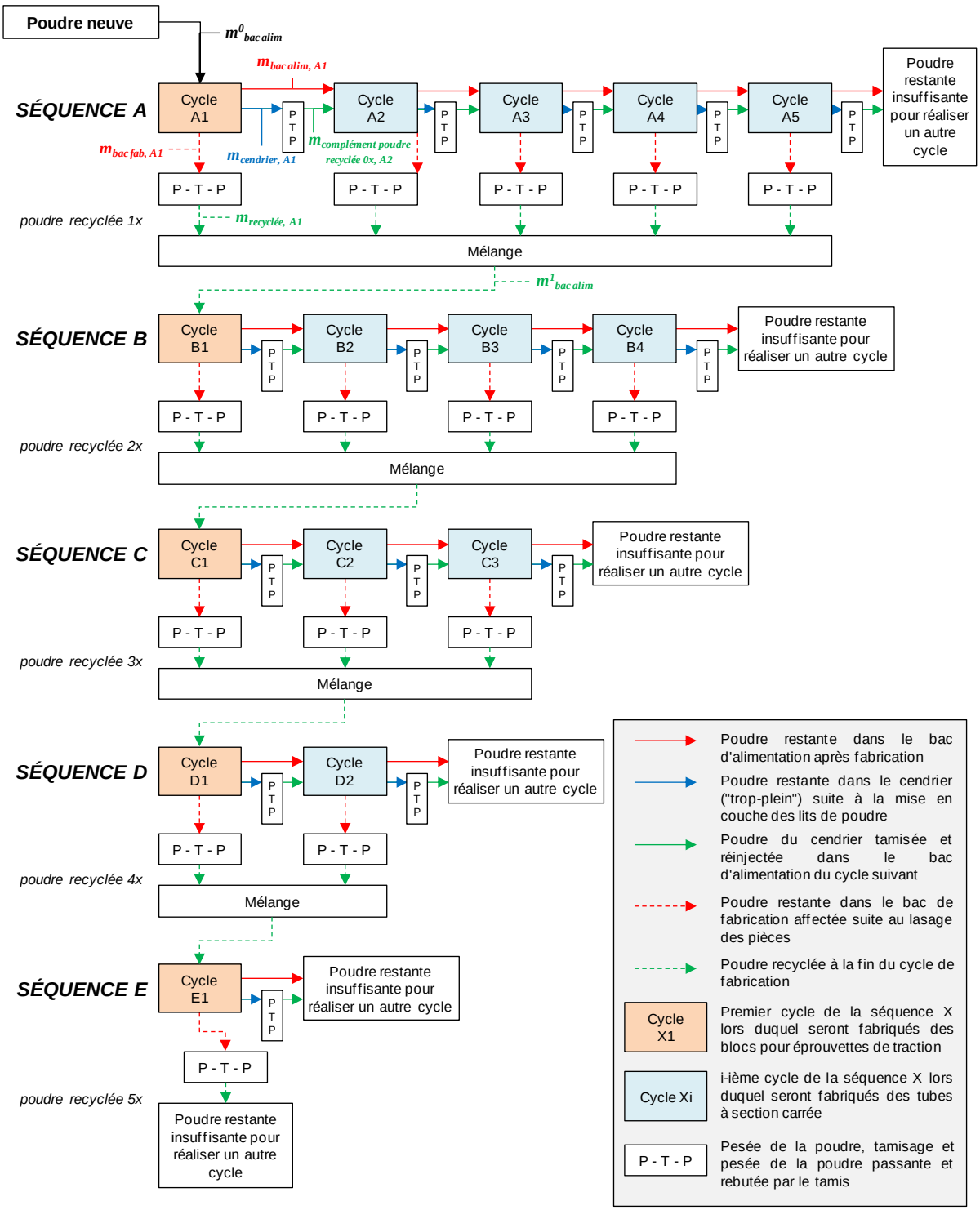


Figure IV-6 : Synoptique détaillé de l'étude du recyclage de la poudre de TA6V réalisé sur la machine Trumpf LF 250 de Poly-Shape

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

IV.2 Évolution des propriétés mécaniques des pièces fabriquées à partir de la poudre recyclée

Les blocs pour éprouvettes réalisés par Poly-Shape ont été, après leur séparation du plateau, retournés au Centre des Matériaux pour être usinées, sans post-traitement, en éprouvettes de traction plates CEAT TP5 (cf. Figure IV-3). Les tubes à section carrée ont également été retournés au Centre des Matériaux. On peut toutefois noter que contrairement à ce qui avait été défini dans le livrable décrivant la procédure de recyclage, les constructions n'ont pas été livrées brutes de fabrication mais on été sablées. Bien que ce sablage n'entraîne pas de modification notable des propriétés mécaniques (car les éprouvettes sont ensuite réusinées et les échantillons polis), l'état de surface des pièces s'en trouve fortement changé et l'étude de l'évolution de la rugosité avec la surface enveloppe n'a pas pu être menée.

IV.2.1 Essais de traction

IV.2.1.1 Présentation des moyens d'essais

Comme il a été dit ci-dessus, les blocs pour éprouvettes ont été usinés au Centre des Matériaux selon la norme CEAT TP5 qui est couramment utilisée par l'industrie aéronautique (CEAT, 1980). Les essais de traction en statique ont été menés à l'ambiante avec une vitesse de déformation de 0,001 s^{-1} sur une machine de traction Zwick/Roell ZMART.PRO équipée d'une cellule de 100 kN et de mors coniques auto-serrants. La déformation des éprouvettes a été suivie grâce à un extensomètre à couteaux présentant une longueur de jauge L_0 de 9,5 mm (cf. Figure IV-7).

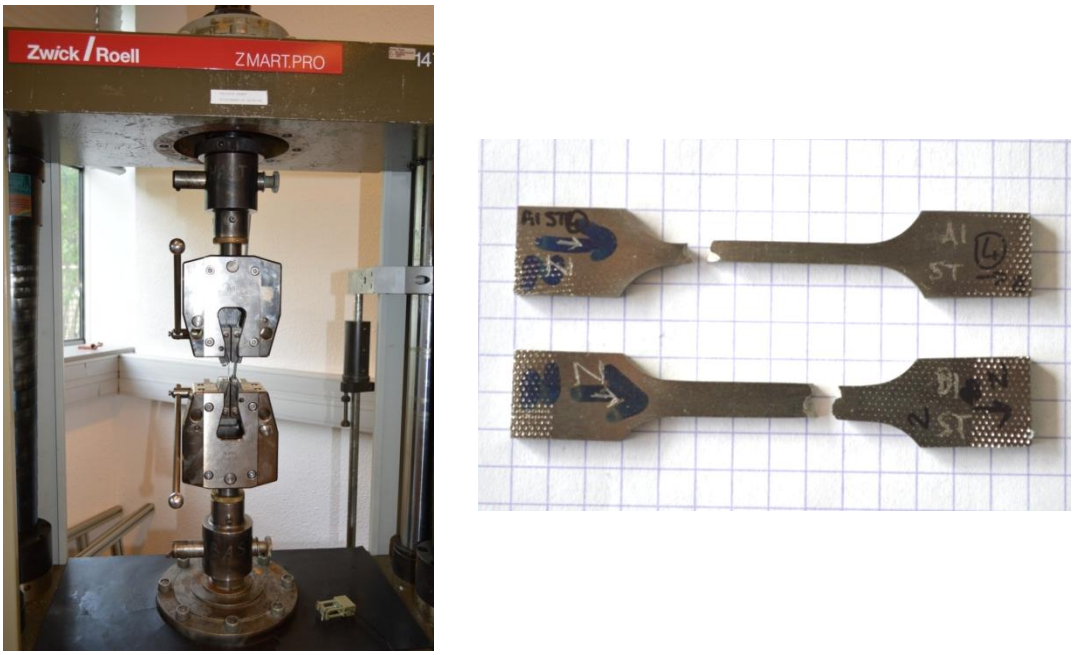


Figure IV-7 : Machine de traction utilisée pour la caractérisation mécanique des éprouvettes (à gauche), différence de géométrie entre les éprouvette A1-ST4 et B1-ST2 suite à un problème d'usinage (à droite)

Aucun traitement thermique n'a été entrepris sur les éprouvettes avant leur caractérisation. Elles sont en conséquence appelées éprouvettes "brutes de fabrication". Un traitement thermique basse température (BT) est généralement appliqué aux pièces fabriquées par SLM afin de diminuer les contraintes résiduelles. En effet, lors de l'avancée du front de solidification dans le bain liquide, le métal va se contracter et son volume diminuer d'un facteur $\Delta V_{solidification}$ (cf. Eq IV-4 où ρ_l est la masse

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

volumique du métal à l'état liquide et ρ_s celle à l'état solide). La présence de la matière déjà solidifiée aux couches précédentes sous-jacente au bain de fusion va contraindre la solidification du cordon en cours de fabrication, engendrant des contraintes résiduelles non-négligeables dans les pièces. Ceci est un phénomène bien connu dans la fabrication additive et existe dans d'autres familles d'alliages (Levy, et al., 2003), (Maisonneuve, 2008), (Longuet, 2010), (Vilaro, 2011).

$$\Delta V_{solidification} = 1 - \frac{\rho_l}{\rho_s} \qquad \textbf{Eq IV-4}$$

Le recuit de détensionnement standard appliqué en aéronautique pour le TA6V consiste en un recuit à 730°C / 2h avec refroidissement à l'air et permet de déstabiliser la phase α' pour former les phases d'équilibre α et β. Ce type de traitement BT permet la relaxation complète des contraintes résiduelles dans la pièce sans toutefois modifier trop sévèrement la microstructure. Le taux de relaxation des contraintes résiduelles dépend à la fois du temps de maintien et de la température : un maintien à 370°C pendant 50 heures ne permet la relaxation que de 20 % des contraintes résiduelles dans le TA6V (Gilbert, et al., 1991), alors qu'on peut les diminuer de plus de 95 % en maintenant l'alliage à 730°C pendant une heure (cf. Figure IV-8). Le traitement à 730°C présente donc l'intérêt d'un temps de traitement court, et est appliqué en fabrication directe avant la séparation des pièces et du plateau. On peut toutefois noter que ce traitement n'affecte pas la macrostructure (échelle du grain) mais qu'il ne permet pas de déstabiliser totalement la phase martensitique α' dans le cas de pièces SLM (Vilaro, et al., 2011).

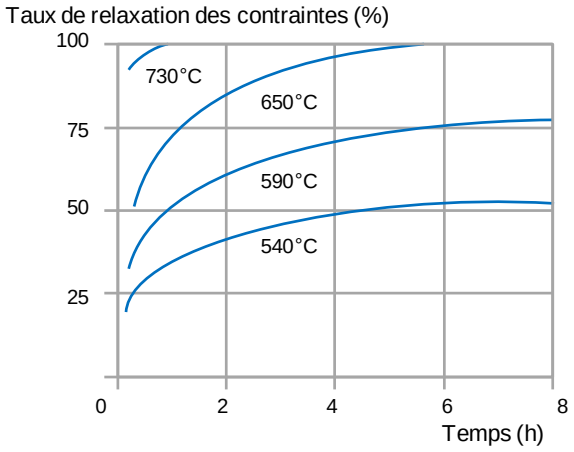


Figure IV-8 : Influence du temps et de la température sur la relaxation des contraintes résiduelles dans l'alliage TA6V (d'après (Combres, et al., 1995))

Puisqu'il n'a pas été prévu de les détensionner, les blocs pour éprouvettes présentaient des surépaisseurs afin de pouvoir pallier leur éventuelle déformation lors de leur usinage. De plus, des travaux précédents ont montré que des éprouvettes brutes de fabrication peuvent présenter de meilleures caractéristiques mécaniques que des éprouvettes traitées thermiquement, voire meilleures que les bruts de coulée, que ce soit en SLM ou en DMD (Maisonneuve, 2008) et pour différents alliages tels que les bases titane (Vilaro, et al., 2011), les bases nickel et les bases aluminium (Vilaro, 2011), (Le Falher, 2009). Les éprouvettes ont donc été rectifiées à la meule diamantée puis découpées en électro-érosion par fil (EDM pour *Electrical Discharge Machining*) à partir des blocs fabriqués au premier cycle de chaque séquence. Les éprouvettes ont été nommées d'après le formalisme suivant : A1-ST2 désignant l'éprouvette ST n°2 réalisée au cycle A1. Toutefois, un incident est survenu lors de

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

l'usinage par EDM (glissement des éprouvettes dans le mors de la machine) et a entraîné une section plus faible de la zone utile des éprouvettes A1-ST (cf. Figure IV-7). Les quatre éprouvettes A1-ST présentent donc une surface de 3*2 mm^2 au lieu des 5*2 mm^2 spécifiés pour les éprouvettes CEAT TP5. Toutefois, cette différence de section ayant été prise en compte lors du dépouillement des essais, les caractéristiques mécaniques des éprouvettes A1-ST sont comparables à celles des autres éprouvettes de l'étude.

Des jauges de déformation de Micro-Measurements & SR-4® ont été également collées sur les éprouvettes afin d'obtenir une valeur plus précise du module d'Young (E) et d'évaluer le coefficient de Poisson (ν). Toutefois, les résultats obtenus avec les jauges ont montré une non-reproductibilité de la mesure de E, la valeur obtenue par jauges étant 3 à 10 fois supérieure à la valeur obtenue par extensométrie. Le collage de la jauge, la chaîne de mesure et le dépouillement des essais ont été vérifiés sur un matériau de référence (composite résine/fibres de carbone) et ne sont donc pas à mettre en cause. Il est donc fort probable qu'il s'agisse plutôt d'un problème d'adhérence de la colle sur le matériau brut de fabrication et rectifié à la suite d'une redistribution des contraintes résiduelles lors d'une charge appliquée. Un problème similaire avait été observé lors des travaux de Thomas Vilaro sur le TA6V. Les caractéristiques mécaniques n'ont donc été obtenues qu'à partir des essais par extensométrie.

IV.2.1.2 Résultats

Les éprouvettes de traction usinées à partir de blocs bruts de fabrication par SLM à différents niveaux de recyclage ont donc été testées et suivies par extensométrie. L'évolution des propriétés mécaniques sont résumées en Figure IV-10, Figure IV-11 et Tableau IV-1. Ces figures contiennent également les valeurs obtenues pour le TA6V brut de fabrication par Vilaro *et al.* (Vilaro, et al., 2011), à savoir E_{Vil}, Rm_{Vil}, $Rp_{0,2\ Vil}$, et A_{Vil}. Le Tableau IV-1 comporte par ailleurs les valeurs des propriétés mécaniques pour le brut de forgeage et le brut de coulée d'après (Vilaro, et al., 2011) et (Lampman, 1990).

Bien que les valeurs soient fortement dispersées, le module d'Young (E) diminue très légèrement entre les éprouvettes fabriquées à partir de poudre neuve ou à partir de poudre recyclée. Il reste toutefois proche des valeurs trouvées dans la littérature pour les éprouvettes brutes de fabrication SLM (Vilaro, et al., 2011) et (Vrancken, et al., 2012), voire supérieur (Maisonneuve, 2008). L'alliage de TA6V obtenu par voies conventionnelles de mise en forme présente un module d'Young à l'ambiante autour des 110-115 GPa et peut monter jusqu'à 130 GPa, ce qui est comparable aux valeurs obtenues ici (Zhang, et al., 2001), (Wood, et al., 1972) et (Lee, et al., 1990). On notera toutefois que les traitements thermiques peuvent modifier la valeur du module d'élasticité du fait d'un changement des phases, des contraintes résiduelles ou de la taille des grains (Lee, et al., 1990). Au fil des recyclages de la poudre, on pourrait s'attendre à une augmentation de la teneur en oxygène des éprouvettes, surtout compte-tenu du fait que l'atmosphère protectrice n'a pas pu être maintenue en permanence durant la mise en œuvre de l'étude. Lee et Welsch ont montré que le module d'Young du TA6V varie linéairement avec la teneur en oxygène dissous dans l'alliage. Cette variation est donnée par l'Eq IV-5 où $E_0(TTH)$ est le module d'Young de l'alliage sans oxygène dissous pour le traitement thermique considéré, C_{ox} le coefficient directeur de la concentration d'oxygène dissous sur le module d'élasticité de l'alliage (C_{ox} = 13,5 GPa/% massique) et $[O]$ la concentration massique en pourcent d'oxygène dissous (Lee, et al., 1990). Comme énoncé au Chapitre II, les éléments d'alliage peuvent modifier les propriétés mécaniques du TA6V. Les éléments alphagènes (en insertion et en substitution) ont tendance à augmenter le module d'élasticité, tandis que les éléments bétagènes tendent à le faire diminuer. Si l'on admet que la poudre se contamine de plus en plus en oxygène au fil de ses réutilisations, cette augmentation du taux d'oxygène dissous n'est pas clairement mise en évidence par

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

nos valeurs de module d'Young. Cependant, un autre de type de contamination peut être envisageable lors du recyclage de la poudre, il s'agit de l'hydrogène qui est un élément bétagène. Sa limite de solubilité dans la phase β du TA6V se situe aux environs de 800 à 1000 ppm (1 %) en masse et, au-delà de cette valeur, il précipite sous forme d'hydrures entraînant une baisse de la ductilité et une fragilisation du matériau (Combres, 1999). Toutefois, la présence d'hydrogène dissous au sein de l'alliage ne semble pas particulièrement avoir d'influence sur le module d'Young (cf. section II.1.1.1.a), que ce soit en traction (Singh, et al., 2013) ou en compression (Shen, et al., 2014). Il est donc peu probable que la légère diminution du module d'élasticité puisse être due à une quelconque contamination. Compte-tenu de la dispersion des valeurs, aucun effet du recyclage sur les valeurs du module d'Young ne peut être retenu.

$$E = E_0(TTH) + C_{ox} * [O] \qquad \textbf{Eq IV-5}$$

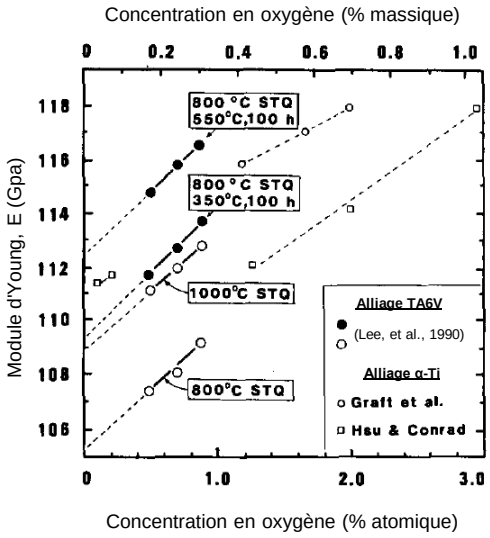


Figure IV-9 : Évolution du module d'Young en fonction de la teneur en oxygène dissous (d'après (Lee, et al., 1990))

Cycle		A1	B1	C1	D1	E1	(Vilaro, et al., 2011)	(Maisonneuve, 2008)	Brut de forgeage	Brut de coulée
Nombre de recyclages		0	1	2	3	4	0	0	0	0
E_{SL} E_{ST}	GPa	125±22 *118±5*	105±8 *114±11*	126±20 *105±15*	96±17 *117±33*	100±8 *112±25*	105±5 *102±7*	95±4 -	-	-
Rm_{SL} Rm_{ST}	MPa	1226±36 *1164±46*	1229±43 *1147±75*	1293±20 *1242±7*	1305±21 *1253±15*	1310±15 *1278±12*	1206±8 *1166±25*	1174±2 -	995-993	980-1000
$Rp_{0,2\ SL}$ $Rp_{0,2\ ST}$	MPa	978±248 *1103±47*	1081±228 *1008±97*	1119±139 *1135±24*	1125±69 *1125±40*	1209±24 *1074±144*	1137±20 *962±47*	1109±6 -	930-924	865-896
A_{SL} A_{ST}	%	7,1±2,5 *3,9±2,6*	9,2±3,5 *6,2±2,1*	7,2±2,1 *4,0±0,5*	5,1±1,1 *3,3±1,0*	5,0±1,1 *5,0±0,2*	7,6±2 *1,7±0,3*	7±1 -	14	13,5-8
n_{SL} n_{ST}	-	0,043±0,005 0,049±0,020	0,035±0,004 0,045±0,027	0,037±0,014 0,072±0,032	0,068±0,019 0,110±0,087	0,059±0,021 0,061±0,003	- -	- -	-	-

Tableau IV-1 : Évolution de propriétés mécaniques des éprouvettes fabriquées dans le sens long et dans le sens transverse à partir de poudre de plus en plus recyclée

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

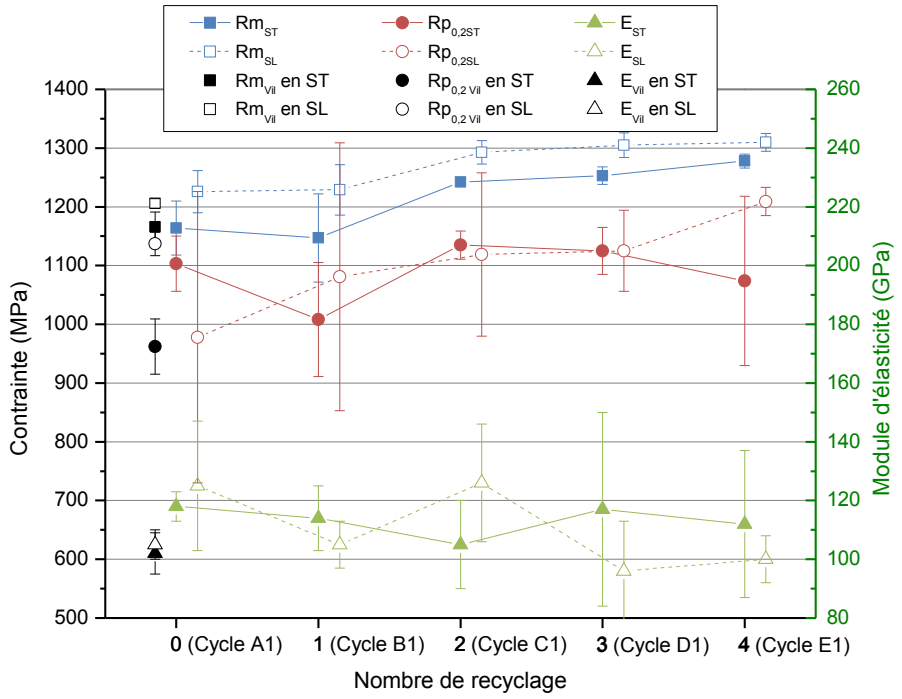


Figure IV-10 : Évolution du module d'Young, de la limite d'élasticité à 0,2 % et de la résistance maximale à la traction d'éprouvettes fabriquées dans le sens long et dans le sens transverse à partir de poudre de plus en plus recyclée

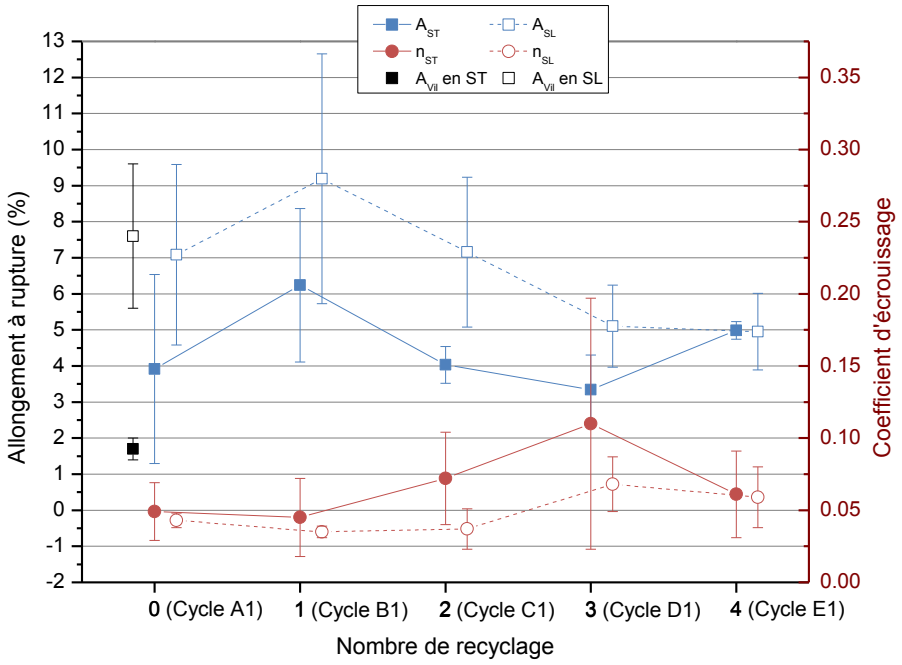


Figure IV-11 : Évolution de l'allongement à rupture et du coefficient d'écrouissage des éprouvettes fabriquées dans le sens long et dans le sens transverse à partir de poudre de plus en plus recyclée

Les essais mécaniques montrent que la résistance maximale à la traction augmente significativement avec le niveau de recyclage de la poudre (cf. Figure IV-10), ce qui serait en accord

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

avec une augmentation de la contamination en oxygène au fil des séquences (cf. Chapitre II). Cette tendance est également visible sur la limite élastique à 0,2 % de déformation, bien que moins marquée. Toutefois, comme la valeur de $Rp_{0,2}$ dépend lors de son dépouillement du module d'Young, elle présente également une forte dispersion. Comme dans le cas du module d'élasticité, les éprouvettes faites avec la poudre non recyclée (cycle A1) présentent des valeurs de R_m et de $Rp_{0,2}$ du même ordre que celles obtenues dans les travaux de Vilaro (Vilaro, et al., 2011).

On peut également noter sur la Figure IV-10 que les valeurs Rm_{SL} sont supérieures aux valeurs Rm_{ST} indépendamment du recyclage de la poudre. Cette anisotropie de résistance mécanique évoquée plus haut est typique des procédés de fabrication additive et est due à la plus grande criticité des défauts de fabrication en ST qu'en SL (on rappellera que les éprouvettes sont brutes de fabrication SLM et qu'aucune cicatrisation des défauts par compression isostatique à chaud n'a été entreprise). En effet, les défauts de fabrication (indépendants du matériau) habituellement rencontrés dans les pièces fabriquées par SLM sont des porosités de deux types : gaz occlus et manques de fusion et/ou de matière. Les premiers sont dus à un emprisonnement de gaz au sein du bain qui n'a pas eu le temps de remonter à la surface du liquide avant sa solidification. Ils sont de taille variable et de forme sphérique. Les seconds sont dus à une mauvaise maîtrise du procédé, et leurs formes sont variables de même que leurs tailles. Le manque de fusion résulte du piégeage d'une portion non fondue du lit de poudre dans la partie consolidée de la pièce, bien qu'il soit possible qu'une partielle refusion des particules non fondues puisse avoir lieu lors du lasage des couches suivantes. Cela peut être dû à une diminution de la puissance laser, ou à un mauvais choix d'écart-vecteur trop juste (taux de recouvrement proche de zéro, voire négatif). Ce défaut se caractérise la plupart du temps par une porosité dans laquelle on distingue des particules de poudre non fondues. Les manques de matière, eux, résultent d'un mauvais étalement de la couche de poudre sur le plateau de fabrication dû à un mauvais approvisionnement de la poudre du bac d'alimentation. Ils peuvent aussi provenir d'un obstacle sur la surface du bac de fabrication ou bien encore d'un endommagement de la surface du rouleau de mise en couche entraînant un sillon à la surface du bac après étalement de la poudre. Cette absence de matière n'est pas totalement comblée lors du lasage de la couche suivante et il s'en suit des porosités dans la pièce.

La plupart du temps, les manques de fusion ou de matière sont orientés parallèlement au substrat (en SL). Cependant, si un manque de matière résulte d'un mauvais choix d'écart-vecteur qui se répète d'une couche à l'autre, le défaut peut se répéter couche après couche et induire une porosité plus longue dans la direction de construction Z que dans le plan XY (cf. Figure IV-12). Comme les éprouvettes ont été usinées au centre des blocs fabriqués avec des surépaisseurs, les défauts en Z observés sur cette figure ont très peu de chance d'être présents dans l'éprouvette de traction (l'interface contour/remplissage se retrouvant dans les chutes d'usinage). Les défauts présents dans les éprouvettes sont donc en sens long. Lors de la traction des éprouvettes ST, ces défauts auront tendance à s'ouvrir alors qu'ils auront tendance à se fermer lors de la traction des éprouvettes SL. Cela explique pourquoi les propriétés mécaniques des éprouvettes sont moins bonnes en sens transverse qu'en sens long.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

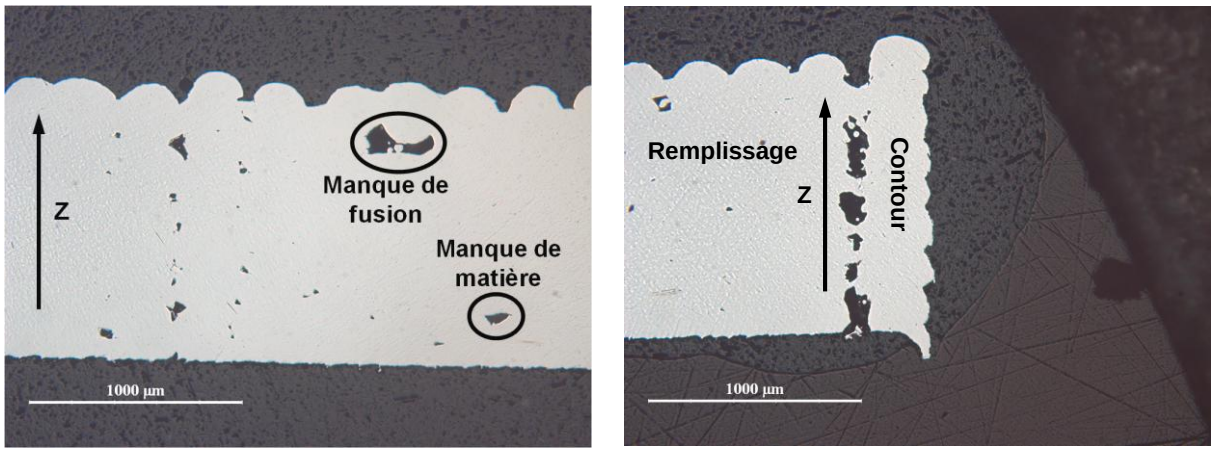


Figure IV-12 : Défauts repérés dans les chutes d'usinage des éprouvettes C1-SL polies et observées au MO proche de la face supérieure des blocs fabriqués (à gauche) et proche de l'interface contour/remplissage (à droite)

On peut également constater que la moitié des éprouvettes ST présentent une déformation plastique limitée sur les courbes contrainte-déformation (cf. Figure IV-13), certaines se cassant même avant l'apparition de la striction, ce qui entraîne des valeurs d'allongement à la rupture plus faibles en ST qu'en SL. Malgré cette différence, on peut constater que les valeurs d'allongement à rupture sont plus faibles pour les éprouvettes SL de la séquence E que celles de la séquence A (cf. Figure IV-11). Une contamination plus forte en oxygène dans le TA6V entraîne aussi une diminution de l'allongement à la rupture, voire une rupture totalement fragile dans le cas d'un alliage à microstructure α' présentant plus de 2200 ppm d'oxygène (Yan, et al., 2014). La Figure IV-11 et la Figure IV-13 exposent clairement l'anisotropie du procédé SLM suivant la disposition des pièces sur le plateau de fabrication. Dans le cas d'une absence totale de défauts dans la pièce, c'est la direction de croissance des grains qui dicte une éventuelle anisotropie du comportement mécanique. Il s'agit alors d'une anisotropie microstructurale et non plus une anisotropie de défauts de construction. Dans le cas du SLM, la croissance des grains est colonnaire et orientée dans la direction de construction. Cette macrostructure est visible sur la Figure IV-14 après un polissage miroir et attaque chimique au Kroll pendant quelques dizaines de secondes. La microstructure est 100 % martensitique α' comme habituellement obtenue pour le TA6V avec le procédé de fusion sélective par laser. Cela est dû à la vitesse de trempe très sévère du matériau lors de sa fabrication par SLM, supérieure à 10^4 $K.s^{-1}$ (Vilaro, et al., 2011). L'anisotropie des propriétés mécaniques, liée aux grains colonnaires (d'environ 110 µm de large sur quelques millimètres de long peu importe le cycle), est susceptible d'être conservée après traitement thermique de détensionnement (Vilaro, 2011). Il peut néanmoins être souhaitable de travailler avec le brut de fabrication SLM et se servir de cette anisotropie macrostructurale et de la finesse de la microstructure pour l'orientation des pièces dans le bac de fabrication de façon à ce que le plus grand axe des grains soit parallèle à la direction de chargement, en particulier lorsqu'il s'agit de pièces tournantes travaillant à chaud.

Dans notre cas cependant, des défauts ont été repérés durant l'examen des chutes d'usinage des éprouvettes de traction ainsi que durant celui de leurs faciès de rupture (cf. Figure IV-15 et Figure IV-16). Ce sont donc ces défauts, plus que l'orientation des grains, qui gouvernent le faible allongement à rupture (et la dispersion des valeurs obtenues) des éprouvettes ST par rapport aux éprouvettes SL comme l'avaient aussi observé Chlebus *et al.* (Chlebus, et al., 2011). Ces défauts servent de site d'amorçage pour la rupture. Leur taille peut varier d'une dizaine à plusieurs centaines de microns de large. Un tel type de défaut peut être cicatrisable par une opération de compression isostatique à chaud (CIC), bien que ce soit une opération coûteuse et potentiellement dommageable

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

pour la pièce si ce traitement n'est pas bien fait. En effet, l'opération de CIC va réduire les porosités internes de la pièce, pouvant conduire à une augmentation de la pression du gaz dans le défaut si on ne laisse pas suffisamment diffuser le gaz occlus dans le matériau porté à haute température. Qui plus est, si ces porosités en surpression sont proches de la surface, notamment entre le contour et le remplissage (cf. Figure IV-12), l'éclatement de l'enveloppe de la pièce peut se produire au cours de l'opération de CIC.

On peut noter que les défauts présents sur les faciès de rupture se situent dans le plan XY (surface du lit de poudre), car leur orientation et leur taille varient selon qu'il s'agisse d'une éprouvette SL ou ST (cf. Figure IV-16). On remarquera aussi que la stratégie de balayage 0°/90° d'une couche à l'autre est visible, preuve que ces défauts peuvent apparaître sur différentes couches successives.

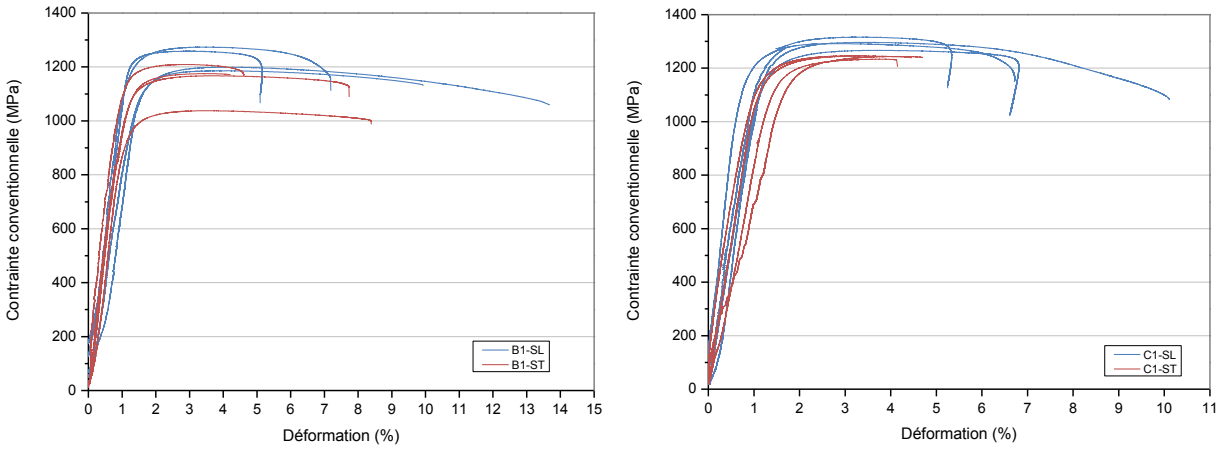


Figure IV-13 : Courbes contrainte-déformation des éprouvettes de traction des cycles B1 et C1

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

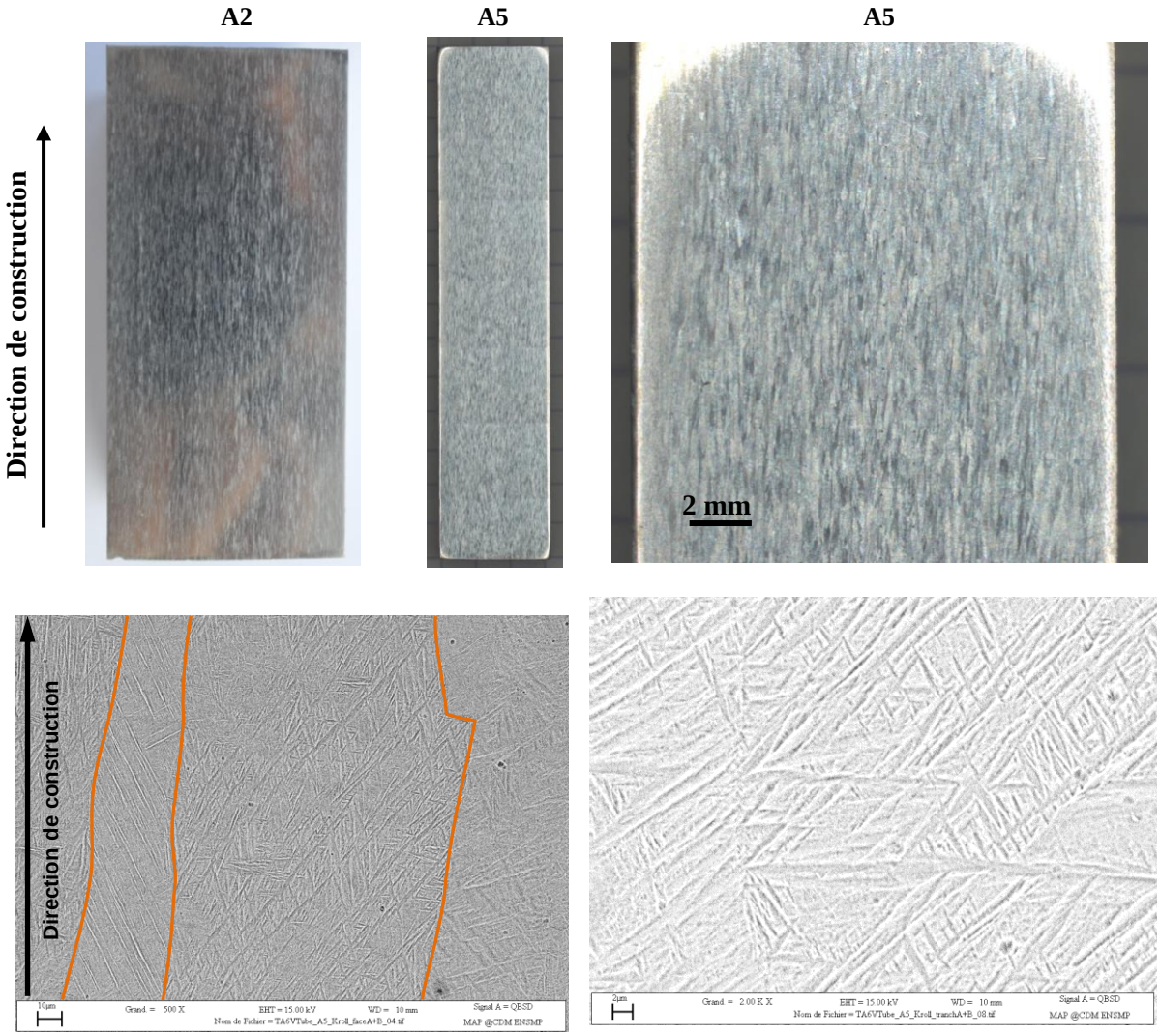


Figure IV-14 : Croissance colonnaire typique des fabrications SLM observée au MO après attaque chimique sur les tubes A2 (à gauche) et A5 (au milieu), détail de la macrostructure du tube A5 (à droite) et microstructure martensitique α' observée au MEB en mode BSE après attaque chimique sur le tube A5 (en bas)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

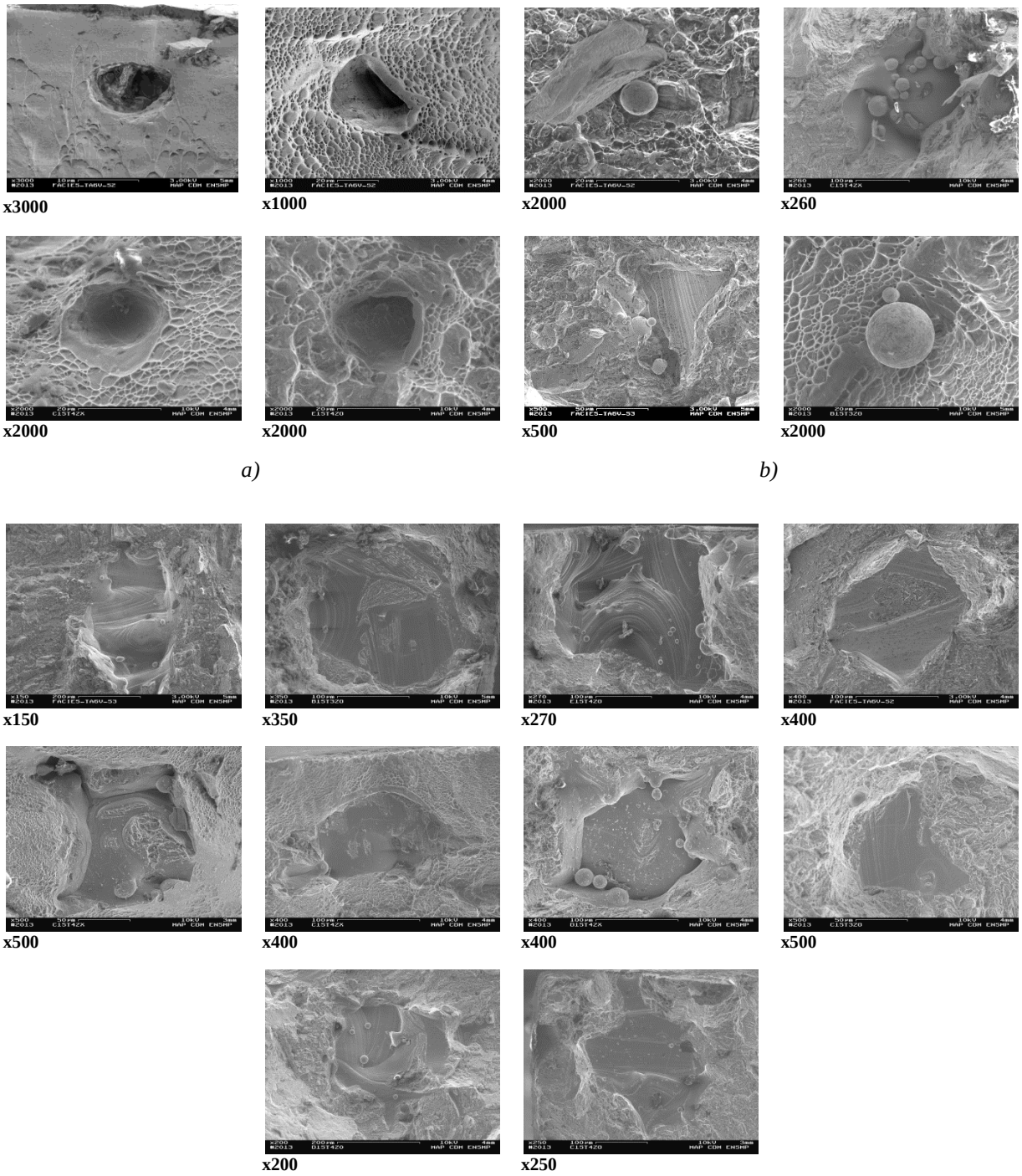


Figure IV-15 : Défauts observés sur les faciès de rupture des éprouvettes ST : porosités de diamètre avoisinant la taille des particules de poudre (a), particules infondues de taille avoisinant celle de la poudre (b), et manques de fusion de surface étendue dont la longueur représentative est la largeur du cordon (c)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

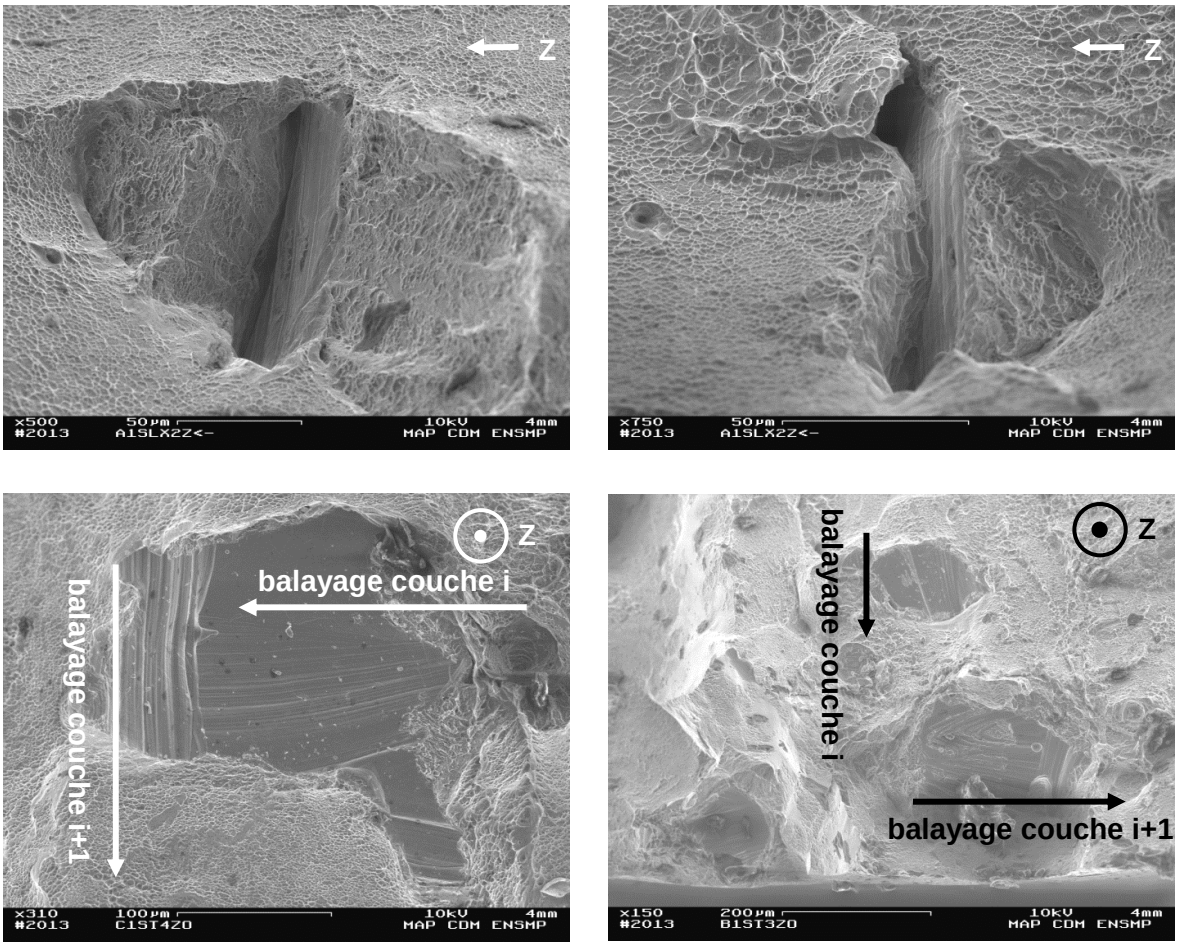


Figure IV-16 : Manque de liaison ou de dilution entre les couches apparaissant sur les faciès de rupture des éprouvettes SL (en haut) et sur les éprouvettes ST à différentes couches (en bas)

On peut constater la présence de zones lisses sans cupule sur les faciès de rupture des éprouvettes ayant cassé rapidement bien avant la striction. Ces zones lisses peuvent ou non contenir des porosités, tout comme les zones ductiles à cupules (cf. Figure IV-17 et Figure IV-18). Ce sont ces défauts qui induisent la rupture à la suite d'une forte concentration de contraintes autour de pores de différentes tailles, et notamment dans le cas de défauts au contour constitué d'arêtes vives.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

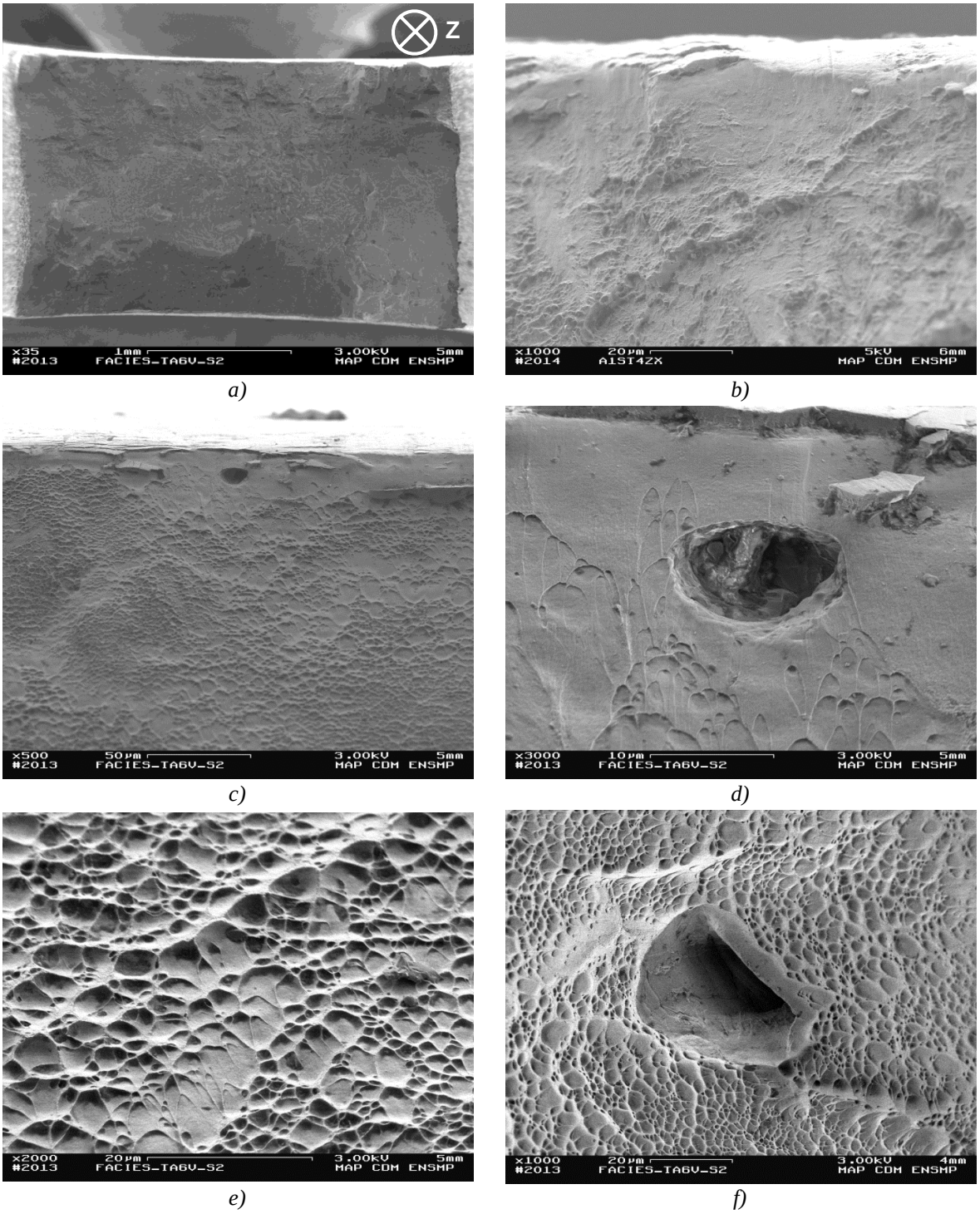


Figure IV-17 : Ensemble du faciès de rupture de l'éprouvette A1-ST2 (a) ayant cassé trop tôt (A = 1,27 %), présentant des zones lisses (b à d) dans lesquelles peuvent se trouver des défauts (c et d) et des zones ductiles à cupules (e et f) dans lesquelles peuvent également se trouver des porosités (f)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

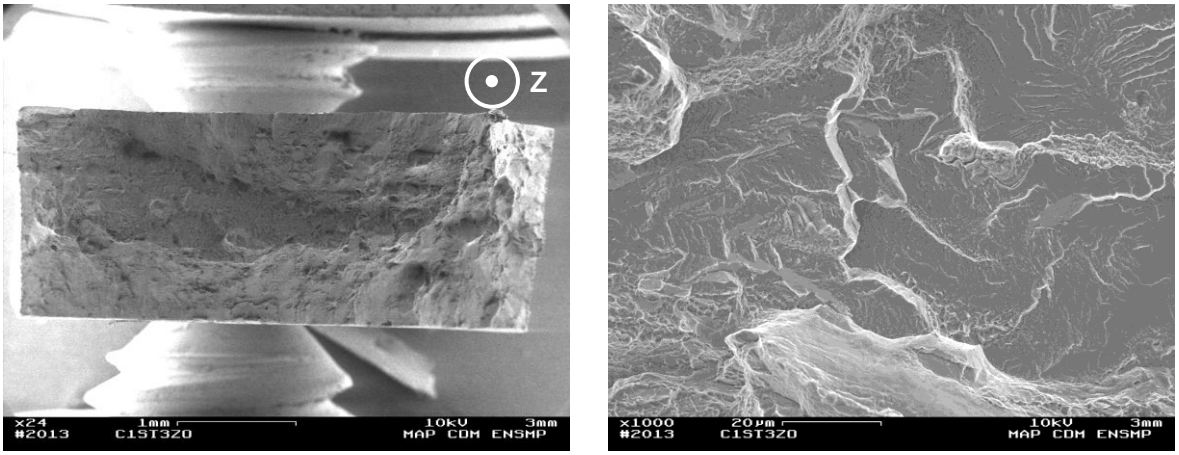


Figure IV-18 : Faciès de rupture de l'éprouvette C1-ST3 ayant cassé avant la striction (A = 3,47 %) présentant une zone fragile

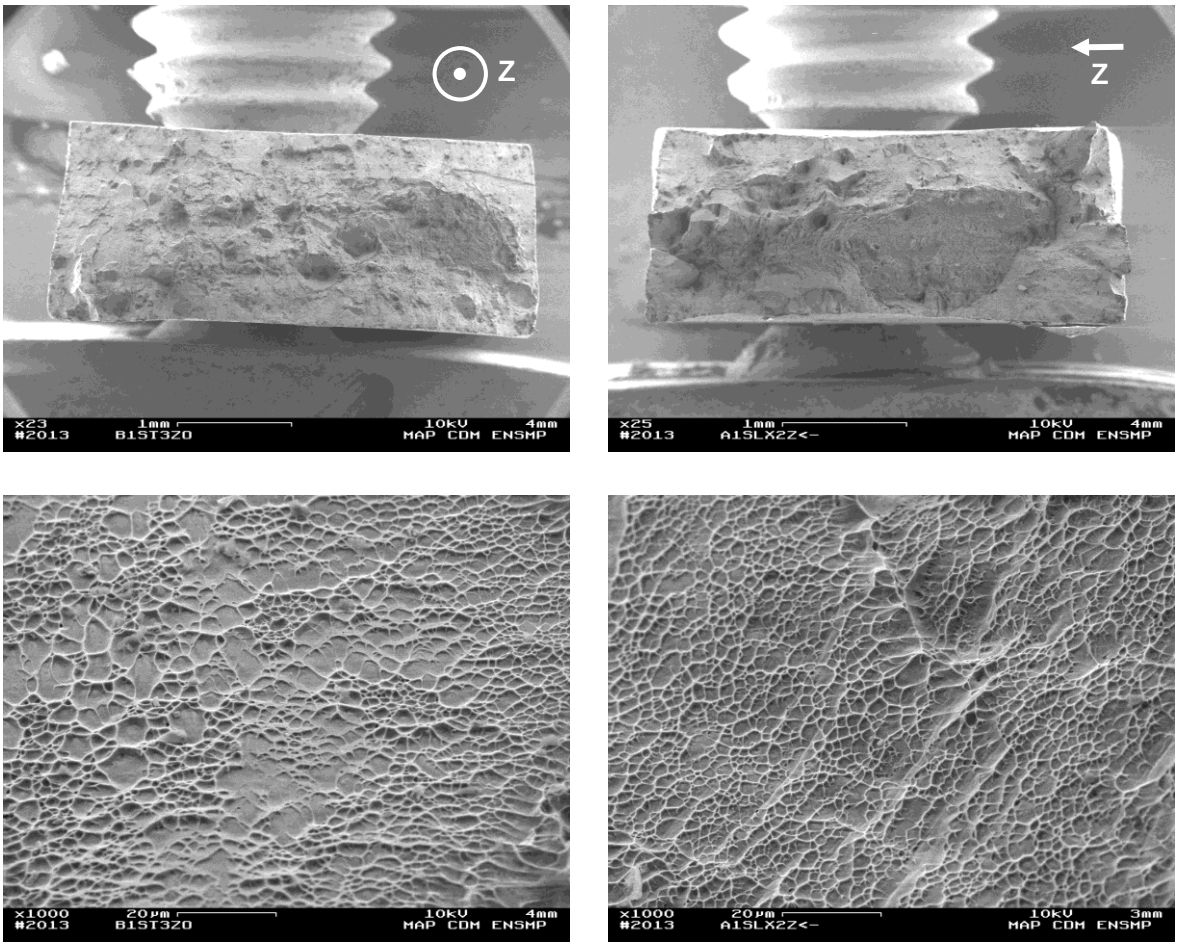


Figure IV-19 : Faciès de rupture des éprouvettes B1-ST3 (à gauche) et A1-SL2 (à droite) ayant cassé après la striction (A > 8 %) et ne présentant pas de zone fragile

IV.2.2 Essais de dureté

En complément des essais de traction, des essais de dureté ont été entrepris sur les chutes d'usinage des éprouvettes brutes de fabrication. Ces essais ont été effectués au moyen d'un microduromètre numérique Buehler équipé d'une pointe Vickers en diamant sur laquelle est appliquée

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

une charge de 2 kg pendant 10 secondes. Les chutes d'usinage des éprouvettes de traction ont été enrobées et polies miroir. Les résultats de dureté Vickers sont présentés en Figure IV-20. On peut constater que si ces valeurs de dureté sont assez proches entre les éprouvettes ST et SL, les propriétés mécaniques montrées en section IV.2.1.2 le sont aussi, soulignant que les valeurs de dureté rendent compte de l'anisotropie mécanique. Ces valeurs de dureté sont bien supérieures à celles obtenues par Vilaro *et al.* pour une microstructure brute de fabrication SLM (Vilaro, et al., 2011). Cette différence de dureté provient peut-être du fait que les duretés ont ici été réalisées à partir des chutes d'usinages de faible épaisseur issue des éprouvettes de traction. Les tubes A2 (d'épaisseur 1 mm), enrobés et polis affichent une dureté moyenne égale à $HV_2 = 390 \pm 11$, ce qui est proche de la dureté obtenue sur la poudre brute d'atomisation (cf. section III.3.2.4), tandis que les tubes A5 (d'épaisseur 2,5mm) ont une dureté moyenne égale à $HV_2 = 349 \pm 14$, ce qui est plus proche des 354 ± 8 obtenus par Vilaro *et al.*. On peut noter qu'il n'y a pas de différence notable de microstructure ou de macrostructure entre les tubes de faible épaisseur et ceux de forte épaisseur. Quoiqu'il en soit, tous les échantillons obtenus à partir de ces chutes d'éprouvettes ont été préparés de la même façon, ce qui permet, malgré un écart par rapport aux autres valeurs obtenues sur pièces massives, de pouvoir comparer ces résultats entre eux.

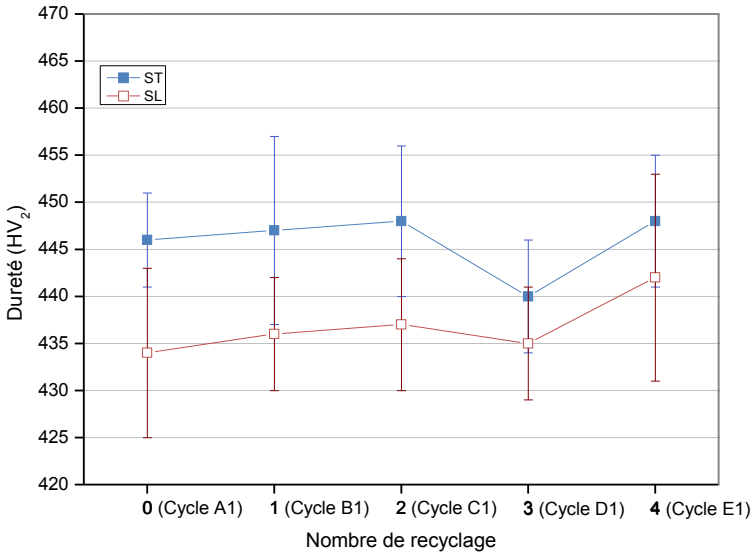


Figure IV-20 : Dureté Vickers des éprouvettes suivant leur direction de fabrication et leur niveau de recyclage

On peut noter que la dureté Vickers semble augmenter avec le niveau de recyclage de la poudre utilisée pour faire les pièces, mais la tendance est peu marquée. L'augmentation, même légère, de la dureté ainsi que de la résistance maximale, *Rm*, va dans le sens de l'augmentation de l'oxygène dans le TA6V. Toutefois, il est possible de relier la dureté Rockwell, *HRC*, du TA6V trempé à l'eau depuis le domaine β à sa teneur massique en oxygène dissous ([*O*]) d'après la Figure IV-21 (Kahveci, et al., 1986). Des essais Rockwell sous 150 kgf ont donc été menés sur des chutes d'éprouvettes de chaque séquence et ont conduit aux résultats présentés en Figure IV-22. Dans le cas d'un alliage de titane α + β stable, il existe une relation entre la dureté Vickers (*HV*) et la dureté Rockwell (*HRC*). Par ailleurs, les équations de Hickey expriment la résistance maximale à la traction Rm en fonction de la dureté (Vickers ou Rockwell). Ces formules, dans le cas du TA6V, sont présentées dans l'Eq IV-6 (ASM International, 2000). Les essais de dureté Rockwell ont ici été menés sur d'autres chutes d'éprouvettes que les essais de dureté Vickers, ce explique que la Figure IV-20 et Figure IV-22 ne satisfassent pas l'Eq IV-6. Toutefois, les mêmes niveaux de recyclage ont été étudiés.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

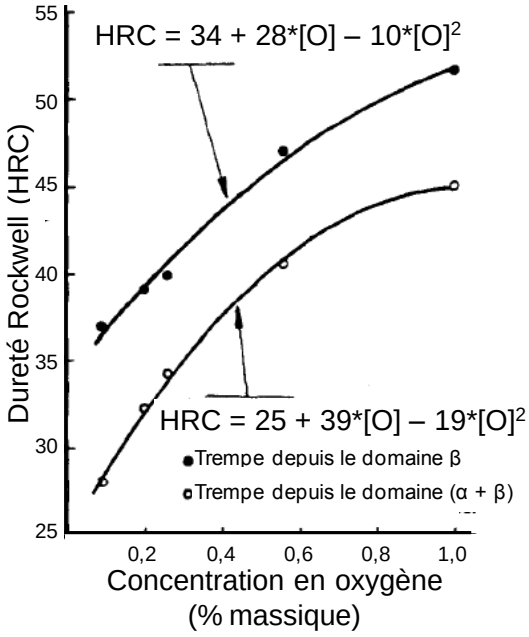


Figure IV-21 : Dureté Rockwell du TA6V trempé depuis le domaine β et depuis le domaine (α + β) en fonction de la concentration massique en oxygène dissous dans l'alliage (d'après (Kahveci, et al., 1986))

$$\begin{cases} HRC = 0,078 * HV + 8,1 \\ Rm = 1,55 * HV + 503,3 \\ Rm = 35,65 * HRC - 266,15 \end{cases} \quad \textbf{Eq IV-6}$$

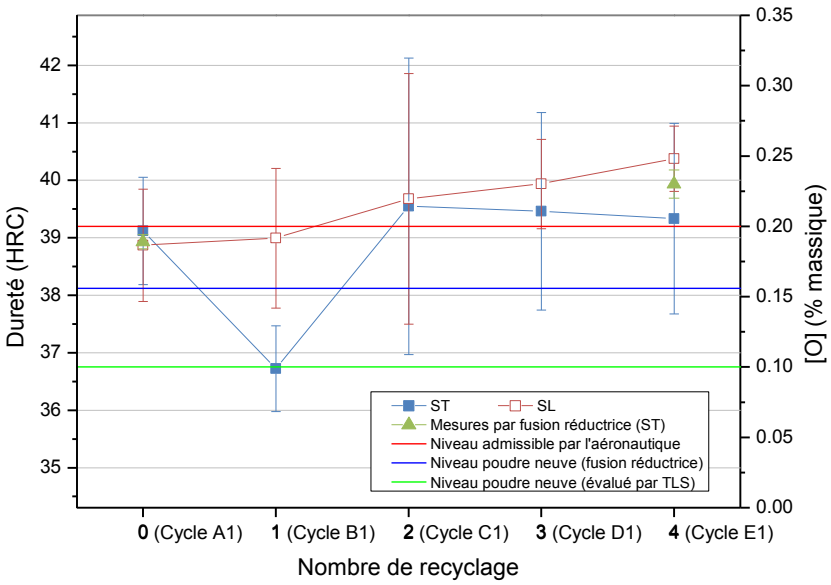


Figure IV-22 : Dureté Rockwell et taux d'oxygène dissous calculé des éprouvettes suivant leur direction de fabrication et leur niveau de recyclage

La valeur du taux d'oxygène dissous obtenue à partir de la formule de Kahveci *et al.* n'est pas une méthode très précise car il s'agit d'une méthode indirecte consistant à appliquer un modèle à des résultats expérimentaux. On peut observer que la valeur de $[O]$ obtenue par l'équation de Kahveci *et al.* pour les éprouvettes ST fabriquées à partir de poudre recyclée une fois (cycle B1) est inférieure au taux d'oxygène contenu dans la poudre neuve et mesuré par fusion réductrice (cf. Chapitre III), ce qui

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

est très improbable. Cette différence est plutôt à mettre sur le compte d'une imprécision de la valeur de dureté (elle ne s'observe d'ailleurs pas sur les mesures de microdureté Vickers), probablement due à des porosités au sein de l'échantillon.

Une détermination de la quantité d'oxygène dissoute dans les pièces a été entreprise par fusion réductrice et absorption infrarouge (cf. Tableau III-13). On avait constaté au Chapitre III que la composition de la poudre neuve du lot 0974/3 (MBDA) respectait les spécifications FALAFEL hormis le taux d'oxygène. On peut noter d'après le tableau ci-dessous que les pièces fabriquées avec de la poudre neuve (éprouvettes A1-ST) présentent un enrichissement en oxygène et en azote. L'évolution du taux d'hydrogène aurait pu être une donnée intéressante à évaluer car la précipitation d'hydrures peut jouer sur les propriétés mécaniques (cf. IV.2.1.2), mais cet élément n'a pas été quantifié lors des analyses. Les éprouvettes réalisées à partir de poudre recyclée 4 fois (éprouvettes E1-ST) présentent un taux d'oxygène encore plus élevé que celui des éprouvettes réalisées à partir de poudre neuve. Après quatre recyclages, le taux d'oxygène dépasse la limite admissible des 2000 ppm pour les pièces aéronautiques en TA6V. On peut également noter que les valeurs mesurées par fusion réductrice présentent une différence avec les valeurs obtenues à partir de la dureté de près de 250 ppm pour le cycle E1, l'analyse par fusion réductrice étant la plus exacte, car il s'agit d'une méthode directe. Cette méthode étant également plus onéreuse que la dureté, elle n'a pu être utilisée que pour deux cycles de fabrication (A1 et E1).

On peut noter au regard des données du Tableau III-13, des microstructures, et des résultats de traction que l'on peut avoir une teneur supérieure à 2200 ppm d'oxygène avec une microstructure martensitique α' sans pour autant que la rupture soit totalement fragile comme le précisaient Yan *et al.* (Yan, et al., 2014).

Elément	Ti	Al	V	Fe	O	C	N	H	Y
TA6V standard	Bal.	5,50–6,75	3,50–4,50	0,3 max	0,2 max	0,08–0,10	0,05–0,07 max	0,0125 max	0,005 max
Spécifications poudre FALAFEL	Bal.	5,50–6,75	3,50–4,50	0,3 max	0,08 max	0,08–0,10	0,05–0,07 max	0,0125 max	0,005 max
Poudre neuve	Bal.	6,01 ± 0,18	4,26 ± 0,13	0,03 ± 0,005	0,156 ± 0,005	0,010 ± 0,001	0,010 ± 0,001	*non quantifié*	–
Éprouvettes A1-ST	Bal.	6,06 ± 0,18	4,20 ± 0,13	0,04 ± 0,005	0,189 ± 0,005	0,010 ± 0,001	0,022 ± 0,003	*non quantifié*	–
Éprouvettes E1-ST	Bal.	5,99 ± 0,18	4,25 ± 0,13	0,04 ± 0,005	0,230 ± 0,01	0,013 ± 0,001	0,022 ± 0,003	*non quantifié*	–

Tableau IV-2 : Composition chimique (en % massique) des éprouvettes ST fabriquées à partir de poudre neuve (cycle A1) et de poudre recyclée 4 fois (cycle E1) obtenue par ICP-AES et fusion réductrice

Au regard de la Figure IV-22, on peut s'apercevoir que cette limite avionable est déjà dépassée à partir du cycle C1 (éprouvettes fabriquées avec de la poudre recyclée 2 fois). Cependant, il est à rappeler que la procédure de recyclage est extrêmement sévère. En effet, non seulement la poudre entre en contact avec l'atmosphère ambiante lors de l'ouverture de la machine pour la récupérer, mais le taux de dilution utilisé est nul. La procédure mise en œuvre visait à affecter la poudre en le moins de cycle possible tout en restant relativement proche d'une utilisation machine industrielle. L'ouverture de l'enceinte et la rupture de l'atmosphère protectrice étaient néanmoins nécessaires pour pouvoir récupérer la poudre en différenciant celle du bac de fabrication de celle du cendrier (cf. section

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

IV.1.2.2). Rappelons que lorsque Poly-Shape fabrique des pièces en TA6V, la poudre est récupérée et stockée sous atmosphère protectrice, et est manipulée dans des boîtes à gants en surpression d'argon. Cette procédure industrielle mise en œuvre par Poly-Shape devrait permettre à la poudre de s'oxyder moins vite qu'au cours de cette étude. En application industrielle, la poudre du bac de fabrication est aspirée en même temps que celle du cendrier pour être stockée sous atmosphère protectrice. De plus, industriellement parlant, il serait plus logique de couper la poudre récupérée avec de la poudre neuve afin de "diluer" les effets d'une éventuelle contamination (ce qui se passe lors du mélange cendrier-bac de fabrication pour la Trumpf en utilisation standard). C'est pourquoi des éprouvettes réalisées à partir de poudre diluée ont été fabriquées puis caractérisées afin de comparer leurs propriétés mécaniques à celles des éprouvettes réalisées à partir de poudre non diluée (cf. section IV.4).

IV.3 Évolution de la poudre au fil des recyclages

Si l'étude de l'évolution des propriétés mécaniques des pièces faites à partir de poudre recyclée X fois est intéressante à mener pour des raisons évidentes, l'étude de l'évolution de la poudre recyclée en elle-même n'est pas à négliger. En effet, il a déjà été démontré l'importance des caractéristiques de la poudre vis-à-vis des pièces issues de la fabrication additive. C'est pourquoi l'évolution de la taille, de la morphologie, de la microstructure et de la composition de la poudre sont à observer.

IV.3.1 Bilan massique de l'étude du recyclage

Conformément à ce qui a été défini dans la procédure de recyclage (cf. section IV.1.2.2) et au livrable FALAFEL (Vinson, et al., 2012) présenté en Annexe B, les masses de poudre recueillies suivant leur localisation ont été pesées avant et après tamisage, de même que les pertes retenues au tamis et la masse de poudre consolidée (celle des pièces) à chacun des cycles d'une séquence donnée, ce qui a permis d'établir un bilan massique du procédé. Une partie de ces masses de poudre est donnée dans le Tableau IV-3 ci-dessous. Les mesures ont été effectuées sous argon et ont une précision d'une dizaine de grammes. Cependant, les pertes au tamisage du cendrier ($m_{pertes\ tamis\ cendrier,\ Xi}$) sont très faibles et ont été mesurées au gramme près.

Cycle	**A1**	**A2**	**A3**	**A4**	**A5**	**B1**	**B2**	**B3**	**B4**	**C1**	**C2**	**C3**	**D1**	**D2**	**E1**
S_{env} **(cm²)**	***252,8***	***896,0***	***596,4***	***448,0***	***358,4***	***252,8***	***896,0***	***596,4***	***448,0***	***252,8***	***896,0***	***596,4***	***252,8***	***896,0***	***252,8***
$m_{bac\ fab,\ Xi}$	9,25	7,56	9,30	9,60	9,40	9,36	9,28	9,25	9,59	9,87	9,58	9,61	9,45	9,72	9,58
$m_{recyclée,\ Xi}$	8,75	7,20	8,95	9,18	9,05	8,59	8,92	8,90	9,29	8,82	9,10	9,45	9,10	9,28	9,12
$m_{cendrier,\ Xi}$	5,70	5,10	4,60	4,70	5,60	5,00	5,20	4,50	5,20	5,10	5,70	6,00	5,50	6,30	5,30
$m_{pertes\ tamis\ cendrier,\ Xi}$	0,032	0,019	0,021	0,027	0,027	0,029	0,017	0,025	0,026	0,025	0,017	0,025	0,025	0,020	0,025

Tableau IV-3 : Masses de poudre (en kg) recueillies au cours de l'étude du recyclage du TA6V

Il est à noter que la mise en couche du cycle A2 a différé des autres cycles. Suite à une initiative de l'opérateur en charge de la machine afin de limiter la quantité de poudre utilisée, l'étalement de la poudre ne s'est pas faite sur la totalité du plateau de fabrication. Elle s'est néanmoins faite sur une largeur suffisante pour fabriquer les tubes à section carrée. On peut aussi remarquer que les volumes des fabrications sont faibles par rapport au volume total du bac de fabrication de la machine Trumpf : chaque fabrication présente un volume consolidé de 44,8 cm^3 contre un volume du bac de fabrication de 3436 cm^3 pour la hauteur de construction considérée (soit à peine 1,3 % du

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

volume). De même, la géométrie des pièces étant très basique, leurs surfaces enveloppes sont très faibles par rapport à celles que peuvent présenter des pièces très architecturées comme celles présentées en Figure IV-1. On rappellera que toutes les fabrications sont effectuées à iso-hauteur (7 cm) et à iso-volume consolidé (44,8 cm^3). Notons enfin que la poudre a été étalée en fort surplus afin de s'assurer de la qualité de la mise en couche, ce qui explique que les masses de poudre dans le cendrier sont élevées vis-à-vis de celles restantes dans le bac de fabrication.

En connaissant les masses de poudre avant et après tamisage, il est possible de définir, pour le cycle i de la séquence de recyclage X, un taux de pertes au tamisage du cendrier $\tau_{pertes\ tamis\ cendrier,\ Xi}$ (cf. Eq IV-7) et un taux de recyclage de la poudre $\tau_{recyclage\ bac\ fab,\ Xi}$ (cf. Eq IV-8). On considèrera négligeables les pertes de poudre engendrées par sa manipulation. Ce taux de recyclage correspond à la fraction de la poudre non fondue récupérée dans le bac de fabrication qui est réutilisable du point de vue de sa granulométrie. La poudre du cendrier a été considérée comme ayant peu été affectée thermiquement par le laser et a donc été réutilisée, après tamisage, en complément pour le cycle suivant (cf. Figure IV-6). La poudre rebutée lors du tamisage du cendrier peut donner des indications quant à l'apparition de défauts dans le bac de fabrication au cours du lasage qui auraient pu être entraînés vers le cendrier à la couche suivante. La notion des taux permet d'intégrer à ces résultats le cycle A2 même si sa mise en couche a différé et que les masses de poudre recueillies alors sont plus faibles.

$$\tau_{pertes\ tamis\ cendrier,\ Xi} = \frac{m_{pertes\ tamis\ cendrier,\ Xi}}{m_{cendrier,\ Xi}} \qquad \textbf{Eq IV-7}$$

$$\tau_{recyclage\ bac\ fab,\ Xi} = 1 - \frac{m_{pertes\ tamis\ bac\ fab,\ Xi}}{m_{bac\ fab,\ Xi}} = \frac{m_{recyclée,\ Xi}}{m_{bac\ fab,\ Xi}} \qquad \textbf{Eq IV-8}$$

Il est également possible de définir la valeur $\tau_{cendrier/bac\ fab,\ Xi}$ pour chaque cycle (cf. Eq IV-9) qui définit le rapport entre la masse de poudre récupérée dans le cendrier à la fin du cycle i de la séquence X, comparée à la masse de poudre récupérée dans le bac de fabrication. Dans notre cas, ce rapport se situe à environ 56,8 ± 5,8 % en moyenne sur l'intégralité de l'étude. Ce taux peut être utilisé comme un indicateur de la qualité de l'étalement de la poudre. En effet, un rouleau en carbure cémenté (comme celui qui équipe la machine Phénix PM100 du Centre des Matériaux) nécessite de prélever moins de poudre qu'un système utilisant une brosse à poils de carbone (comme pour la machine LF 250 de Poly-Shape). De ce fait, à même volume de bac de fabrication et à construction identiques, une machine étalant la poudre à l'aide d'un rouleau présentera des valeurs de $\tau_{cendrier/bac\ fab,\ Xi}$ plus faibles qu'une machine équipée d'une brosse à poils de carbone.

$$\tau_{cendrier/bac\ fab,\ Xi} = \frac{m_{cenrier,\ Xi}}{m_{bac\ fab,\ Xi}} \qquad \textbf{Eq IV-9}$$

Comme on peut le voir sur la Figure IV-23, le taux de recyclage de la poudre ne présente pas de tendance claire, que ce soit en fonction de la surface enveloppe des pièces ou en fonction du niveau de recyclage. Il pourrait être intéressant d'étudier l'influence de la surface enveloppe sur le taux de recyclage en travaillant avec des fabrications offrant une bien plus grande surface extérieure que celles utilisées dans l'étude, soit en modifiant la géométrie des pièces, soit en en augmentant le nombre. On rappellera que le volume de chaque fabrication réalisée pour cette étude du recyclage devait être égal à celui des éprouvettes de traction et que ce volume a été choisi le plus faible possible afin de ne

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

"perdre" qu'une petite partie de la poudre à chaque cycle de fabrication et de ne pas utiliser des quantités astronomiques de poudre pour réaliser ces 5 séquences. L'influence de la surface enveloppe n'est qu'un objectif secondaire de cette étude. Toutefois, il pourrait être intéressant de mener une étude sur l'influence de cette surface enveloppe sur le taux de recyclage. Cela permettrait de déterminer dans quelle mesure la paramétrie de contour génère plus (ou moins) de défauts au sein du lit de poudre que la paramétrie de remplissage. Cela pourrait éventuellement orienter le choix d'un balayage avec ou sans contour afin de limiter les pertes au recyclage pour des pièces dont l'état de surface n'est pas un critère déterminant.

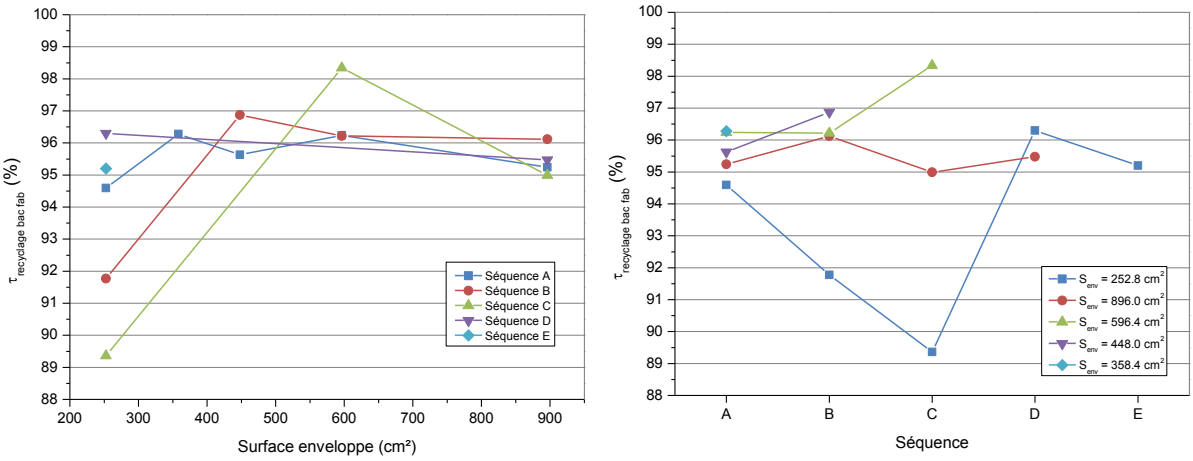


Figure IV-23 : Évolution du taux de recyclage en fonction de la surface enveloppe et de la séquence

Le taux de pertes au tamisage du cendrier semble quant à lui diminuer avec la surface enveloppe, bien que ses valeurs soient très faibles indépendamment du cycle considéré (cf. Figure IV-24). Il semblerait donc que les défauts de grande taille générés par la fabrication et entraînés vers le cendrier par la brosse en poils de carbone au cours de la mise en couche diminuent lorsque la surface extérieure des pièces augmente. Comme les tubes à section carrée sont lasés à iso-volume, l'augmentation de la surface enveloppe correspond à une diminution de l'épaisseur du tube, et donc à une diminution de la surface lasée par la paramétrie de remplissage. De ce fait, il semblerait que ces défauts soient majoritairement générés lors du lasage du remplissage que du contour.

Notons toutefois qu'au vu du taux de recyclage et des quantités de poudre rebutées lors du tamisage du cendrier, la majeure partie des défauts engendrés lors des fabrications est intégrée au lit de poudre. Au final, peu de défauts sont entraînés vers le cendrier par le système de mise en couche comparés à ceux qui restent dans la poudre du bac de fabrication.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

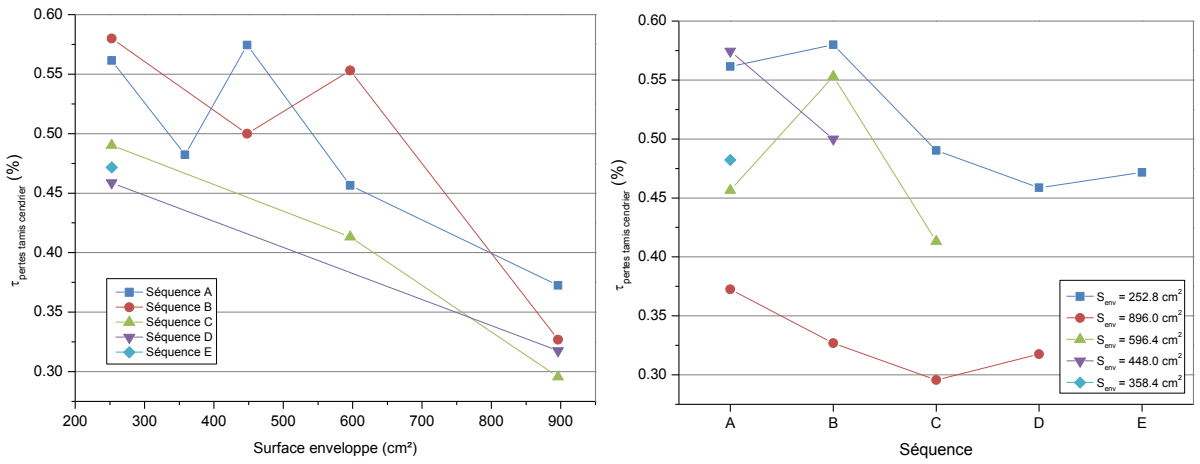


Figure IV-24 : Évolution du taux de pertes au tamisage du cendrier en fonction de la surface enveloppe et de la séquence

Notons d'autre part que pour une même machine, le rapport définit dans l'Eq IV-9 augmente avec le volume de pièce fabriquées car ce dernier implique une diminution de la quantité de poudre non consolidée après fabrication ($m_{bac\ fab,\ Xi}$). Les fabrications de chaque cycle étant faites à iso-volume, $\tau_{cendrier/bac\ fab,\ Xi}$ est relativement constant sur l'étude du recyclage (cf. Figure IV-25). Toutefois, cette valeur peut-être utilisée pour estimer la proportion de poudre non affectée thermiquement ($m_{cendrier,\ Xi}$) qui sera réutilisable après tamisage par rapport à la quantité de poudre affectée thermiquement ($m_{bac\ fab,\ Xi}$) que l'on peut recycler.

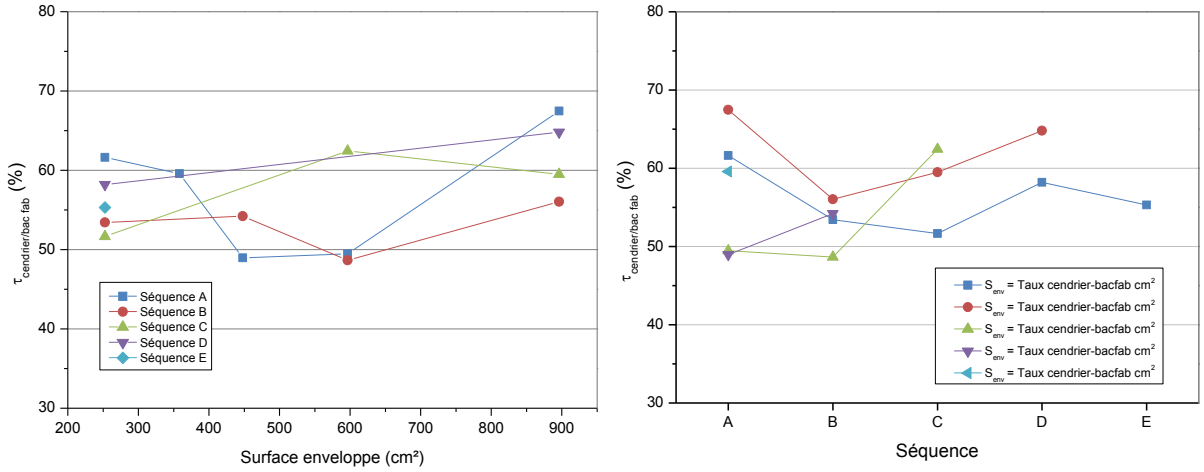


Figure IV-25 : Évolution de taux de poudre récupérée dans le cendrier par rapport à celle récupérée dans le bac de fabrication en fonction de la surface enveloppe et de la séquence

IV.3.2 Évolution de la taille, morphologie et composition de la poudre

L'évolution des propriétés mécaniques des pièces faites à partir de poudre recyclée est un critère primordial quant à la possible revalorisation de la poudre. Cependant, il convient également de vérifier dans quelle mesure cette poudre peut être utilisée car des changements de morphologie et/ou de distribution granulométrique peuvent ne pas permettre sa réutilisation directe en machine. Ces changements peuvent provenir du lasage des pièces ou du stockage de la poudre. En effet, suivant les conditions de stockage, il est possible que la granulométrie d'un lot de poudre évolue. Par exemple, le lot de poudre 0974/3 MBDA utilisé pour cette étude présentait à la réception du fournisseur une

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

répartition granulométrique bimodale, ce qui était également le cas après un tamisage à 75 µm, préalablement à l'étude du recyclage (cf. Figure IV-26 et Tableau IV-4). On rappellera également que la granulométrie laser est une méthode de mesure optique par diffraction amenant à l'estimation du diamètre équivalent des particules via un modèle mathématique en les assimilant à des sphères de volume équivalent. Les particules oblongues de taille supérieure dans leur plus grande direction à la maille du tamis peuvent le traverser si elles s'orientent dans la bonne direction. Elles peuvent alors être assimilées à des sphères de diamètre équivalent supérieur à la maille du tamis, ce qui explique que la poudre tamisée présente des particules supérieures à 75 µm.

Cependant, la poudre neuve non utilisée recueillie dans la trémie d'alimentation après le cycle A5 présente une répartition monomodale, bien que ses diamètres équivalents à 50 % et 90 % soient proches de ceux de la poudre avant étude. Pour rappel, la poudre recueillie dans la trémie est constituée de la poudre neuve introduite au début de l'étude n'ayant pas été introduite dans l'enceinte de fabrication et à laquelle ont été rajoutées à chaque cycle de la séquence A les masses de poudre récupérées dans le cendrier et tamisées. La disparition des particules de petite taille (< 10 µm) dans le reliquat de poudre après le cycle A5 vient du fait d'un phénomène de ségrégation de ces petites particules au fond de la trémie au cours du temps. En effet, dans le cas d'une poudre à large distribution granulométrique (voire multimodale), les petites particules vont glisser entre les plus grosses. Cette ségrégation peut être accentuée par les vibrations du conteneur de la poudre. C'est pour cela que les densités tapée et versée d'une poudre contenant des petites particules en plus des grosses (comme le lot 0974/3) seront plus fortes que celles d'une poudre n'en contenant pas (comme le lot 0989/3, cf. Tableau III-11). Dans notre cas, les petites particules de poudre sont tombées dans le fond de la trémie et ont été déposées les premières dans le bac de fabrication, ce qui implique leur disparition après plusieurs cycles. La poudre neuve non utilisée recueillie dans la trémie à la fin de la séquence A et après un tamisage à 75 µm s'apparente plus à celle du lot 0989/3 EADS (cf. Tableau IV-4). Il est possible qu'un tel phénomène de ségrégation se soit produit chez TLS Technik lors de la fabrication de la poudre, le lot 0974/3 MBDA contenant les petites particules du fond du conteneur contrairement au lot 0989/3 EADS. On notera qu'un tel phénomène peut également se produire mais de manière inverse dans le cas où le système d'alimentation de la machine SLM est du type piston. Les petites particules tomberaient au fond du bac d'alimentation et, compte-tenu du complément de poudre ajouté après le tamisage du cendrier, ces petites particules ne seraient probablement pas étalées dans le bac de fabrication.

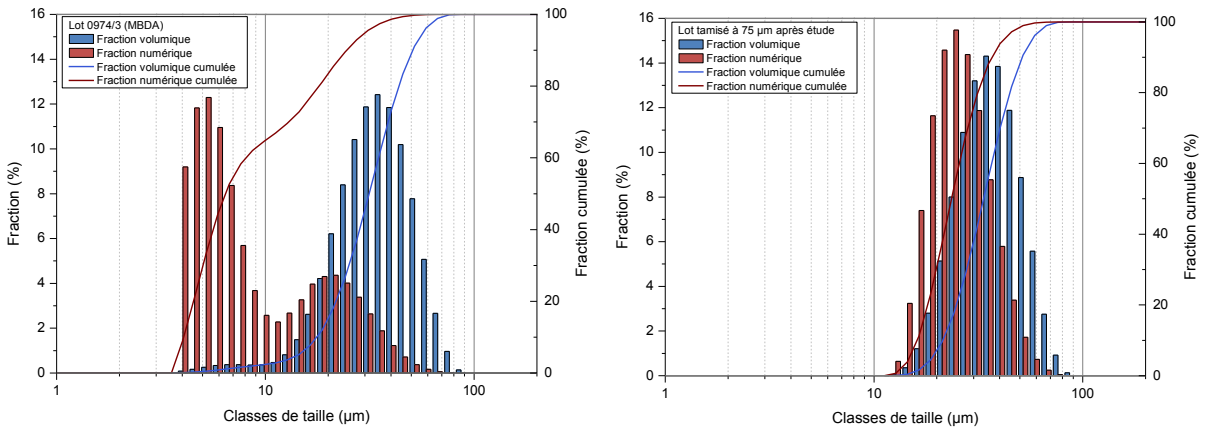


Figure IV-26 : Répartitions granulométriques en nombre et en volume du lot 0974/3 (MBDA) tamisé à 75 µm avant étude du recyclage et du reliquat de poudre neuve contenu dans la trémie d'alimentation après le cycle A5 tamisée à 75 µm

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

		d_{10}	d_{50}	d_{90}	Span $(\frac{d_{90}-d_{10}}{d_{50}})$	d_{min}	d_{max}	mode
Analyse par TLS		16	32	46	0,936	5	56	Bimodale
Neuve non tamisée	**0974/3 MBDA**	20	36	58	1,058	4	98	Bimodale
Tamisée à 75 µm avant étude		20	36	58	1,071	4	98	Bimodale
Tamisée à 75 µm après étude		24	38	58	0,896	11	98	Monomodale
Analyse par TLS	**0989/3 EADS**	17	34	50	0,947	3	56	Monomodale
Neuve non tamisée		24	38	59	0,931	11	98	Monomodale

Tableau IV-4 : Évolution des diamètres équivalents (en µm) de la poudre neuve avant et après étude du recyclage de la poudre

Toutefois, d'autres changements peuvent survenir dans la poudre consécutivement au lasage des pièces et il est important de les caractériser. C'est la poudre non fondue recueillie dans le bac de fabrication qui servira à obtenir la poudre recyclée moyennant une opération de tamisage. Si l'observation de la poudre recyclée renseigne sur sa capacité à être réutilisée, l'observation de la poudre rebutée au tamisage nous permet de voir de quel type sont les défauts qui apparaissent dans le lit de poudre au cours de la fabrication.

IV.3.2.1 Poudre recyclée

La répartition granulométrique de la poudre recyclée reste très proche de celle de la poudre neuve (cf. Figure IV-27 et Tableau IV-7). Cela reste toutefois à mettre en perspective avec le taux de recyclage défini dans la section IV.3.1. En effet, si très peu de changements sont visibles entre leurs distributions granulométriques, n'oublions pas que le taux de recyclage moyen pour les cycles se situe aux alentours de 95 %, ce qui veut dire que 5 % de la poudre a subi un changement de granulométrie suffisant pour être rebutée par un tamisage à d_{90} + 15 µm. On verra par la suite que l'écart entre le diamètre des particules rebutées et le d_{90} de la poudre recyclée peut être beaucoup plus important que 15 µm (cf. section IV.3.2.2).

On peut observer sur la Figure IV-27 un appauvrissement successif de la poudre en particules fines à chaque séquence, ce qui conduit à l'obtention d'une poudre recyclée monomodale à la fin de la séquence E (poudre recyclée 5 fois). Un phénomène de ségrégation dans la trémie d'alimentation est exclu pour expliquer seul cette évolution. En effet, si les petites particules tombent au fond de la trémie d'alimentation, elles se retrouvent étalées sur le plateau de fabrication au premier cycle de chaque séquence. La disparition de ces petites particules peut alors s'expliquer de plusieurs manières qui sont :

- la formation d'agglomérats ou d'amas de ces fines particules par frittage ou forces électrostatiques qui seraient de taille trop importante pour traverser les mailles du tamis ;
- le collage de ces petites particules à la surface des plus grosses par frittage ou forces électrostatiques amenant à l'obtention d'un agglomérat de taille suffisamment petite pour

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

passer au travers du tamis, mais impliquant la détection d'une particule unique de plus gros diamètre lors de la mesure par granulométrie laser ;

- la fusion préférentielle de ces petites particules lors du lasage des pièces.

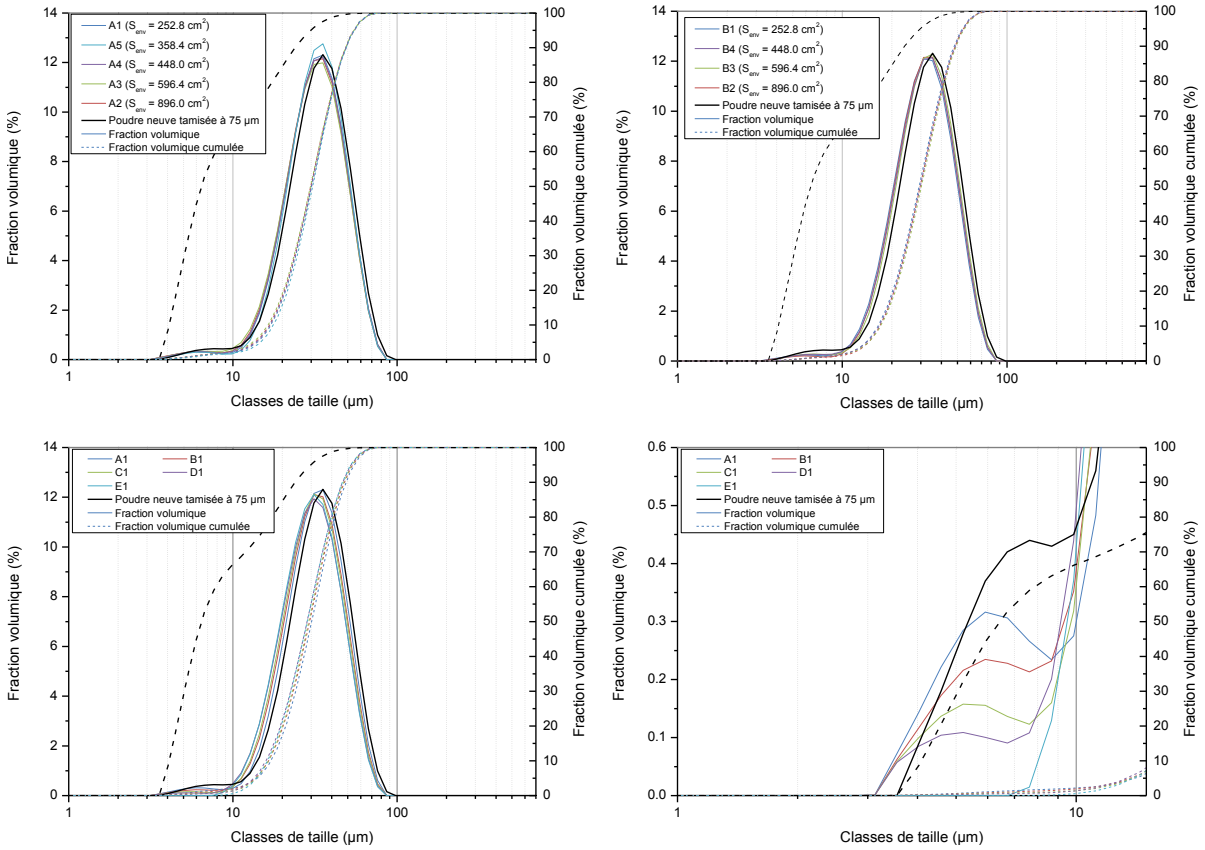


Figure IV-27 : Répartitions granulométriques en volume de la poudre recyclée en fonction de la surface enveloppe pour les séquences A et B et de son niveau de recyclage (détail en fonction du niveau de recyclage en bas à droite)

La poudre recyclée présente une morphologie sphérique similaire à celle de la poudre neuve, à savoir très majoritairement sphérique bien qu'il puisse y avoir quelques particules de forme allongées ou irrégulières ainsi que quelques agglomérats (cf. Figure IV-28). La microstructure de cette poudre recyclée reste martensitique α', à l'identique de la poudre neuve (cf. Figure IV-29). Le Tableau IV-5 présente la composition chimique de la poudre neuve et de la poudre recyclée 4 et 5 fois. On peut constater un enrichissement en oxygène et en carbone de la poudre suite au recyclage, ce qui corrobore la composition des pièces fabriquées, ces dernières restant toujours plus contaminées de 200 à 300 ppm (cf. Tableau III-13).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

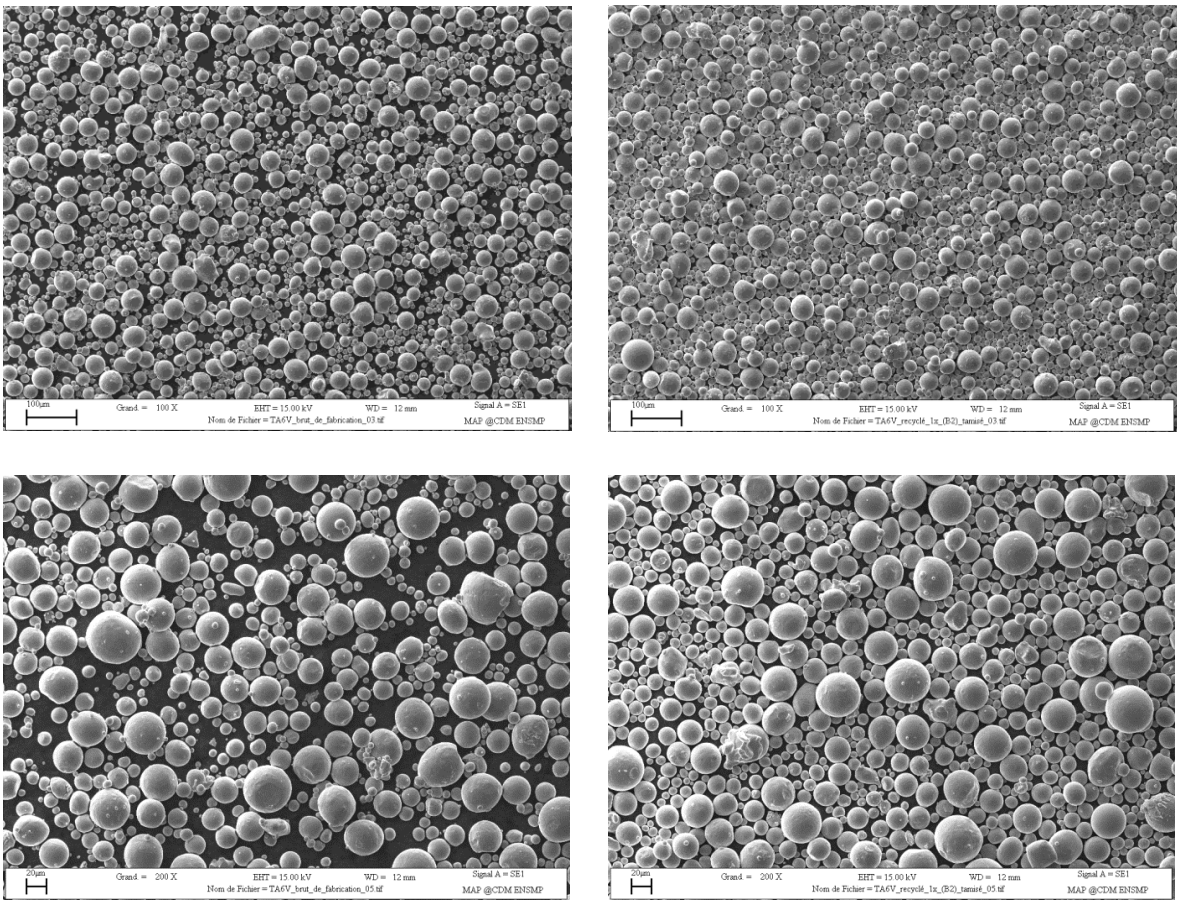


Figure IV-28 : Observation de la poudre neuve (à gauche) et recyclée 2x (à droite) sur scotch au MEB en mode SE

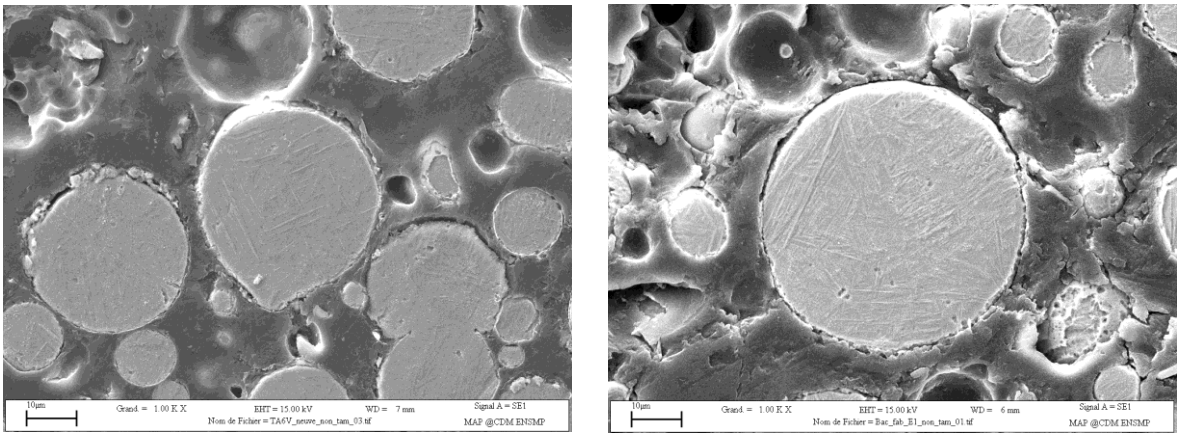


Figure IV-29 : Microstructures de la poudre neuve (à gauche) et recyclée 5x (à droite) observées au MEB en mode SE après enrobage, polissage et attaque chimique

Les cartographies X obtenues sur une particule poudre recyclée montrent qu'elle est homogène (cf. Figure IV-30) comme c'était le cas pour la poudre neuve (cf. Figure III-36). Une étude par diffraction des rayons X n'a pas montré d'évolution des phases entre la poudre neuve et la poudre recyclée (cf. Figure IV-31 et Tableau III-14).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Elément	Ti	Al	V	Fe	O	C	N	H	Y
TA6V standard	Bal.	5,50–6,75	3,50–4,50	0,3 max	0,2 max	0,08–0,10	0,05–0,07 max	0,0125 max	0,005 max
Spécifications poudre FALAFEL	Bal.	5,50–6,75	3,50–4,50	0,3 max	0,08 max	0,08–0,10	0,05–0,07 max	0,0125 max	0,005 max
Poudre neuve	Bal.	6,01 ± 0,18	4,26 ± 0,13	0,03 ± 0,005	0,156 ± 0,005	0,010 ± 0,001	0,010 ± 0,001	*non quantifié*	–
Poudre recyclée 4x	Bal.	5,96 ± 0,18	4,14 ± 0,12	0,03 ± 0,005	0,21 ± 0,01	0,012 ± 0,001	0,006 ± 0,001	*non quantifié*	–
Poudre recyclée 5x	Bal.	5,92 ± 0,18	4,13 ± 0,12	0,03 ± 0,005	0,21 ± 0,01	0,015 ± 0,002	0,05 ± 0,001	*non quantifié*	–

Tableau IV-5 : Composition chimique (en % massique) de la poudre neuve, de la poudre recyclée 4 fois (fin du cycle D1) et 5 fois (fin du cycle E1) obtenue par ICP-AES et fusion réductrice

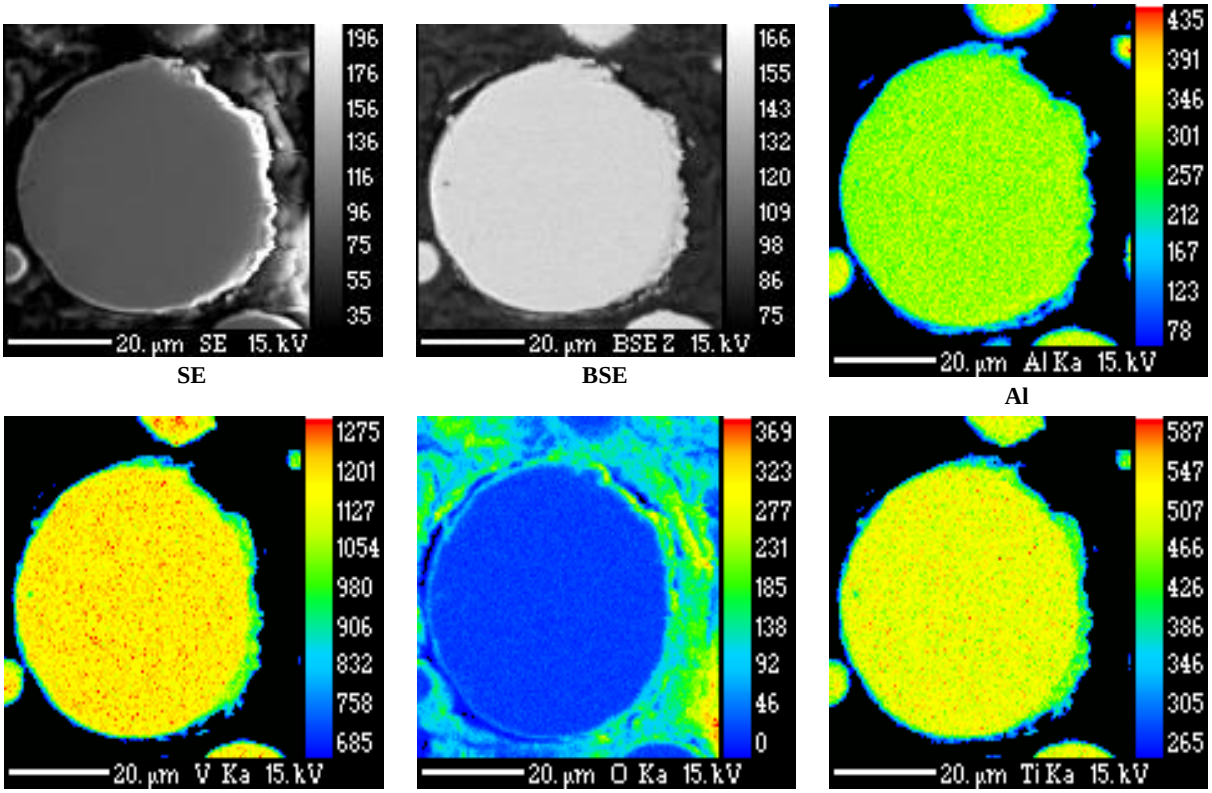


Figure IV-30 : Cartographies X d'une particule de poudre issue du bac de fabrication à la fin du cycle E1 avant tamisage enrobée et polie

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

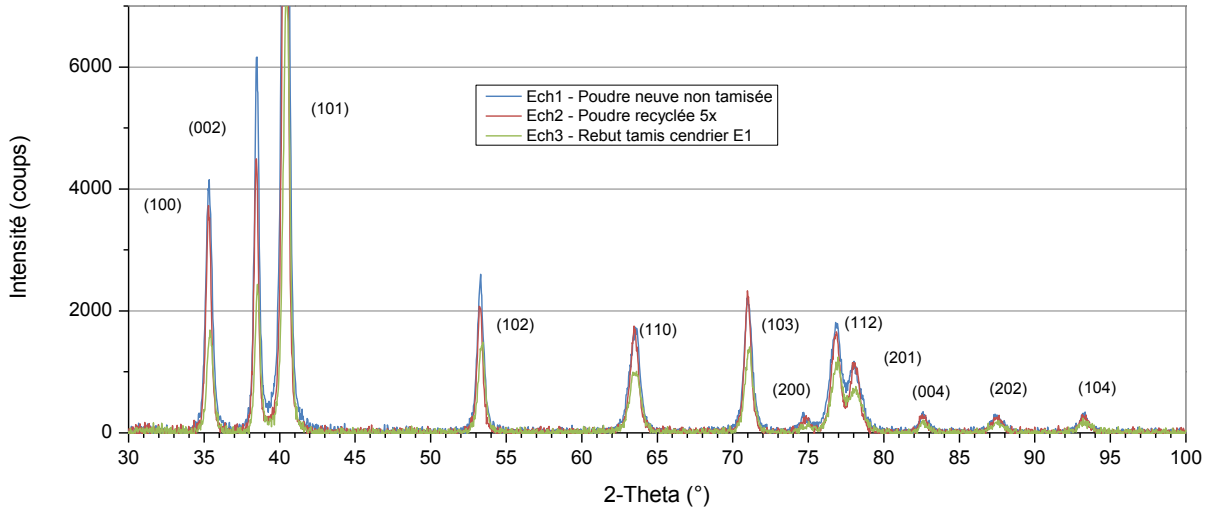


Figure IV-31 : Diagramme de diffraction des rayons X obtenu pour la poudre neuve, la poudre recyclée 5x (fin de cycle E1) et la poudre rebutée lors du tamisage du cendrier au cycle E1

		Ech1 Poudre neuve non tamisée	Ech2 Poudre recyclée 5x	Ech3 Rebut tamis cendrier E1
a	(Å)	2,932	2,934	2,925
c	(Å)	4,678	4,681	4,678
c/a	-	1,596	1,596	1,599

Tableau IV-6 : Paramètres de maille calculés par DRX sur des échantillons de poudre neuve, recyclée 5x et rebutée au tamisage du cendrier au cycle E1

IV.3.2.2 Poudre rebutée lors du tamisage du bac de fabrication et du cendrier

La poudre retenue au tamisage du bac de fabrication est perdue, de même que celle retenue au tamisage du cendrier. Elles sont constituées de particules dont la morphologie et la taille ont suffisamment évolué pour ne plus pouvoir passer au travers des mailles du tamis. Cette poudre rebutée est majoritairement sphérique, mais, contrairement à la poudre neuve ou recyclée, on y distingue des particules nettement plus grosses (cf. Figure IV-32 et Figure IV-33). Ces particules, pouvant atteindre plusieurs centaines de microns, ne proviennent pas de la poudre neuve, car l'analyse granulométrique n'a pas relevé de particules de diamètre équivalent supérieur à 98 µm (cf. Tableau IV-4), ce qui a été corroboré par les observations de la poudre au MEB. Ces particules de très fort diamètre sont donc apparues dans le lit de poudre au cours de la fabrication par un processus s'apparentant à de l'atomisation sur des courtes distances. Comme on l'avait évoqué au Chapitre III (cf. section III.2.3.2), un lit de poudre est constitué de 40 et 60 % de matière seulement, ce qui revient à dire que le reste est constitué du gaz environnant. Rappelons que pour la plupart des machines SLM, dont la Trumpf, c'est l'argon qui est présent en grande quantité dans le lit de poudre. Lorsque le laser irradie la surface du lit de poudre (milieu gazeux + solide), il crée un bain liquide par fusion des particules avec une partie du substrat sous-jacent (si l'épaisseur de couche n'est pas trop forte en regard de la paramétrie utilisée). C'est ce bain de fusion qui, en se consolidant une fois que le laser s'est déplacé, crée de proche en proche la nouvelle couche de la pièce à fabriquer. Cependant, l'action du laser ne se résume pas uniquement qu'au chauffage de la poudre. Le gaz contenu dans le lit de poudre va également monter en température et se mélanger au bain liquide. Compte tenu que le temps d'interaction t_{int} (défini par le

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

rapport du diamètre Φ_l du faisceau laser sur la vitesse de balayage V dudit faisceau, cf. Eq IV-10) est de l'ordre de quelques centaines de microsecondes, la détente du gaz va être extrêmement brutale, engendrant des "micro-explosions". Ces "micro-explosions" vont générer une projection de matière fondue dans l'enceinte de fabrication qui peut s'expliquer par deux phénomènes :

- la détente du gaz mélangé au bain de fusion qui est suffisamment importante pour mener à la désintégration de la partie supérieure du bain liquide ;
- la projection de particules de poudre solides qui vont fondre durant leur vol en passant sous le faisceau laser (à l'instar de ce qui se produit dans le procédé DMD dans le cas d'une interaction laser/poudre) et éventuellement se combiner entre elles à l'état liquide ou s'agglomérer alors qu'elles sont à l'état solide à une goutte liquide en plein vol.

$$t_{int} = \frac{\Phi_l}{V} \qquad \textbf{Eq IV-10}$$

Il est difficile de nier la possibilité de ces deux phénomènes. Néanmoins, l'observation du bain de fusion et de son environnement à l'aide d'une caméra thermique à haute fréquence penche à valider la première explication (cf. Chapitre VI). Afin d'obtenir une meilleure compréhension de ce phénomène, il conviendrait d'observer le bain liquide et son environnement lors du passage du laser grâce à une caméra travaillant à une fréquence encore plus haute que ce que l'on a pu faire (> 10 kHz).

Durant son vol, cette matière fondue va minimiser son énergie de surface et va engendrer une goutte sphérique qui va refroidir et se solidifier avant de retomber sur la surface du lit de poudre formant ainsi une nouvelle particule de poudre sphérique reconnaissable par sa taille. Il s'agit du phénomène de sphéroïdisation de liquide projeté mis en œuvre dans les tours d'atomisation (cf. section III.1.2). Les "paramètres d'atomisation" étant difficilement intuitables durant la fabrication SLM, la taille des gouttes formées n'est alors pas contrôlable. On peut néanmoins observer pour les plus grosses une certaine répétabilité en taille d'un cycle à l'autre. Vis-à-vis de la paramétrie utilisée pour l'étude du recyclage, on peut constater que les particules de fort diamètre sont environ 3 fois plus grosses que la poudre initiale (cf. Figure IV-33 et Tableau IV-7). Par la suite, on utilisera le terme de "projection" pour parler de ces particules projetées.

Cette atomisation locale survenant dans la chambre de fabrication est bien connue des utilisateurs du procédé SLM. On distingue en effet souvent des escarbilles pendant le lasage du lit de poudre sur les images commerciales destinées à illustrer le procédé. Ces escarbilles sont en fait les projections de particules de forte taille qui peuvent se retrouver à la surface du lit de poudre en fin de fabrication (cf. Figure IV-34). Lors de l'étalement des couches suivantes, ces particules de fort diamètre dépassent de plusieurs fois la hauteur de couche consolidée après que le piston de fabrication soit descendu. Le système de mise en couche va donc soit les transporter jusqu'au cendrier, soit les enfoncer dans le lit de poudre du bac de fabrication. Il est possible que certaines de ces projections puissent adhérer à une surface précédemment lasée soit parce que sa solidification était incomplète lors de l'impact, soit parce qu'elle est encore suffisamment chaude pour faire refondre une partie de cette surface. Un tel cas de figure a des conséquences fâcheuses pour la fabrication, car si la particule est trop bien attachée à la surface de la pièce, elle ne pourra pas être déplacée par le système de mise en couche, et gênera l'étalement des lits de poudre sur plusieurs couches consécutives. Si le système d'étalement est constitué d'une brosse à poil de carbone, il est assez permissif à la rugosité de la surface lasée : la grosse particule collée engendrera un sillon dans les lits de poudre car elle écrantera la poudre lors de son étalement, ce qui entraînera un manque de matière à l'origine bien souvent d'un défaut dans la pièce après lasage (porosité). Dans le cas où le système d'étalement est moins tolérant

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

vis-à-vis de la rugosité de la surface précédemment lasée (cas d'un rouleau en carbure de tungstène), ce système peut se bloquer, entraînant l'arrêt de la fabrication en cours. L'ancrage d'une projection sur une surface déjà lasée est d'autant plus probable que la surface lasée est grande. La fabrication des tubes et des éprouvettes n'a pas permis de constater un tel défaut, compte tenu de la faible surface lasée par rapport à la surface totale du bac de fabrication.

La présence de ces projections est intrinsèquement liée au lasage d'un lit de poudre sous gaz. Le seul moyen de s'en affranchir est de travailler dans une enceinte sous vide, comme c'est le cas pour l'EBM qui n'est pas sujet à ce genre de problèmes (cf. Figure VI-20). Le travail sous vide, même partiel présente aussi l'avantage de limiter très fortement la contamination des pièces par l'oxygène dissous dans l'atmosphère de travail. De plus, le lasage sous vide permet de diminuer la vitesse de refroidissement du bain, ce qui a pour effet de minimiser les contraintes résiduelles et la fisuration. Le lasage SLM sous vide n'est étudié pour l'heure que par certains laboratoires qui s'intéressent principalement à la non contamination en oxygène des pièces fabriquées en titane (Zhang, et al., 2013). Ce type de technologie n'est pas encore commercialisé bien que certains brevets se sont intéressés à cet aspect (Armines, 2012).

Ces projections de fort diamètre sont très difficilement repérables par l'observation de la poudre issue du bac de fabrication avant tamisage. En effet, les analyses granulométriques montrent que la fraction volumique des particules dont la taille est supérieure à 75 µm ne dépasse pas le pourcent. La fraction volumique de particules de diamètre équivalent supérieur à 100 µm est même en dessous du seuil de détection du granulomètre utilisé. De si faibles fractions volumiques entraînent un nombre de particules de fort diamètre infinitésimal : par exemple, pour la poudre du bac de fabrication du cycle A1, on détecte moins de 0,0008 % de particules de diamètre compris entre 86 et 98 µm, soit à peine 8 particules de fort diamètre sur un million observé ! Ceci explique qu'il est extrêmement rare qu'une de ces particules de diamètre supérieur à 100 µm puisse être observée au MEB sur la poudre du bac de fabrication scotchée avant tamisage (cf. Figure IV-35). Rappelons encore que le volume de matière consolidé est faible au vu du volume de poudre étalé dans le bac de fabrication à chaque cycle. Il est donc probable que les particules de fort diamètre puissent être observées dans la poudre du bac de fabrication si le volume consolidé est important vis-à-vis du volume du bac de fabrication.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

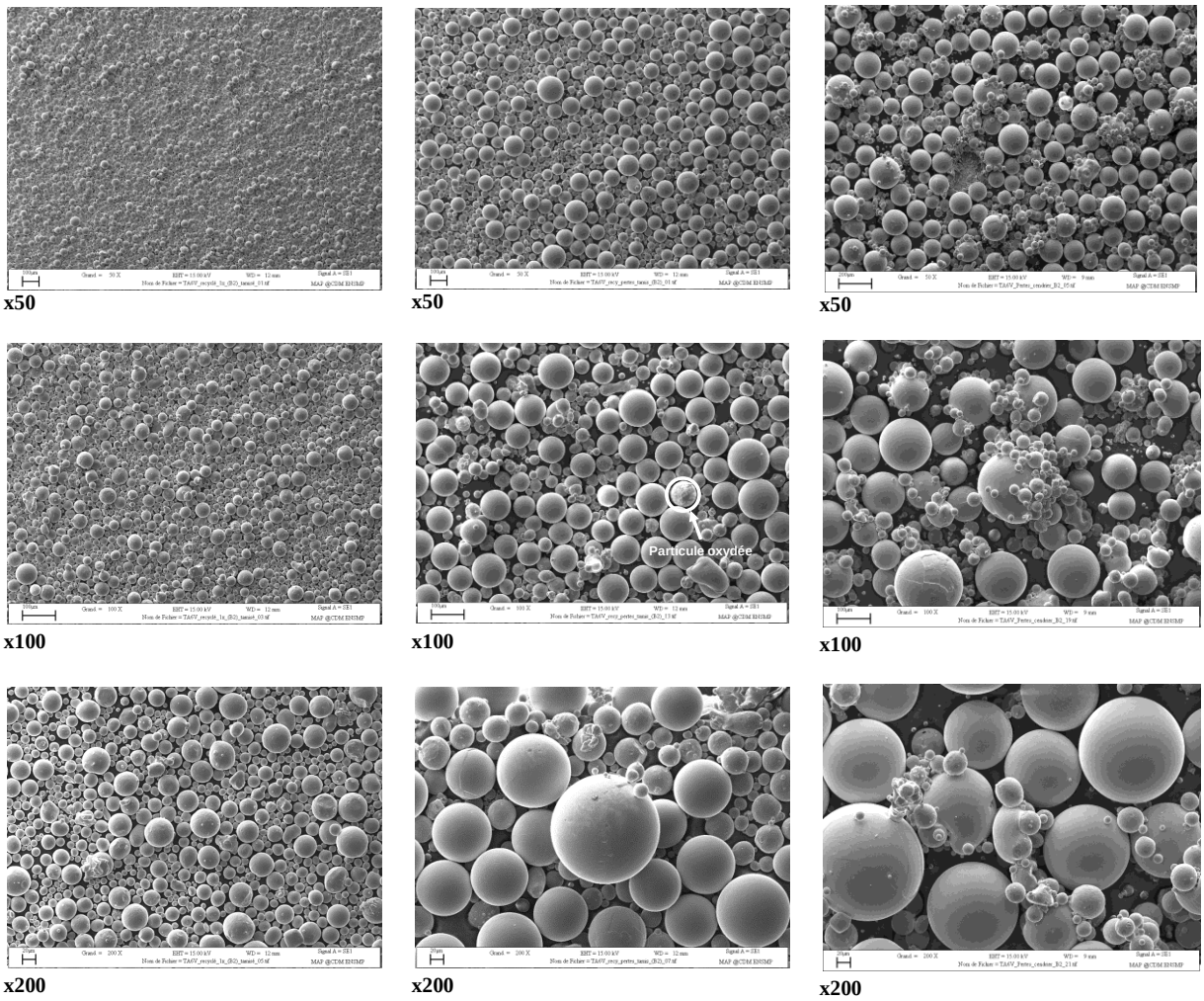


Figure IV-32 : Observation de la poudre recyclée 2x à l'issue du tamisage du bac de fabrication du cycle B2 (à gauche), de la poudre rebutée par ce tamisage (au centre) et de la poudre rebutée au tamisage du cendrier du cycle B2 (à droite) sur scotch au MEB en mode SE

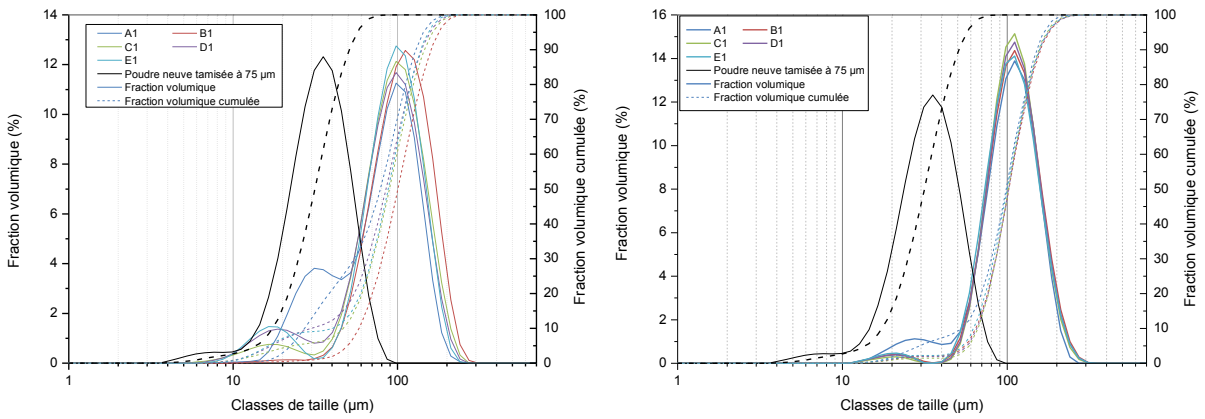


Figure IV-33 : Distributions granulométriques de la poudre rebutée au tamisage du bac de fabrication (à gauche) et du cendrier (à droite) en fonction du niveau de recyclage

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

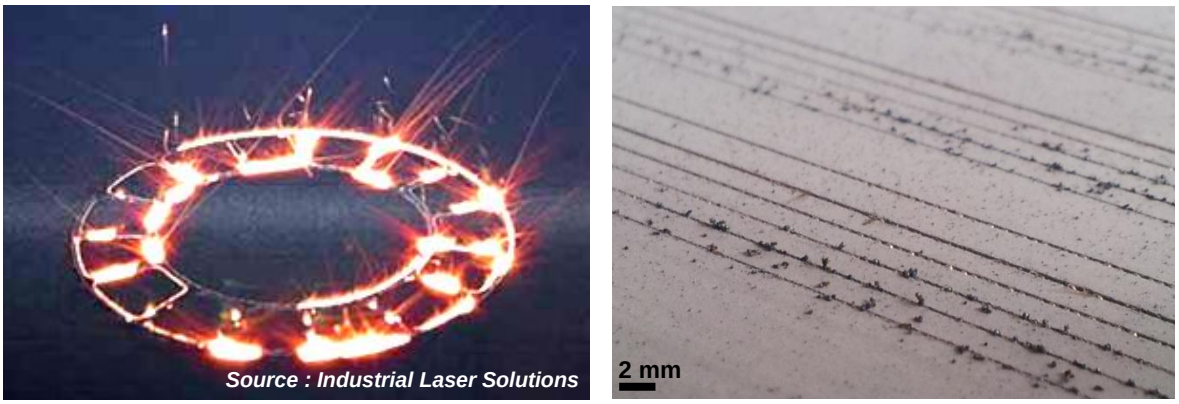


Figure IV-34 : Projections de particules de fort diamètre lors du lasage d'un lit de poudre (à gauche) et observation d'escarbilles en surface du lit de poudre (à droite)

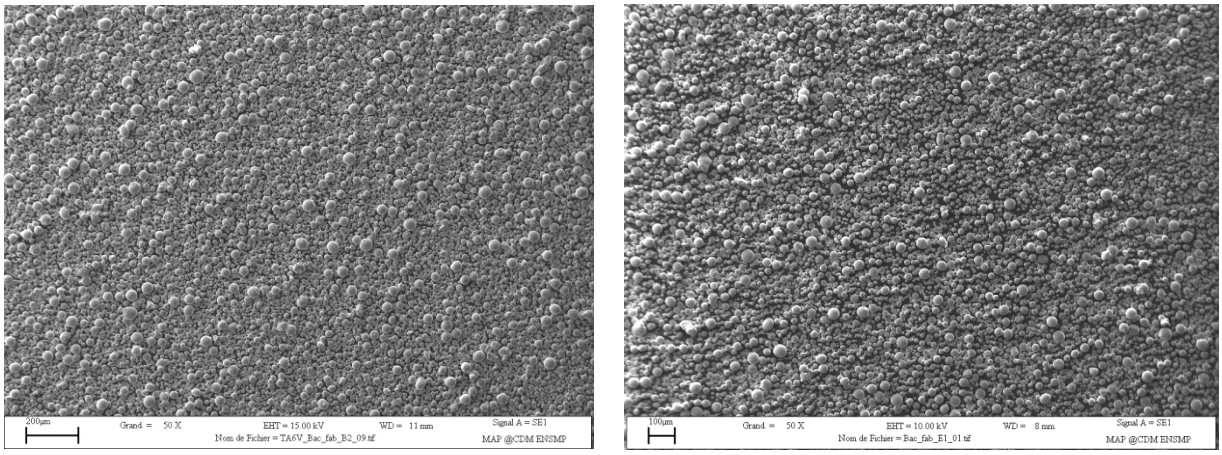


Figure IV-35 : Poudre issue du bac de fabrication avant tamisage du cycle B1 (à gauche) et E1 (à droite) démontrant un trop faible nombre de particules de diamètre supérieur à 100 µm pour être repérable sur scotch au MEB en mode SE

La microstructure de ces billes de forte taille est martensitique α', à l'instar de la poudre neuve et recyclée (cf. Figure IV-29 et Figure IV-36). L'analyse par diffraction des rayons X confirme ces observations. L'échantillon de poudre utilisé pour cette analyse étant en quantité moins importante que les autres, il présente des pics d'intensité moindre (cf. Figure IV-31). On note que les paramètres de maille obtenus pour cet échantillon sont plus faibles que pour la poudre neuve et la poudre recyclée 5x amenant à un rapport *c*/*a* supérieur. Cela confirme bien qu'il s'agit une microstructure α' car le rapport des paramètres de maille est plus fort que pour la phase α d'après Combres et Champin comme déjà souligné dans le Tableau III-14 (Combres, et al., 1995). Les cartographies X réalisées sur des particules rebutées lors du tamisage du cendrier (cf. Figure IV-37) montrent des particules homogènes, à l'instar de la poudre recyclée et de la poudre neuve.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

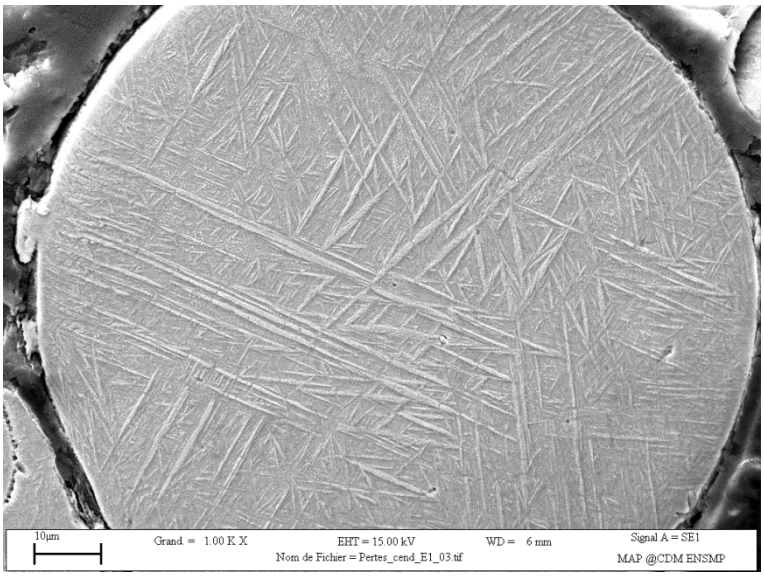


Figure IV-36 : Microstructure d'une projection de forte taille retenue lors du tamisage du cendrier du cycle E1 observée au MEB en mode SE après enrobage, polissage et attaque chimique

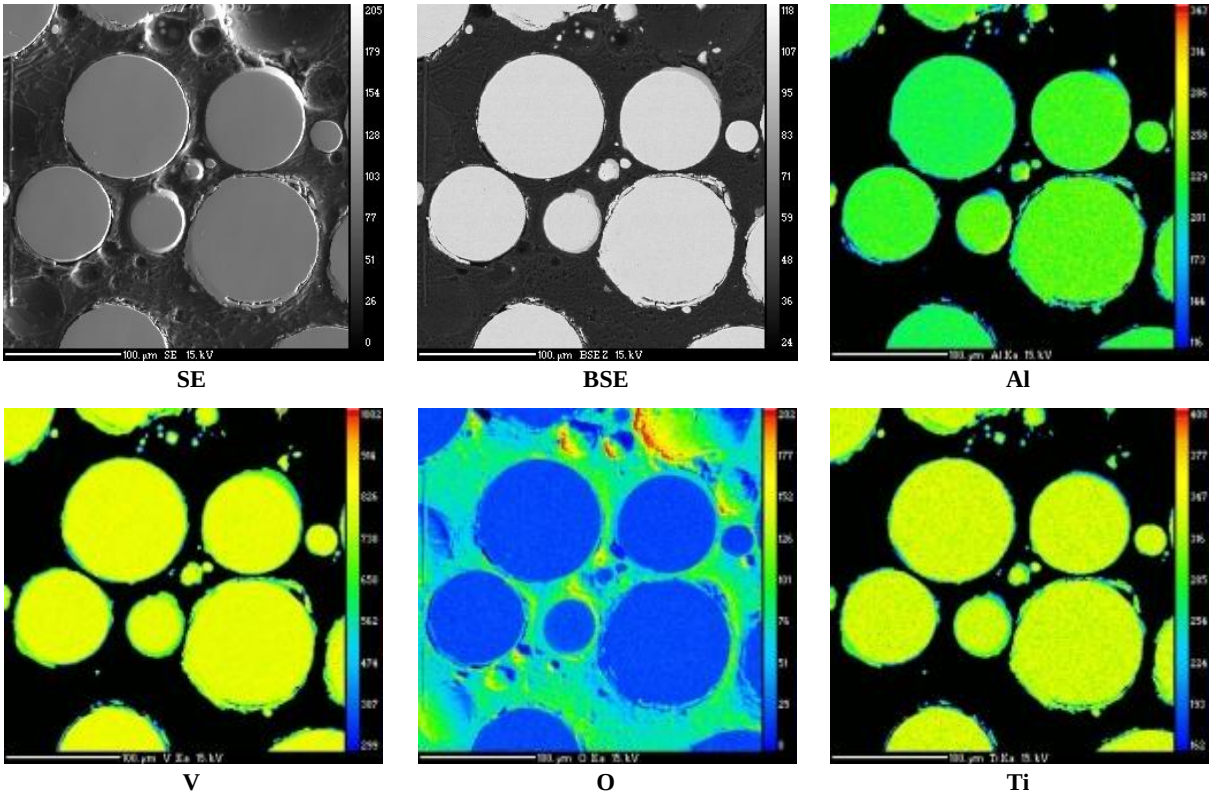


Figure IV-37 : Cartographies X de particules de poudre rebutées lors du tamisage du cendrier du cycle E1 enrobée et polie

Le fait que le taux de recyclage au niveau du bac de fabrication se situe aux alentours de 95 % (en valeur massique) laisserait à penser qu'on pourrait s'attendre à environ 5 % en masse de particules de diamètre supérieur aux 75 µm de la maille du tamis, or les analyses granulométriques ne font état que de 1 % en volume pour cette taille de poudre. Ceci peut s'expliquer par deux choses :

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

- un colmatage partiel du tamis par les grosses particules empêchant de ce fait la chute des petites au travers entraînant leur rebut au tamisage ;
- la désintégration d'agglomérats de petites particules entre l'étape de tamisage et le moment où la poudre a été analysée au granulomètre laser et observée au MEB.

Cela explique qu'on puisse observer dans les rebuts au tamisage, tant de celui du bac de fabrication que de celui du cendrier, la présence de particules de taille proche de celle de la poudre initiale (cf. Figure IV-33 et Tableau IV-7). Les agglomérats de petites particules qui peuvent être retenus au tamisage peuvent consister en l'adhérence de petites particules en surface d'une grosse ou d'une moyenne, voire en la formation d'un amas de petites particules (cf. Figure IV-38). On note toutefois que la poudre rebutée au tamisage du bac de fabrication contient plus de petites particules que celle rebutée au tamisage du cendrier, ce qui veut dire que la poudre du bac de fabrication est plus encline à s'agglomérer ou à former des amas que celle du cendrier. Cela semble logique car le lasage s'effectue uniquement dans le bac de fabrication et qu'il y a plus de poudre initiale dans le bac de fabrication que dans le cendrier. Ce dernier ne recueille que le surplus de poudre à l'étalement (ainsi qu'une partie des projections de fort diamètre, raclées lors de l'étalement de la couche). Cela implique donc qu'il y a plus d'occasions d'avoir des agglomérats dans le bac de fabrication que dans le cendrier. Les particules observées dans les amas semblent être frittées solidement entre elles à la suite de la formation de cols (ou de cous) de frittage (cf. Figure IV-39). Les forces électrostatiques semblent suffisamment fortes dans le cas de certains agglomérats car la séparation des petites particules collées en surface des plus grosses reste difficile (cf. Figure IV-38).

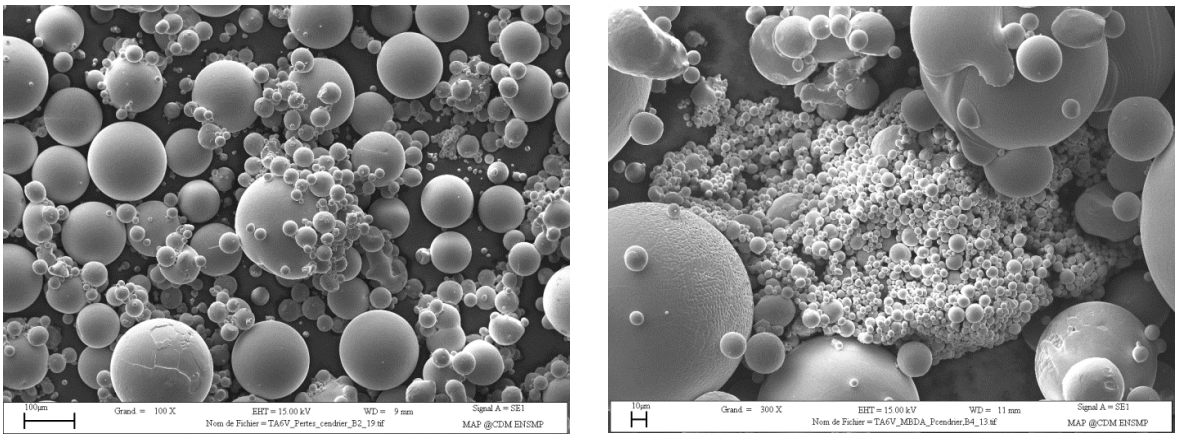


Figure IV-38 : Agglomération de petites particules sur une plus grosse (à gauche, poudre rebutée au tamisage du cendrier du cycle B2), amas de plusieurs centaines de microns de long composé de petites particules de moins de 10 µm en taille (à droite, poudre rebutée au tamisage du cendrier du cycle B4)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

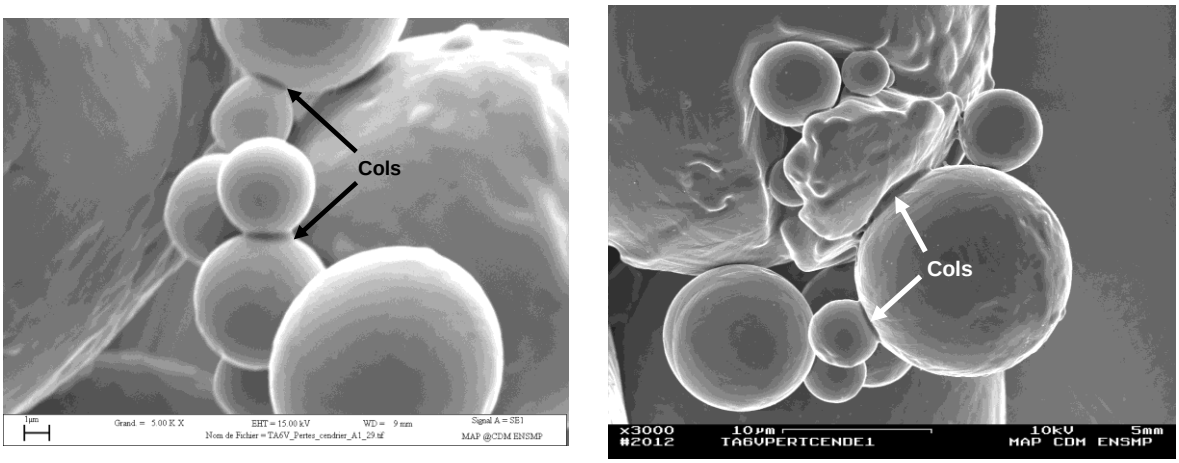


Figure IV-39 : Cols (ou cous) de frittage observés entre les particules provenant d'amas de particules retenus lors du tamisage du cendrier aux cycles A1 (à gauche) et E1 (à droite), observés au MEB en mode SE

On notera aussi l'observation d'autres défauts au sein de la poudre retenue au tamisage, à savoir : des poils de carbone provenant du système de mise en couche, des poils de pinceau provenant de l'opération de récupération de la poudre dans les différents compartiments de la machine, et des scories résiduelles de l'atomisation de la poudre neuve arrivant à franchir les mailles du tamis (cf. Figure IV-40). On note aussi la présence d'une oxydation perceptible à la surface de certaines particules, que ce soit au sein d'amas ou sur des projections comme le montre la Figure IV-41. On peut noter que la particule présentée sur la figure de gauche s'est oxydée avant que les petites particules collées à sa surface se soient désolidarisées. L'absence d'arrachement de matière dans ces zones non oxydées laisse supposer que les petites particules étaient agglomérées sur la plus grosse du fait des forces électrostatiques et non d'un frittage.

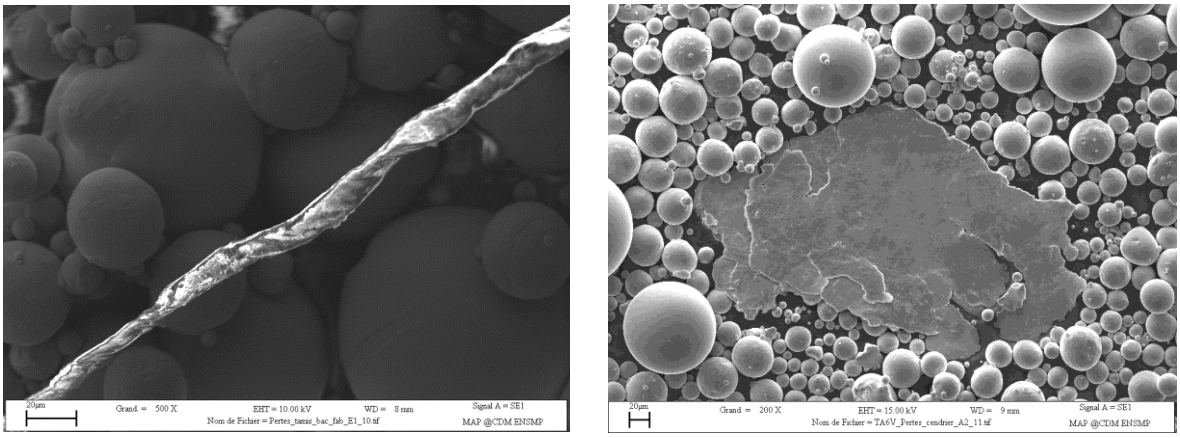


Figure IV-40 : Poil de carbone (à gauche, poudre rebutée au tamisage du bac de fabrication du cycle E1) et scorie résiduelle de l'atomisation de la poudre (à droite, poudre rebutée au tamisage du cendrier du cycle A2)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

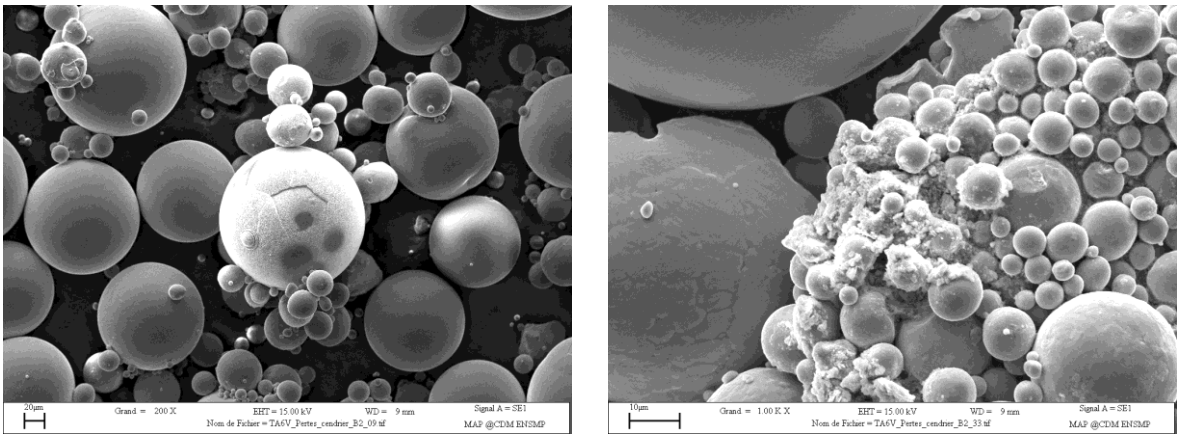


Figure IV-41 : Oxydation de plusieurs particules de poudre isolées (à gauche) ou au sein d'un amas de fines particules (à droite) rebutés au tamisage du cendrier du cycle B2 et observées scotchées au MEB en mode SE

Cycle		A1	A2	A3	A4	A5	B1	B2	B3	B4	C1	C2	C3	D1	D2	E1
S_{env} (cm^2)		*252,8*	*896,0*	*596,4*	*448,0*	*358,4*	*252,8*	*896,0*	*596,4*	*448,0*	*252,8*	*896,0*	*596,4*	*252,8*	*896,0*	*252,8*
Poudre non fondue restante dans le bac de fabrication avant tamisage	d_{10}	19,3	19,0	19,8	20,1	19,7	19,9	19,2	20,8	20,4	19,3	18,0	20,7	19,0	18,0	18,1
	d_{50}	34,5	34,3	34,8	35,3	35,4	34,7	33,6	36,0	35,5	33,9	32,4	35,0	33,1	32,0	32,1
	d_{90}	56,4	56,3	56,6	57,2	57,9	56,3	54,8	57,8	57,2	55,2	53,3	55,9	53,9	52,7	52,9
Poudre rebutée au tamisage du bac de fabrication	d_{10}	30,9	55,7	53,5	60,2	39,2	66,3	53,1	38,2	59,9	53,2	18,0	52,0	34,2	25,7	45,8
	d_{50}	89,2	106,0	104,0	115,0	110,0	114,0	94,1	101,0	108,0	101,0	84,3	95,0	96,5	85,6	99,6
	d_{90}	147,0	172,0	163,0	185,0	180,0	182,0	153,0	163,0	178,0	166,0	150,0	154,0	160,0	140,0	158,0
Poudre recyclée (bac de fabrication après tamisage)	d_{10}	19,3	18,9	18,6	19,1	20,0	18,8	19,2	19,4	19,0	18,7	19,1	20,2	18,0	18,8	18,5
	d_{50}	34,2	33,8	33,7	34,1	34,7	33,2	33,7	34,3	33,8	32,9	33,4	34,5	32,1	32,6	32,2
	d_{90}	55,7	55,2	55,3	55,6	55,6	54,4	55,1	55,9	55,2	53,9	54,6	55,2	53,0	52,8	52,8
Poudre rebutée au tamisage du cendrier	d_{10}	59,7	25,4	51,1	38,0	60,0	73,0	61,5	60,4	68,4	75,5	61,9	64,3	74,2	56,9	70,8
	d_{50}	112,0	83,7	101,0	101,0	112,0	116,0	104,0	110,0	112,0	116,0	101,0	109,0	116,0	96,6	114,0
	d_{90}	172,0	156,0	170,0	176,0	179,0	181,0	167,0	187,0	177,0	177,0	161,0	179,0	179,0	158,0	178,0

Tableau IV-7 : Récapitulatif des différentes granulométries obtenues au cours de l'étude du recyclage

IV.4 Effet de la dilution de la poudre recyclée sur les propriétés mécaniques des pièces

En complément de l'étude du recyclage, il a été intéressant de voir dans quelle mesure le mélange de poudre neuve avec de la poudre recyclée influait sur les propriétés mécaniques des pièces. À la fin du cycle E1, la poudre non fondue restante dans le bac de fabrication a été récupérée et tamisée, ce qui a permis d'obtenir de la poudre recyclée 5 fois. Comme déjà dit précédemment, en raison de la fabrication des pièces et des pertes au tamisage, la quantité de poudre récupérée n'est pas

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

suffisante pour lancer un autre cycle de fabrication à iso-paramétrie et avec la même hauteur de construction que le reste de l'étude. Toutefois, la poudre recyclée 5 fois a été séparée en deux lots qui ont été "coupés" avec de la poudre neuve de manière à obtenir des taux de dilution de 50 % et de 75 % (cf. Eq III-1) qui serviront à la fabrication de nouvelles éprouvettes. Pour simplifier les notations, on parlera d'"éprouvettes diluées" à 50 % ou à 75 %.

Ces deux lots ont été analysés par granulométrie laser et les particules ont été observées au MEB. La distribution en taille des particules se situe entre celle de la poudre neuve et celle de la poudre recyclée cinq fois. On a vu sur la Figure IV-27 que la poudre recyclée 5x ne présentait plus la répartition bimodale qu'affichait la poudre neuve. Il est donc logique que la poudre diluée à 75 % présente plus de particules de petit diamètre que la poudre diluée à 50 %. De même, les observations au MEB sur poudre scotchée ont montré des morphologies analogues à celles de la poudre neuve et de la poudre recyclée 5 fois (cf. Figure IV-43). On constate néanmoins que la poudre diluée présente des granulométries légèrement plus resserrées que la poudre neuve et la poudre recyclée puisque leurs valeurs de (d_{10};d_{50};d_{90}) se situent à (12,5;28,8;51,0) pour la poudre diluée à 50 % et à (15,7;30,6;51,4) pour celle diluée à 75 %. Cette différence entre ces deux granulométries est cependant assez faible et peut s'expliquer par la présence ou non d'agglomérats de petites particules.

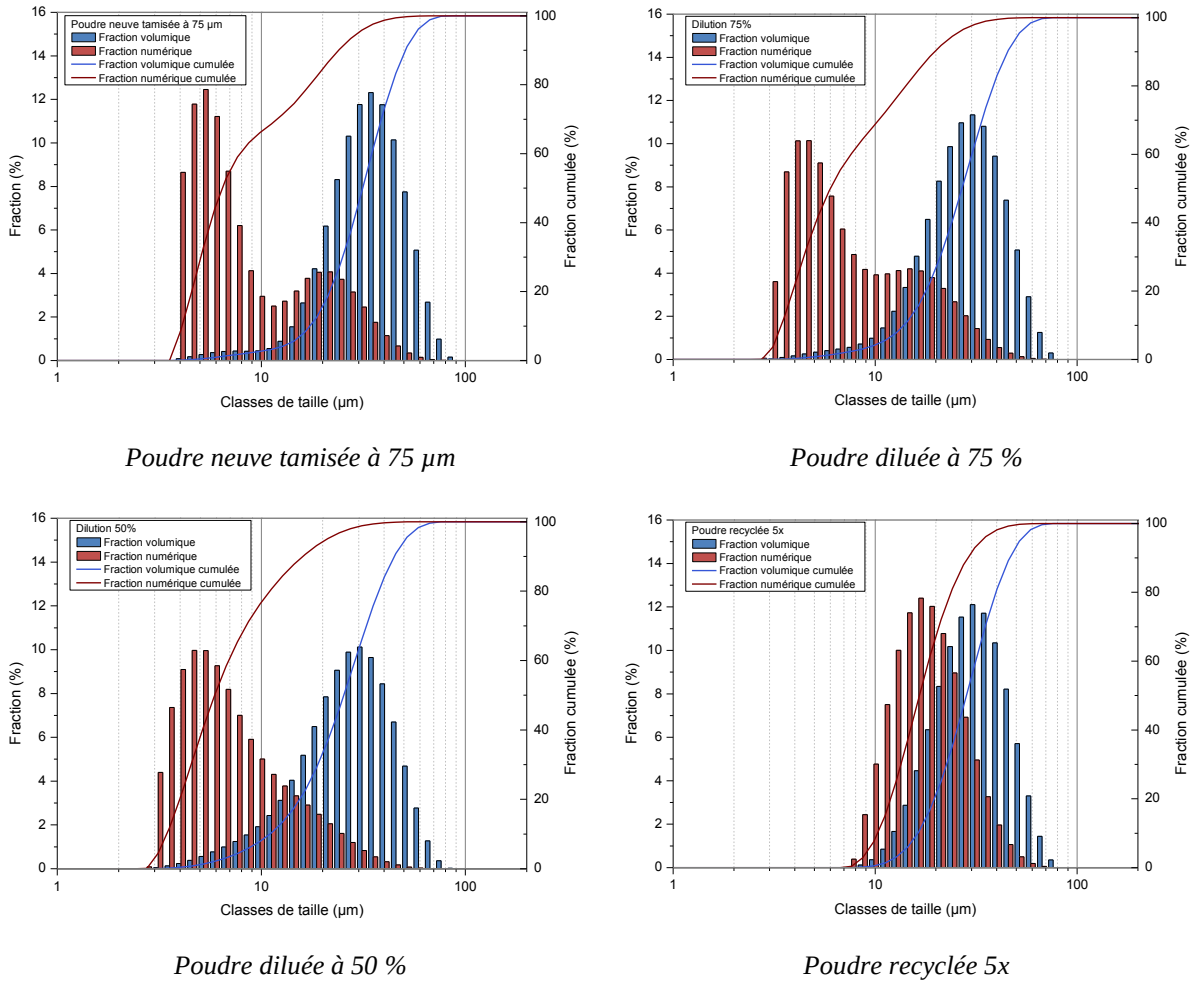


Figure IV-42 : Distribution granulométrique des lots de poudre neuve, diluée à 75 %, à 50 % et de poudre recyclée 5 fois

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

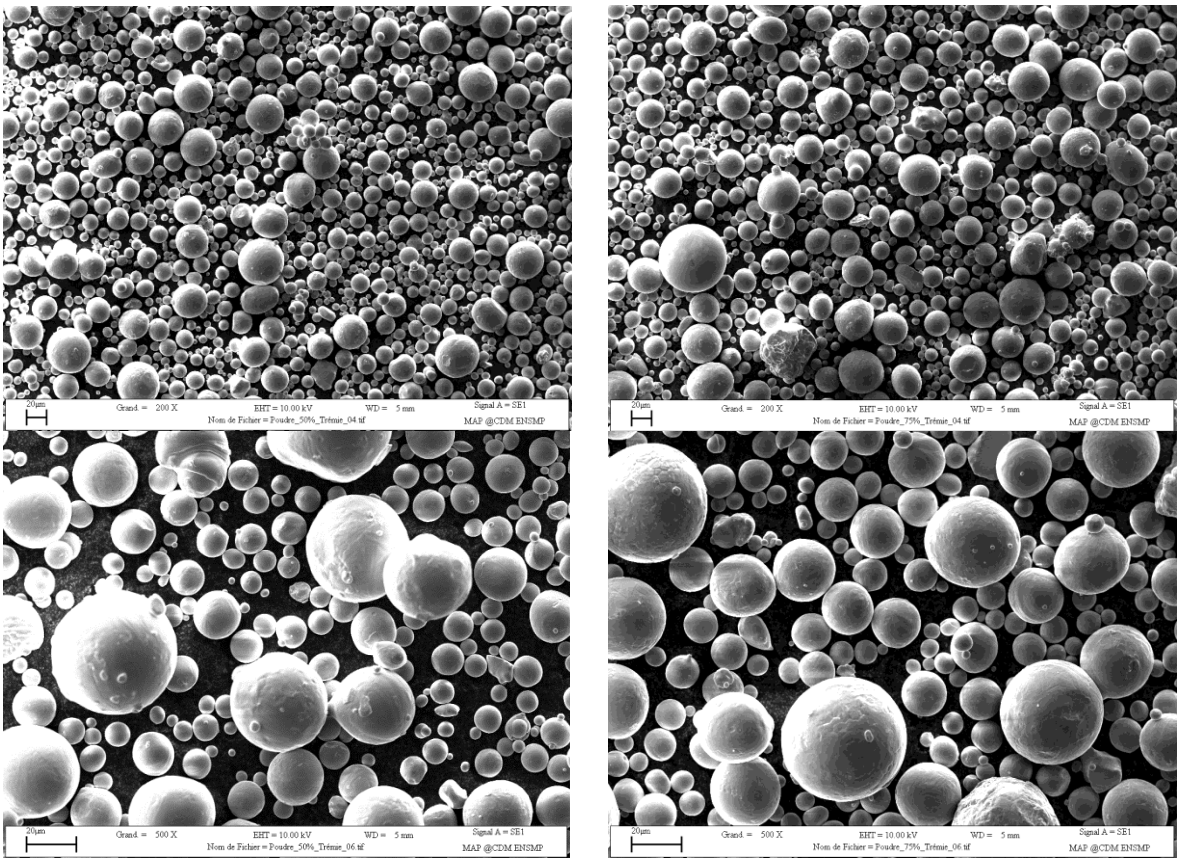


Figure IV-43 : Particules de poudre diluée à 50 % (à gauche) et à 75 % (à droite) observées au MEB aux grandissements x200 (en haut) et x500 (en bas)

L'analyse de la distribution granulométrique et de la morphologie des particules de poudre récupérées dans le bac de fabrication et rebutées lors du tamisage du cendrier est en accord avec ce qui a été obtenu lors de l'étude du recyclage (cf. Figure IV-44 et Figure IV-45). La poudre diluée à 75 % rebutée lors du tamisage du cendrier présente une répartition granulométrique qui semble plus large que celle diluée à 50 %. Au vu des images MEB, on peut affirmer que cela est dû à un plus grand nombre de petites particules du lit de poudre qui viennent se coller sur les grosses particules projetées. Ceci peut s'expliquer par la présence d'un plus grand nombre de petites particules (plus susceptibles de s'agglomérer) dans le lot dilué à 75 % que dans le lot dilué à 50 %.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

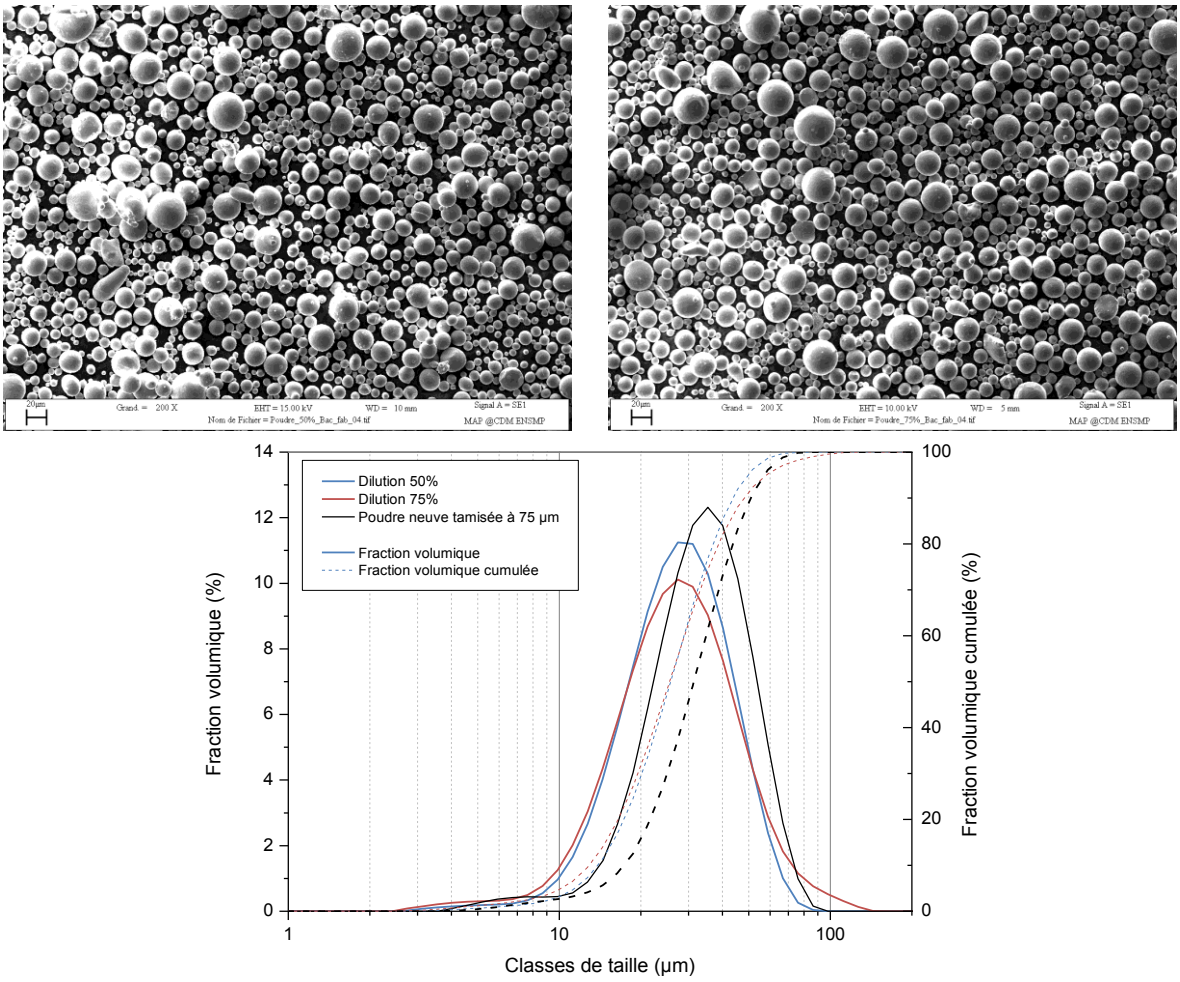


Figure IV-44 : Particules de poudre diluée à 50 % (à gauche) et à 75 % (à droite) issues du bac de fabrication avant tamisage et observées au MEB au grandissement x200 et distribution granulométrique de ces prélèvements (en bas)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

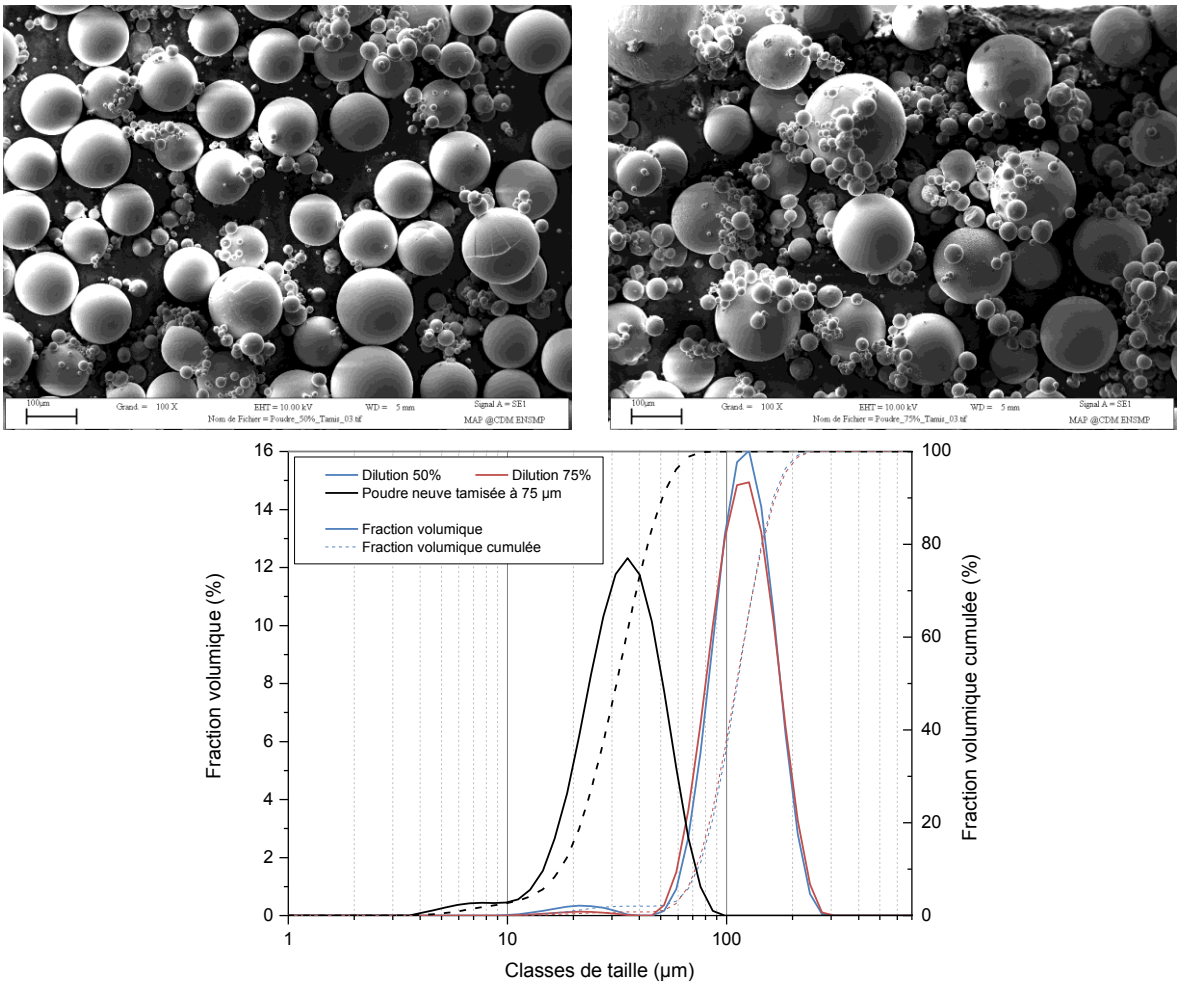


Figure IV-45 : Particules de poudre diluée à 50 % (à gauche) et à 75 % (à droite) rebutées lors du tamisage du cendrier et observées au MEB au grandissement x100 et distribution granulométrique de ces prélèvements (en bas)

Malheureusement, les quantités de poudre obtenues après dilution n'étaient pas suffisantes pour permettre la même hauteur de fabrication que celle qui avait été utilisée dans l'étude du recyclage. De ce fait, seules des éprouvettes SL ont été réalisées à partir de poudre diluée. Les cycles de fabrication réalisés avec de la poudre diluée n'ont donc pas été menés dans des conditions identiques que celles mises en œuvre durant l'étude de recyclage. Toutefois, l'intérêt de cette étude de la dilution de la poudre est de vérifier la teneur en oxygène de la poudre et des éprouvettes, ainsi que les propriétés mécaniques de ces dernières. Le fait que la hauteur de construction et la surface enveloppe aient changé par rapport aux cycles de l'étude du recyclage nous importe peu pour l'étude de la dilution puisque l'on ne cherchera pas à étudier l'influence de la surface enveloppe.

La caractérisation mécanique des éprouvettes diluées a montré que les éprouvettes présentaient des propriétés se situant entre celles réalisées à partir de poudre neuve et de poudre recyclée 5x (cf. Tableau IV-8). Néanmoins, une majorité des éprouvettes ont cassé au début de la zone plastique (cf. Figure IV-46). Cela est dû à une forte population de défauts de fabrication, notamment des manques de fusion de forte taille qui peuvent même être distingués à l'œil nu sur les faciès de rupture (cf. Figure IV-47). De ce fait, l'allongement à rupture des éprouvettes est assez faible. On constate toutefois que la résistance maximale à la traction (paramètre sensible à la contamination en oxygène) des éprouvettes diluées se situe entre celle qui avait été obtenue pour les éprouvettes fabriquées à partir de poudre neuve et celles à partir de poudre recyclée 5x. De même, on constate que la poudre diluée à 75 %

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

présente une valeur de *Rm* plus faible que celle diluée à 50 % ce qui corrobore le fait que plus une poudre recyclée est diluée avec de la poudre neuve, moins le mélange sera contaminé en oxygène. L'effet de la contamination ne s'observe en principe pas sur les valeurs du module d'Young (*E*) ni sur la limite d'élasticité ($Rp_{0,2}$). Il est rappelé à ce propos que ces deux grandeurs souffraient de fortes dispersions lors de l'étude du recyclage.

	Poudre neuve	**Poudre diluée à 75 %**	**Poudre diluée à 50 %**	**Poudre recyclée 4x**
***E* (GPa)**	125 ± 22	116 ± 6	126 ± 11	100 ± 8
***Rm* (MPa)**	1226 ± 36	1230 ± 39	1259 ± 23	1310 ± 15
$Rp_{0,2}$ (MPa)	978 ± 248	1162 ± 29	1181 ± 24	1209 ± 24
***A* (%)**	7,1 ± 2,5	2,3 ± 0,6	4,1 ± 0,3	5,0 ± 1,1
Dureté Rockwell (*HRC*)	38,9 ± 1,0	41,0 ± 0,7	42,7 ± 0,6	40,3 ± 0,5
Dureté Vickers (HV_2)	434 ± 9	400 ± 13	400 ± 18	442 ± 11

Tableau IV-8 Propriétés mécaniques des éprouvettes SL fabriquées à partir de poudre neuve, diluée à 75 %, diluée à 50 % et recyclée 4x

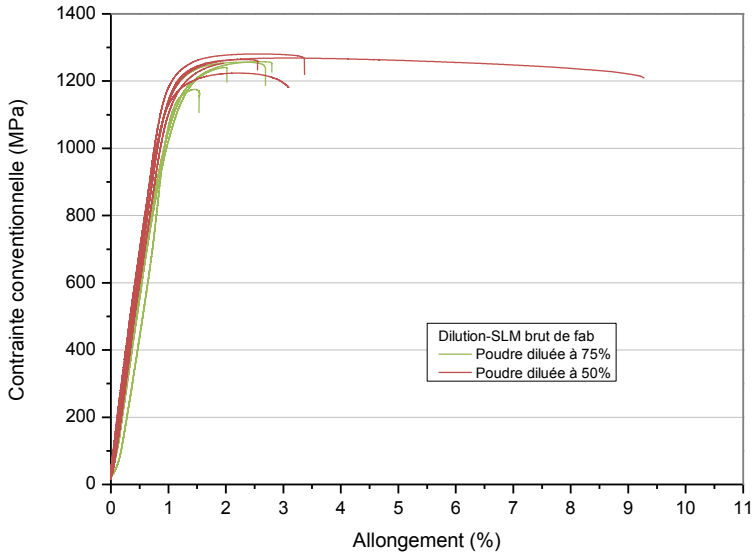


Figure IV-46 : Courbes contrainte-déformation des éprouvettes de traction réalisées à partir de poudre diluée

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

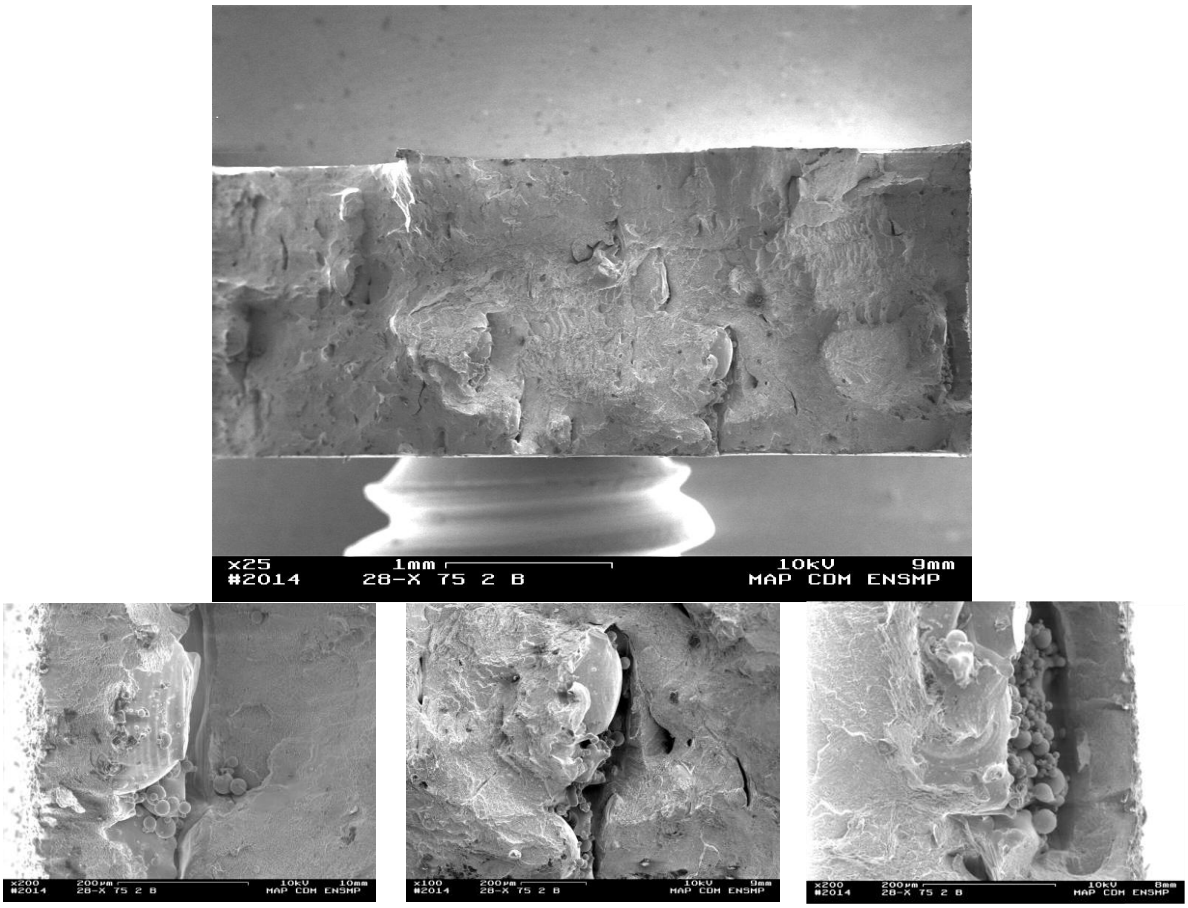


Figure IV-47 : Faciès de rupture d'une éprouvette ayant rompu au début de la zone plastique et présentant de nombreux manques de fusion atteignant plusieurs centaines de microns de large

Des essais de dureté Rockwell ont également été menés sur les éprouvettes. Les éprouvettes diluées à 50 % affichent une dureté de 42,7±0,6 HRC contre 41,0±0,7 HRC pour celles diluées à 75 %. Ces valeurs sont supérieures à celles qui avaient été obtenues durant l'étude du recyclage (cf. Figure IV-22 et Tableau IV-8). Les taux d'oxygène dans les éprouvettes diluées à 50 % et à 75 %, calculés à l'aide de la formule de Kahveci *et al.* donnée dans la Figure IV-21 correspondent respectivement à 3 564 ppm et 2 793 ppm, ce qui est bien supérieur à ce qui avait été calculé et mesuré sur les éprouvettes réalisées au cycle E1 (poudre recyclée 4x). Les essais de dureté Vickers effectués sur les mêmes échantillons n'ont pas montré de différence de dureté (cf. Tableau IV-8), ce qui va à l'encontre de ce à quoi on aurait pu s'attendre. De plus, les valeurs obtenues sur ces échantillons sont inférieures à celles obtenues pour les pièces fabriquées à partir de poudre neuve, à l'inverse de ce qui avait été obtenu pour la dureté Rockwell. Cela pourrait s'expliquer par une plus grande sensibilité aux défauts de type porosité lors des essais de dureté Vickers qui se font à une charge plus faible que les essais de dureté Rockwell. Comme cela avait été le cas pour l'étude de recyclage, il conviendrait de vérifier la contamination précise en oxygène des éprouvettes par des essais d'ICP-AES et de fusion réductrice.

Notons toutefois qu'un an s'est passé entre l'étude du recyclage et la fabrication des éprouvettes diluées. Il est possible que les conditions de stockage de la poudre n'aient pas été optimales et que la contamination ait été accrue par l'atmosphère ambiante, ce qui pourrait expliquer ces teneurs plus fortes en oxygène. On peut néanmoins constater que même si ces résultats ne sont pas comparables à ceux de l'étude du recyclage, ils restent cohérents entre eux car les éprouvettes diluées à 50 % affichent une dureté supérieure à celles diluées à 75 % qui sont théoriquement moins riches en oxygène.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

IV.5 Conclusion du chapitre

Un protocole de recyclage de la poudre utilisée en SLM mais non consolidée a été présenté dans ce chapitre. Il montre qu'un recyclage de la poudre de TA6V dans des conditions trop sévères implique une contamination en oxygène à chaque recyclage et des pièces fabriquées à partir de celle-ci. Il est nécessaire que les pièces en TA6V utilisées en aéronautique respectent une certaine valeur de contamination en oxygène pour pouvoir être certifiées. Cette étude a montré qu'à partir d'un certain nombre de réutilisations de la poudre, cette limite ne pouvait plus être garantie pour les pièces fabriquées par SLM. La dilution de la poudre recyclée avec de la poudre neuve semble néanmoins permettre de limiter la contamination des pièces en oxygène.

L'étude des propriétés mécaniques a montré que la contamination en oxygène du TA6V impactait les résultats en traction (notamment l'allongement à rupture) et les mesures de dureté. Toutefois, la présence de défauts de fabrication tels que les manques de fusion ou les manques de matière au sein des pièces amène à de fortes dispersions des allongements à rupture. Ces porosités peuvent atteindre plusieurs centaines de microns de large qu'il convient de supprimer par CIC si l'on veut dissocier l'effet des défauts intrinsèques du SLM de la contamination (encore faut-il s'assurer que le traitement de CIC soit sans effet sur la contamination en oxygène). Dans le cas d'une pièce industrielle, il convient cependant de vérifier la présence ou non de tels défauts, notamment dans les zones fortement sollicitées. Il devient alors utile de définir un critère de criticité de défaut par rapport à la zone où il se trouve dans la pièce. Il peut être également intéressant de détecter ces défauts durant la fabrication grâce à une solution de *monitoring* du procédé (ce point sera abordé au Chapitre VI).

L'étude du recyclage a également montré que la poudre à recycler devait nécessairement être tamisée afin d'être réutilisée. Environ 5 % en masse de la poudre est perdue lors de cette opération de tamisage du bac de fabrication. Cela est notamment dû à la présence de particules de fort diamètre qui sont générées lors du lasage et qui se retrouvent projetées à la surface du lit de poudre. Ces dernières peuvent dépasser de plusieurs fois la hauteur consolidée à chaque couche et peuvent être entrainées dans le cendrier lors de l'étalement des couches suivantes. Ces projections proviennent de la détente brutale du gaz, initialement compris entre les particules solides du lit de poudre, et qui se retrouve piégé dans le bain liquide lors de la fusion de la poudre par le laser. Il s'agit d'un phénomène très similaire à de l'atomisation qui, dans les conditions utilisées en SLM, amène à la génération de billes de diamètre trois à quatre fois plus grand que la poudre initiale. Leur microstructure est en tout point identique à celle de particules issues d'une atomisation au gaz. Il pourrait être intéressant d'étudier la formation de ces projections à l'aide d'une caméra à très haute fréquence filmant le bain liquide au cours du lasage. D'autre part, il pourrait être intéressant de vérifier s'il existe un lien entre la proportion de surface lasée en paramétrie de remplissage (P et V élevées) par rapport à la paramétrie de contour (P et V moins élevées) et la quantité de projections générées. L'influence de la paramétrie sur la morphologie et la granulométrie des projections est également une voie d'investigation qui permettrait une meilleure compréhension du phénomène des projections et une minimisation de l'occurrence de ce défaut intrinsèque au SLM.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Bibliographie

AFNOR. 1983. X 11-508. Tamis et tamisage – Tableau de correspondance des tissus métalliques dans les tamis de contrôle, AFNOR, Septembre 1983.

Armines. 2012. Procédé de fusion sélective de lits de poudre par faisceau de haute énergie sous une dépression de gaz. 12/03230 29 Novembre 2012.

ASM International. 2000. Hardness Conversions for Steels. [auteur du livre] Howard Kuhn et Dana Medlin. ASM Handbook – Mechanical Testing and Evaluation, ASM International, 2000, Vol. 8, pp. 282–287.

Blanc, Toinou. 2016. Fabrication directe de pièces en TA6V par projection laser : Modèle phénoménologique et recyclabilité de la poudre, MINES-ParisTech, 2016. Thèse.

CEAT. 1980. Recueil de dessins d'éprouvettes. 1980, Direction technique des constructions aéronautiques – Centre d'Essais Aéronautiques de Toulouse – Groupe Matériaux, 1980. p. Planche N° 1121.

Chlebus, Edward, et al. 2011. Microstructure and mechanical behaviour of Ti-6Al-7Nb alloy produced by selective laser melting. Materials Characterization. 2011, 62, pp. 488–495.

Combres, Yves et Champin, Bernard. 1995. Traitement thermiques des alliages de titane. Techniques de l'ingénieur. 1995, Vol. M 1335.

Combres, Yves. 1999. Propriétés du titane et de ses alliages. Techniques de l'ingénieur. 1999, Vol. M 557.

Gilbert, Roger et Shannon, C. Richard. 1991. Heat Treating of Titanium and Titanium Alloys. [auteur du livre] Joseph R. Davis, et al. ASM Handbook – Heat Treating. 10ème, ASM International, 1991, Vol. 4, pp. 914–923.

INRS. 2011. Mise en œuvre de la réglementation relative aux atmosphères explosives – Guide méthodologique. [éd.] Institut National de Recherche et de Sécurité. 2011.

Kahveci, A. I. et Welsch, G. E. 1986. Effect of oxygen on the hardness and alpha/beta phase ratio of Ti-6Al-4V alloy. Scripta Metallurgica. 1986, Vol. 20, pp. 1287–1290.

Lampman, S. 1990. Wrought Titanium and Titanium Alloys. [auteur du livre] Joseph R. Davis, et al. ASM Handbook – Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials. 10ème, ASM International, 1990, Vol. 2, pp. 592–633.

Le Falher, Erwan. 2009. Caractérisation microstructurale et mécanique de pièces en AlSi10Mg fabriquées par fusion laser, MINES-ParisTech, 2009. Rapport de stage de Mastère.

Lee, Y. T. et Welsch, G. 1990. Young's Modulus and Damping of Ti-6Al-4V Alloy as a Function of Heat Treatment and Oxygen Concentration. Materials Science and Engineering, A. 1990, 128, pp. 77–89.

Levy, Gideon N., Schindel, Ralf et Kruth, Jean Pierre. 2003. Rapid Manufacturing and Rapid Tooling with Layer Manufacturing (LM) technologies, state of the art and future perspectives. CIRP Annals - Manufacturing Technology. 2003, Vol. 52, 2, pp. 589–609.

Longuet, Arnaud. 2010. Modélisation du procédé de projection laser – Application au TI-6Al-4V, MINES-ParisTech, 2010. Thèse.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Maisonneuve, Julie. 2008. Fabrication directe de pièces aéronautiques en TA6V et IN718 : projection et fusion sélective par laser, MINES-ParisTech, 2008. Thèse.

Renishaw S.A.S. 2012. Brochure : La puissance de la fabrication additive. Site Web Renishaw. [En ligne] 2012. resources.renishaw.com/fr/details/bricure-la-puissance-de-la-fabrication-additive--41033.

Shen, Chia Chieh et Wang, Chung Min. 2014. Effect of hydrogen loading and type of titanium hydride on grain refinement and mechanical properties of Ti-6Al-4V. Journal of Alloys and Compounds. 2014, 601, pp. 274–279.

Singh, Gaurav, et al. 2013. Effect of hydrogen charging on tensile properties of B-modified Ti-6Al-4V. Material Science & Engineering A. 2013, 576, pp. 326–336.

Vilaro, Thomas. 2011. Fabrication directe de pièces aéronautiques et spatiales en Nimonic 263 et A360 par le procédé de fusion sélective par laser : approche thermique, microstructurale et mécanique, MINES-ParisTech, 2011. Thèse.

Vilaro, Thomas, Colin, Christophe et Bartout, Jean-Dominique. 2011. As-Fabricated and Heat-Treated Microstructures of the Ti-6Al-4V Alloy Processed by Selective Laser Melting. Metallurgical and Materials transactions A. 2011, Vol. 42, 10, pp. 3190–3199.

Vinson, Pierre et Colin, Christophe. 2012. FALAFEL - L2.4.1 - Détail de la procédure de recyclage à appliquer en SLM_v6. Livrable FALAFEL. 23 03 2012.

Vrancken, Bey, et al. 2012. Heat treatment of Ti6Al4V produced by Selective Laser Melting: Microstructure and mechanical properties. Journal of Alloys and Compounds. 2012, 541, pp. 177–185.

Wood, R. A. et Favor, R. J. 1972. Titanium Alloys Handbook. [éd.] Metals and Ceramics Information Center. 1972.

Yan, M., et al. 2014. Review of effect of oxygen on room temperature ductility of titanium and titanium alloys. Powder Metallurgy. 2014, Vol. 57, 4, pp. 251–257.

Zhang, Baicheng, Liao, Hanlin et Coddet, Christian. 2013. Selective laser melting commercially pure Ti under vacuum. Vacuum. 2013, Vol. 95, pp. 25–29.

Zhang, W. J., Reddy, B. V. et Deevi, S. C. 2001. Physical properties of TiAl-base alloys. Scripta Materialia. 2001, Vol. 45, pp. 645–651.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Chapitre V Modèle de consolidation du lit de poudre

Résumé :

Le procédé SLM est un procédé utilisant des lits de poudre. Il a été vu au Chapitre III qu'un lit de poudre affiche une porosité totale assez élevée, et a une répercussion sur son absorptivité et sur le volume consolidé après fusion par faisceau laser.

Ce chapitre présente un modèle bidirectionnel anisotrope de consolidation du lit de poudre permettant de connaître au bout de combien de couche la hauteur consolidée devient égale au déplacement du piston en fonction de la porosité totale du lit de poudre et du coefficient d'anisotropie de retrait. Ce modèle permet également d'évaluer la productivité du procédé, notamment grâce aux calculs du temps de fabrication et du débit volumique de matière consolidée.

Sommaire :

V.1 Bref état de l'art sur la formation d'un cordon dans un lit de poudre 184

V.2 Modèle bidirectionnel anisotrope 187

V.2.1 Présentation du modèle 187

V.2.2 Confrontation avec les données expérimentales 194

V.3 Calcul de la productivité du procédé SLM 197

V.3.1 Présentation du calcul du temps de fabrication 197

V.3.2 Présentation du calcul du débit volumique et du temps de mise en couche 201

V.3.3 Influence des paramètres opératoires sur le temps de fabrication des pièces, le temps admissible de mise en couche et les débits volumiques de matière consolidée 203

V.3.3.1 Influence de la vitesse de balayage du faisceau laser 204

V.3.3.2 Influence du diamètre du faisceau laser 204

V.3.3.3 Influence de la hauteur de couche programmée 205

V.3.3.4 Influence du taux de recouvrement 206

V.3.3.5 Influence de la fraction du plateau de fabrication balayée par le laser . 207

V.3.3.6 Influence de la dimension des rectangles de lasage 208

V.3.3.7 Influence du facteur β 209

V.4 Conclusion du chapitre 210

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Les procédés de fabrication directe sont encore émergents dans l'industrie. De nombreuses réticences sont émises sur le fait que le prix à la pièce issue de ces procédés est assez élevé, compte-tenu entre autre du surcoût de la matière première (qu'il faut généralement approvisionner sous forme de poudre ou de fil) en comparaison de la tôle ou du barreau pour les procédés traditionnels par enlèvement de matière. Depuis quelques années, l'industrie se dirige vers une certaine maturité vis-à-vis de la fabrication additive. D'une part, les avancées technologiques dans ce domaine ont été considérables sur la dernière décennie, ce qui permet désormais d'avoir parfois des pièces moins chères par fabrication directe que par les procédés classiques (Frazier, 2014). D'autre part, les bureaux d'étude ont pris le pli de repenser la manière de conceptualiser une pièce avec les spécificités offertes par la fabrication additive. Par exemple, si le SLM permet, pour certains matériaux, d'obtenir de meilleures propriétés mécaniques, en l'absence de traitement thermique, comparées à celles du brut de coulée ou du forgeage (cf. Tableau IV-1), le procédé SLM a bien plus à offrir. Il n'est plus nécessaire d'apposer des bossages, des raidisseurs, des pattes de fixation et donc de concevoir des sous-ensembles assemblés quand on peut n'avoir qu'une pièce d'un seul tenant. Ainsi, et grâce au développement de l'optimisation topologique, malgré un coût unitaire qui reste généralement supérieur, la fabrication additive offre des avantages immenses en proposant des pièces au moins aussi résistantes tout en affichant des masses nettement plus faibles que si elles avaient été réalisées par voies traditionnelles.

Décider d'orienter ou non la production d'une pièce par procédés de fabrication additive passe donc généralement par un calcul économique comprenant tout le cycle de vie de la pièce, de l'approvisionnement de la matière première au recyclage du produit fini, en tenant compte de tous les frais annexes (conception, fabrication, etc.). Aussi, l'ACV (Analyse du Cycle de Vie) présente un intérêt tout particulier pour le procédé étudié.

Dans le cas du SLM, il est possible de développer un modèle rendant compte de la consolidation du lit de poudre par l'empilement de cordons ainsi que du temps de fabrication d'une pièce, ce qui permet de contribuer à l'évaluation économique de ce procédé.

V.1 Bref état de l'art sur la formation d'un cordon dans un lit de poudre

Plusieurs laboratoires visent à modéliser le procédé SLM, et plus particulièrement la formation de cordons. En effet, le cordon est l'élément de base de toute pièce créée par SLM. Pouvoir modéliser sa formation est une des clés pour la compréhension du procédé. Plusieurs équipes de chercheurs travaillent de par le monde à obtenir un modèle numérique du procédé. Ces calculs sont souvent complexes mais peuvent prendre en compte la thermique, les phénomènes de tension de surface, les phénomènes hydrodynamiques du bain (et/ou du gaz protecteur), voire les phénomènes métallurgiques pouvant survenir au sein du cordon.

De nombreux travaux existent déjà sur la modélisation du procédé DMD. Toutefois, le procédé SLM est assez différent du DMD du fait de la présence du lit de poudre. Ce dernier est un milieu poreux qui ne peut pas être considéré comme du gaz protecteur, ni comme du matériau massif. Fischer *et al.* proposent un modèle de formation du cordon dans lequel le lit de poudre est considéré comme un corps gris pour lequel la distance de pénétration du faisceau laser est plus importante que pour le matériau massif (Fischer, et al., 2003). Cette hypothèse vient du fait des multiples réflexions du faisceau laser sur les particules de poudre composant le lit (cf. Figure V-1). De ce fait, lorsque le laser irradie la poudre, il affecte un volume plus large et plus profond que s'il irradiait le même matériau massif. Aussi, le rayonnement laser s'apparente à une source de chaleur volumique lors de l'interaction laser-lit de poudre plutôt qu'à une source de chaleur surfacique dans le cas d'une irradiation d'un massif. Le lit de poudre métallique est donc supposé être un milieu absorbant,

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

diffusant et homogène. Fischer *et al.* font également l'hypothèse que les transferts thermiques par rayonnement sont négligeables, ce qu'a également montré Thomas Vilaro sur le bain de fusion (Vilaro, 2011). Ainsi, le modèle de Fischer *et al.* tient compte des phénomènes thermiques mais pas de la formation du bain liquide lors de la fusion de la poudre. Il se décompose en deux temps : tout d'abord à l'échelle de la particule de poudre qui va s'échauffer sous l'influence du faisceau laser et est ensuite suivi de la diffusion thermique dans le lit de poudre (considéré comme un milieu à faible diffusivité faisant office de pompage thermique). Le modèle de Fischer *et al.* permet de déterminer un domaine favorable à la stabilité des cordons en fonction de la puissance et de la durée des pulses laser.

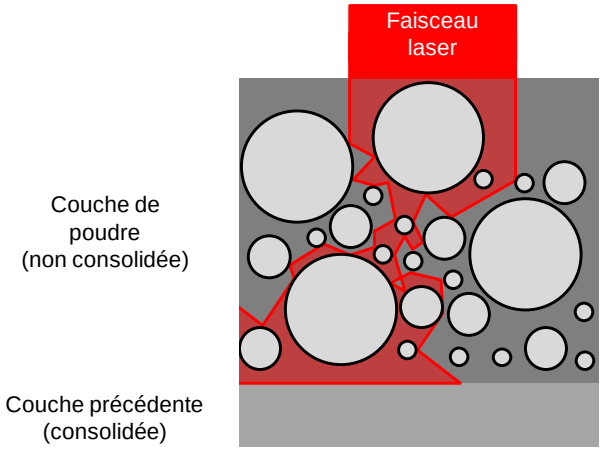


Figure V-1 : Multiples réflexions du faisceau laser au sein du lit de poudre (d'après (Fischer, et al., 2003))

L'ENISE (École Nationale d'Ingénieurs de Saint-Étienne) s'intéresse également à la modélisation des procédés de fabrication additive. Gusarov *et al.* présentent un modèle numérique pour rendre compte de la thermique du bain et ainsi suivre sa stabilité. Dans ce modèle, le lit de poudre est considéré comme un matériau dense auquel on applique un coefficient d'extinction. Cela revient à dire que l'absorption de la poudre est plus forte que pour le matériau massif et que l'atténuation de la puissance du faisceau laser est plus rapide au sein de la poudre. Cette approche est différente de celle de Fischer *et al.* car elle ne tient pas compte de l'augmentation du volume d'interaction entre le faisceau laser et le lit de poudre due aux multiples réflexions. Le modèle présenté par Gusarov *et al.* permet de connaître la géométrie du bain fondu et sa température (cf. Figure V-2). Le modèle ne tient pas compte des phénomènes de convection de Marangoni au sein du bain liquide qui sont considérés comme négligeables lorsque la vitesse de déplacement du laser dépasse les 10 cm/s. Cette vitesse seuil est faible au regard des domaines explorés ici et de ceux couramment mis en œuvre dans l'industrie. D'autre part, les phénomènes de tension de surface ne sont pas pris en compte alors qu'ils conditionnent la forme du cordon. De ce fait, les cordons calculés sont plus larges que les cordons réels, mais cette longueur calculée correspond à la zone affectée par le laser (cf. Figure V-4). Ce modèle permet également de voir que des instabilités apparaissent aux fortes vitesses de balayage (du fait de l'instabilité capillaire de Plateau-Rayleigh, ce qui sera présenté au Chapitre VI). À faible vitesse par contre, la stabilité est assurée par un meilleur rapport (*i.e.* plus petit) de la longueur du bain sur sa largeur et par une plus grande surface de contact avec le substrat.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

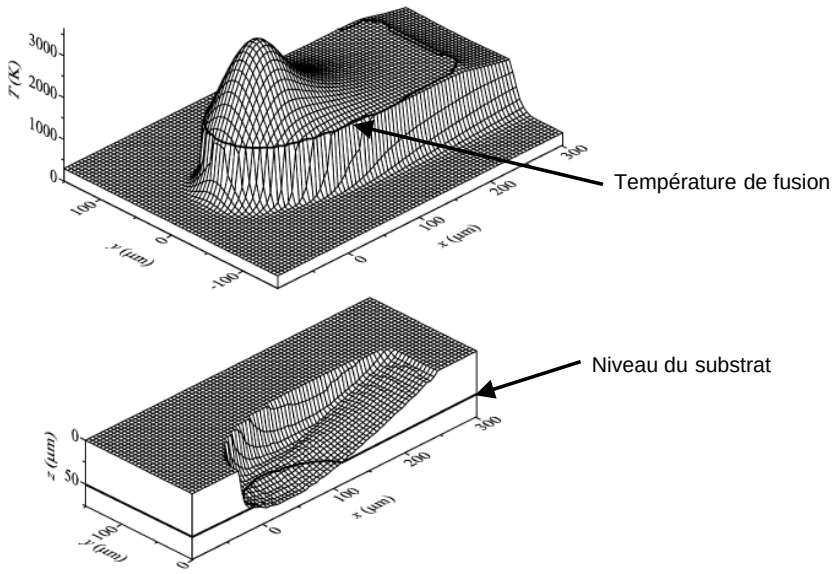


Figure V-2 : Température à la surface supérieure du lit de poudre (en haut) et profondeur refondue (en bas) (d'après (Gusarov, et al., 2007))

Le modèle mis au point par l'ENISE considère que la cinétique de fusion du lit de poudre est relativement lente, ce qui correspond mieux à la réalité du procédé (cf. Figure V-3).

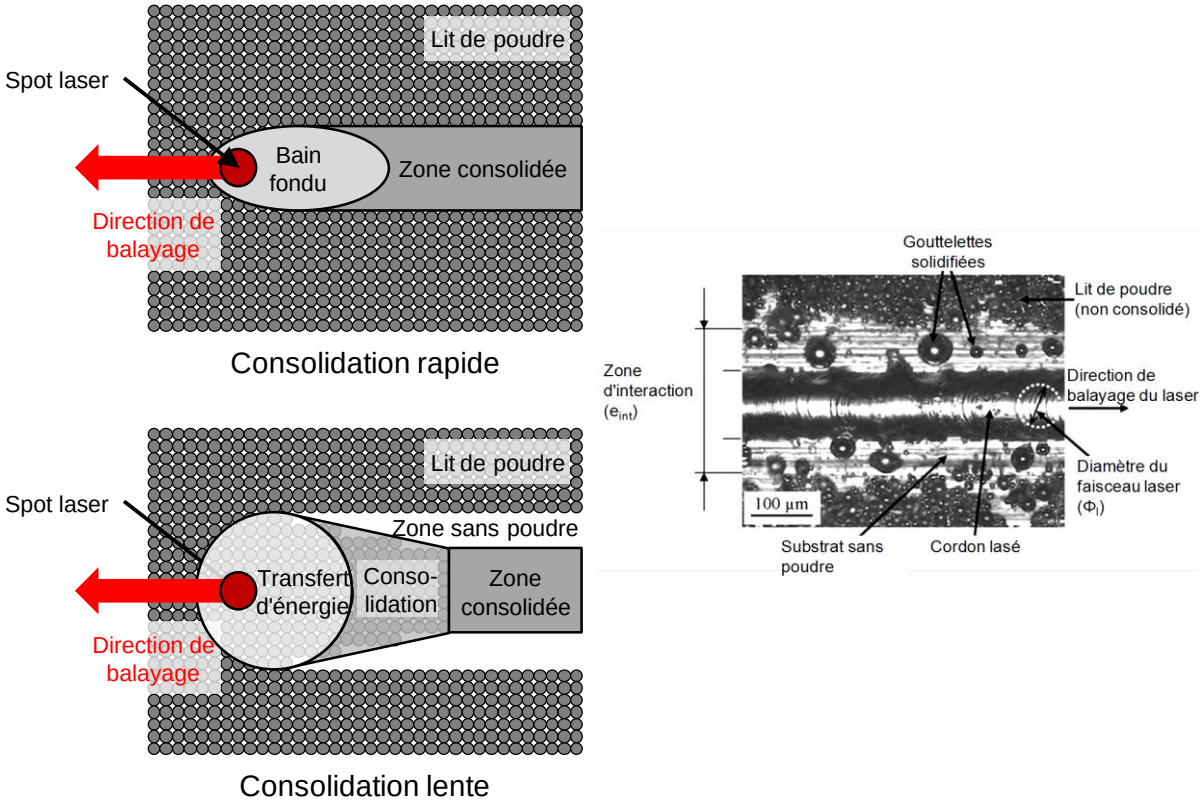


Figure V-3 : Cordons vu de dessus pour différentes cinétiques de consolidation (d'après (Gusarov, et al., 2010)) et photo du lit de poudre vu de dessus après le lasage d'un cordon (d'après (Yadroitsev, et al., 2010))

Verhaeghe *et al.*, de la KU Leuven (Katholieke Universiteit Leuven, Université catholique de Louvain, Belgique) ont établi un modèle prenant en compte l'évaporation du matériau sous l'effet du

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

laser (Verhaeghe, et al., 2009). Ce modèle considère 3 états de la matière (solide, liquide, gaz) et un pseudo-état (poudre). Comme l'ont fait Gusarov *et al.*, Verhaeghe *et al.* utilisent un coefficient d'extinction lorsque le matériau est sous forme de poudre. De même, les tensions de surface et le mouillage du bain liquide sur le matériau sous-jacent n'est pas pris en compte. Toutefois, le modèle tient compte du retrait axial lors de la fusion dû à la porosité du lit de poudre. D'autre part, la prise en compte de l'évaporation permet de modéliser le creusement des cordons lors de l'utilisation de puissances laser très fortes. Enfin, ce modèle prend en compte l'état de la matière sous-jacente au cordon pour ce qui est de la thermique du procédé. Il serait donc possible de l'utiliser pour étudier le cas des contre-dépouilles (*i.e.* lorsque la couche à laser n'est pas soutenue par de la matière consolidée, mais par un lit de poudre de forte épaisseur).

Masmoudi *et al.* proposent quant à eux un modèle prenant en compte l'atmosphère protectrice de la chambre de fabrication (Masmoudi, et al., 2015). Comme celui de Verhaeghe *et al.*, ce modèle tient compte de l'évaporation du matériau, la température d'évaporation limitant alors la température du bain liquide. Il permet également le calcul des mouvements convectifs dans l'atmosphère au dessus du cordon. Ce modèle montre qu'un environnement sous forte pression limite les mouvements convectifs du gaz protecteur.

V.2 Modèle bidirectionnel anisotrope

Il est possible de mettre en place un modèle de consolidation pour le procédé SLM par empilement de cordons. Ce modèle, contrairement à de nombreux autres présentés dans la littérature, ne s'intéresse pas à la forme du bain, ni même à son évaporation partielle (Verhaeghe, et al., 2009), ni au frittage des particules entre-elles (Tolochko, et al., 2003), ou encore à la thermique du bain en général (Gusarov, et al., 2007). Il vise encore moins à prédire les distorsions (ou déformations) des pièces à l'issue de la fabrication comme le fait le modèle thermique-métallurgique-mécanique développé par Marion pour le TA6V (Marion, 2016). Ce modèle, inspiré des travaux de Vilaro (Vilaro, 2011), permet de calculer la hauteur de poudre déposée en fonction de la hauteur de matière consolidée et de son retrait anisotrope (qui est lié au volume de l'interaction laser-lit de poudre, à la forme du bain, à son mouillage avec le substrat et à sa solidification). Ce modèle met en lumière le rôle important de la porosité du lit de poudre après étalement qui, rappelons-le, est une donnée inaccessible directement avec la machine. D'autre part, il est indépendant de la puissance du faisceau laser. Il ne peut donc pas être utilisé pour déterminer une plage de paramètres de fabrication pour obtenir des constructions stables.

V.2.1 Présentation du modèle

Un modèle bidirectionnel anisotrope a été établi qui s'appuie sur les grandeurs présentées en Figure V-4. En effet, après lasage, le cordon exhibe une largeur e_{app} généralement supérieure au diamètre Φ_l du faisceau laser. Ceci s'explique, entre autres, du fait des multiples réflexions dudit faisceau au sein du lit de poudre (cf. Figure V-1), de la coalescence des particules de poudre lors de leur fusion, de la gravité et de la température à laquelle est porté le bain. Cela amène à un volume d'interaction du laser sur le lit de poudre plus large que la taille du faisceau lui-même ; la largeur de ce volume d'interaction sera nommée e_{int}. Comme montré sur la Figure V-4, l'apport d'énergie par le faisceau laser entraîne une refusion du substrat sous-jacent. Cette zone refondue (ZR) présente une plus grande profondeur (H_{ZR}) lors du lasage d'une couche de poudre sur un substrat que lors du lasage d'un substrat massif à la même paramétrie (Vilaro, 2011), (Royer, 2014). Cela peut s'expliquer par les phénomènes de multiples réflexions du faisceau laser au sein de la poudre entraînant un domaine d'interaction laser-matière plus important, mais aussi par la présence d'un cordon chaud au dessus du substrat qui communiquera de la chaleur à ce dernier par conduction.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

D'autre part, le lit de poudre est un milieu poreux (de porosité totale P_t située généralement entre 40 et 60 %, cf. Chapitre III) ; le volume de matière fondue est donc plus faible que celui occupé par les particules du lit de poudre dont il est issu. En ajoutant à cela un retrait à la solidification ($\rho_l < \rho_s$), on peut alors définir un retrait radial ΔX du lit de poudre après la formation du cordon, par rapport à la largeur du volume d'interaction laser-lit de poudre. Ce retrait peut s'observer sur les cordons lasés sur lit de poudre : on observe alors une zone dénudée de poudre entre le cordon solidifié et le reste du lit de poudre (Yadroitsev, et al., 2007). Pour des raisons analogues, et dans le cas d'une configuration stable du bain, la hauteur apparente du cordon (H_{app}) est généralement inférieure à la hauteur du lit de poudre (ΔZ_{poudre}) du fait d'un retrait axial ΔZ. Vilaro précise que le procédé devient stable au-delà d'un certain nombre de couches et que H_{app} s'ajuste au déplacement du piston (ΔZ_{piston}) couche après couche (Vilaro, 2011). Il peut néanmoins arriver que les paramètres opératoires utilisés pour la fabrication (P, V, Φ_l, ΔZ_{piston}) impliquent que la hauteur de cordon soit plus importante que le déplacement incrémental du piston. Cela pourrait venir du fait soit d'un apport d'énergie fort par le faisceau laser, entraînant des multiples réflexions sur une large zone du lit de poudre et faisant que le bain liquide va agglomérer les particules alentours. Cela peut aussi s'expliquer par un apport en énergie insuffisant et amenant à un cordon poreux et des manques de fusion et/ou une discontinuité du cordon (phénomène de *balling*, cf. Chapitre VI). Bien souvent, ces surépaisseurs de cordons sont dommageables pour la fabrication, car si elles sont trop prononcées (comme le cas du *balling* décrit en section VI.2.3.2) elles peuvent gêner le système de mise en couche, voire même le bloquer, ce qui entraîne l'arrêt immédiat de la fabrication. Le modèle présenté ici considèrera un retrait radial comme décrit dans la Figure V-4. Compte tenu du fait que ΔX et ΔZ représentent dans la quasi-totalité des retraits, leurs valeurs sont négatives.

Précisons enfin que ce modèle est anisotrope, c'est-à-dire que les retraits radial et axial ne sont pas forcément égaux. Il est possible de définir un coefficient d'anisotropie ψ dont l'expression est donnée par l'Eq V-1 qui consiste en le rapport du retrait radial adimensionnalisé ($\Delta X / X$) par le retrait axial adimensionnalisé ($\Delta Z / Z$). Ce coefficient dépend de grandeurs physiques liées au bain liquide comme par exemple sa viscosité et sa tension de surface, qui dépendent eux-mêmes de la paramétrie utilisée pour le lasage, c'est-à-dire de la température du bain. Il permet également de rendre compte des rapports d'élancement et des facteurs géométriques du cordon que l'on abordera au Chapitre VI.

$$\Psi = \frac{\frac{\Delta X}{X}}{\frac{\Delta Z}{Z}} \qquad \textbf{Eq V-1}$$

La Figure V-5 présente différentes morphologies de cordon possible pour différentes valeurs de Ψ. Rappelons que par sa définition, le coefficient d'anisotropie ne définit pas directement la géométrie du cordon, mais le rapport des retraits selon l'axe X et l'axe Z du cordon solidifié. Pour une valeur de Ψ donnée, deux cordons n'auront pas la même forme si le rapport de la largeur du volume d'interaction (e_{int}) et de la hauteur de poudre étalée (ΔZ_{poudre}) est différent entre les deux cordons. Le rapport d'élancement du cordon r_e^{cordon}, présenté au Chapitre VI (cf. Eq VI-34) définit quant à lui la géométrie du cordon par le rapport de sa hauteur H_{app} sur sa largeur e_{app}. Ce rapport d'élancement du cordon ne doit pas être confondu avec le coefficient d'anisotropie Ψ.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

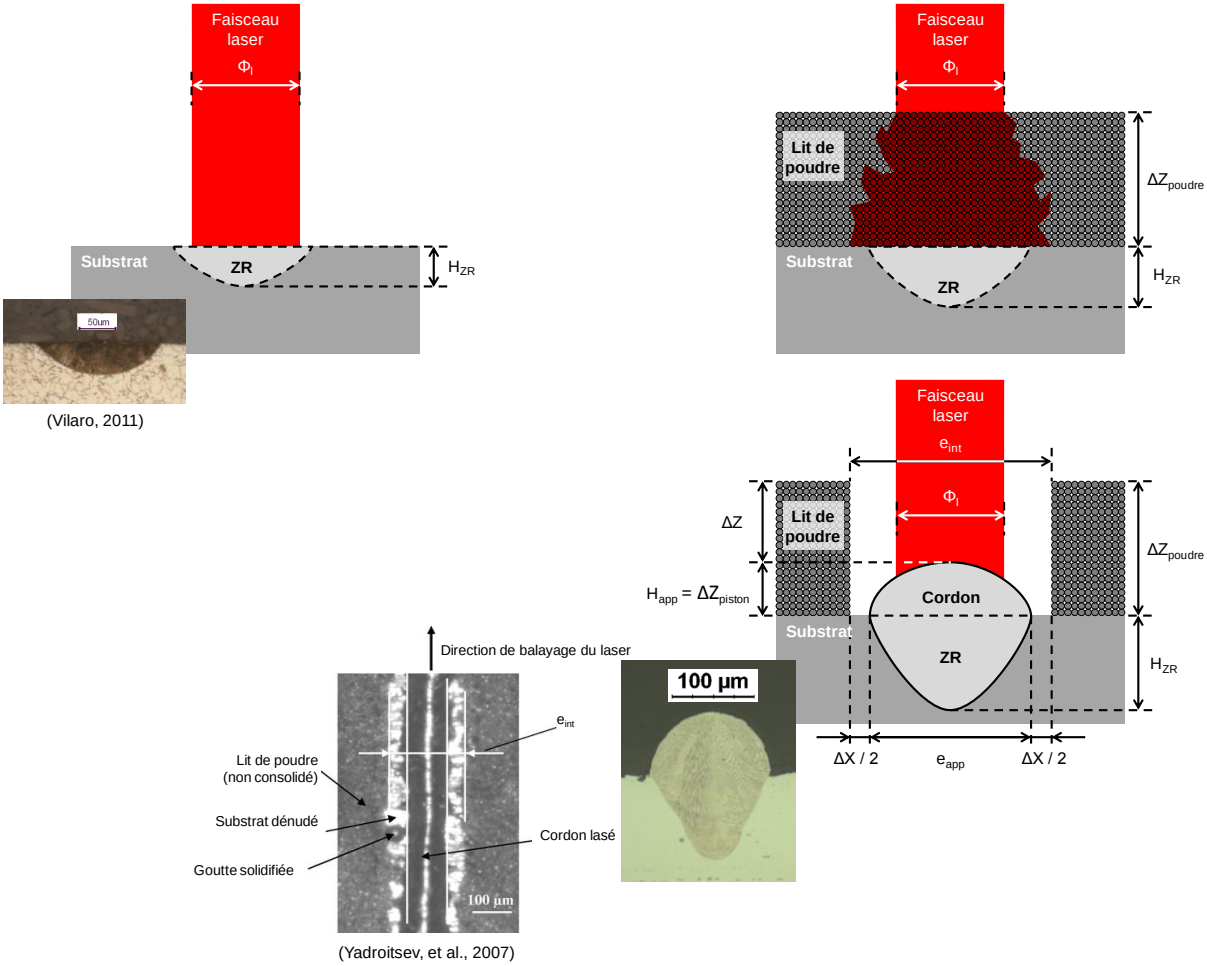


Figure V-4 : Schématisation du lasage d'un substrat massif (en haut à gauche) et d'un lit de poudre (à droite et en bas)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

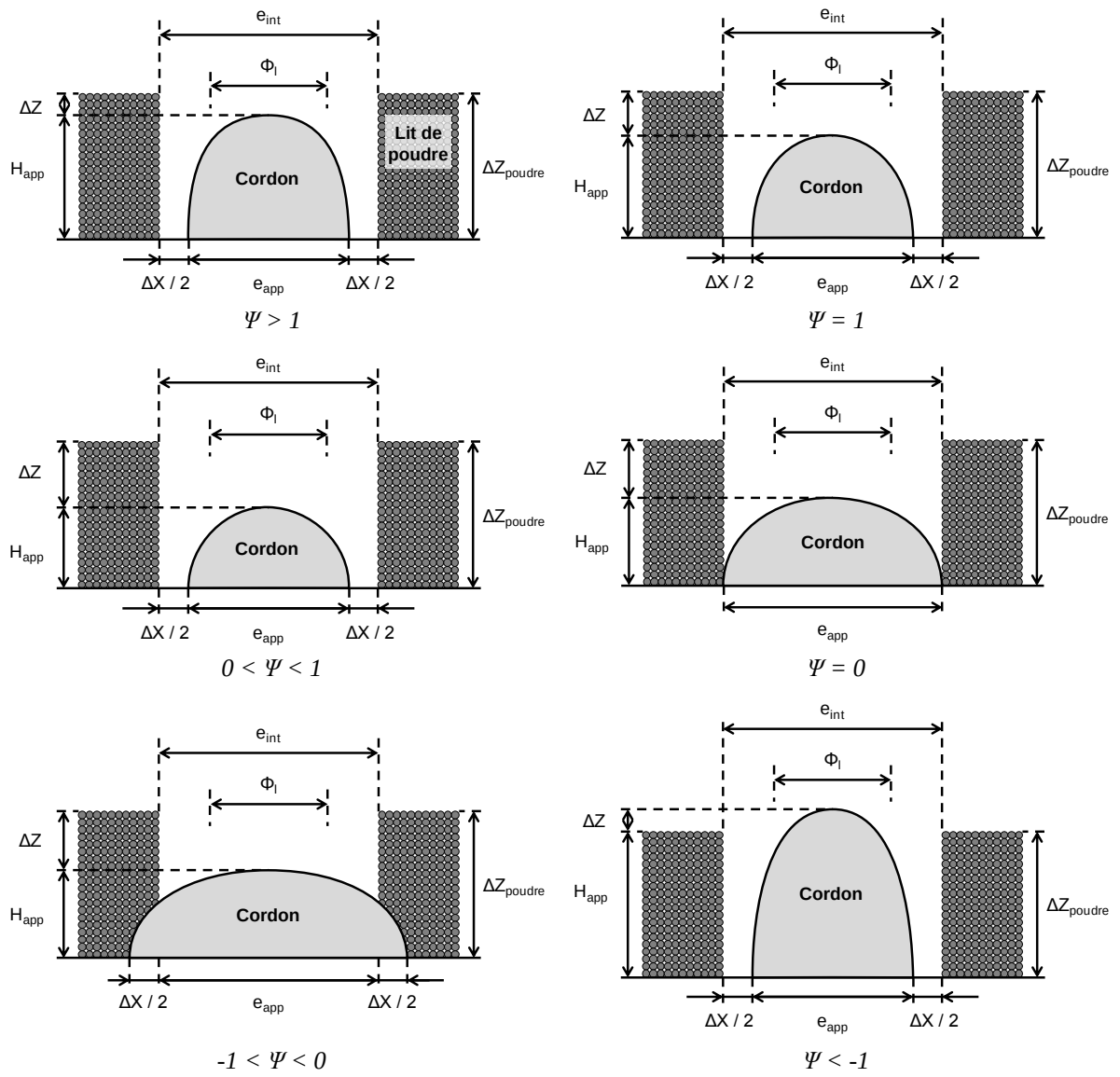


Figure V-5 : Schématisation des morphologies potentielles du cordon pour différentes valeurs de Ψ

La porosité du lit de poudre peut quand à elle être définie par l'équation suivante :

$$\begin{cases} P_t = -\dfrac{\Delta S}{S} = -\left(\dfrac{\Delta X}{X} + \dfrac{\Delta Z}{Z}\right) > 0 \quad \text{Eq V-2 a} \\ \text{soit encore } -\dfrac{\Delta X}{X} = -\left(-\dfrac{\Delta Z}{Z}\right) + P_t \quad \text{Eq V-2 b} \end{cases} \qquad \textbf{Eq V-2}$$

où S est la section selon un plan vertical orthogonal au sens du déplacement du laser du lit de poudre affecté par le laser (*i.e.* $S = e_{int} * \Delta Z_{poudre}$). On notera qu'on néglige ici le produit des deux retraits ($\Delta X/X * \Delta Z/Z$) dans l'expression de la porosité (Eq V-4 a)

Posons alors :

$$\omega = -\frac{\Delta Z}{Z} \qquad \textbf{Eq V-3}$$

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

La grandeur ω est donc positive lorsque la hauteur de poudre consolidée est plus faible que la hauteur de poudre étalée. Cela amène aux équations suivantes, valables pour toute couche i (en supposant e_{app} indépendant de la couche lasée) :

$$\begin{cases} \boldsymbol{\omega} * \Psi = -\dfrac{\boldsymbol{\Delta X}}{\boldsymbol{X}} = \boldsymbol{P_t} \times \dfrac{\Psi}{\Psi + \mathbf{1}} = \mathbf{1} - \dfrac{\boldsymbol{e_{app}}}{\boldsymbol{e_{int}}} & \forall\, \boldsymbol{i} \quad \textbf{Eq V-4 a} \\ \boldsymbol{\omega} = -\dfrac{\boldsymbol{\Delta Z}}{\boldsymbol{Z}} = \dfrac{\boldsymbol{P_t}}{\Psi + \mathbf{1}} = \mathbf{1} - \dfrac{\boldsymbol{H_{app,i}}}{\boldsymbol{\Delta Z_{poudre,i}}} & \quad \textbf{Eq V-4 b} \end{cases} \qquad \textbf{Eq V-4}$$

Il est alors possible d'introduire les facteurs de forme β et γ relatifs à l'interaction laser-matière plutôt qu'au cordon et qui sont définis par les équations ci-dessous.

$$\boldsymbol{\beta} = \frac{\boldsymbol{e_{app}}}{\boldsymbol{\Phi_l}} \qquad \textbf{Eq V-5}$$

$$\boldsymbol{\gamma} = \frac{\boldsymbol{e_{int}}}{\boldsymbol{\Phi_l}} \qquad \textbf{Eq V-6}$$

Vilaro a étudié le domaine de stabilité des cordons en C263 (Vilaro, 2011). Il a ainsi montré que P, V, Φ_l et ΔZ_{piston} pouvaient faire varier β de 0,72 à 2,29 tout en conservant des cordons stables. Les cordons obtenus lors de l'étude paramétrique présentée au Chapitre VI affichent des valeurs de β pour des cordons denses et stables allant de 0,97 à 4,04. Les fortes valeurs du coefficient sont atteintes ici dans le cas de lasages à forte énergie linéique (rapport de P sur V, cf. Eq VI-15) et à forte épaisseur de couche (supérieures à 100 µm).

La combinaison de l'Eq V-4 avec l'Eq V-5 et l'Eq V-6 donne :

$$\boldsymbol{\gamma} = \boldsymbol{\beta} \times \frac{\Psi + \mathbf{1}}{\Psi * (\mathbf{1} - \boldsymbol{P_t}) + \mathbf{1}} \qquad \textbf{Eq V-7}$$

Il est illusoire de croire que la hauteur de poudre déposée à la $i^{\text{ème}}$ couche ($\Delta Z_{poudre,i}$) correspond au déplacement incrémental du piston, à savoir ΔZ_{piston} (qui est généralement fixe pour l'intégralité de la fabrication et donc indépendant de i). Ce cas n'arrive en effet que quand le retrait axial est nul (c'est-à-dire $\omega = 0$). Concrètement, comme il est indiqué dans l'Eq V-8, tirée de l'Eq V-4 b, la hauteur consolidée dépend en réalité de la hauteur de poudre déposée $\Delta Z_{poudre,i}$.

$$\boldsymbol{H_{app,i}} = \mathbf{\Delta Z_{poudre,i}} * (\mathbf{1} - \boldsymbol{\omega}) \qquad \textbf{Eq V-8}$$

Cependant, compte tenu justement du retrait axial ΔZ, la hauteur de poudre déposée n'est pas la même à chaque couche, du moins pour les premières couches. Cette hauteur déposée a en effet tendance à augmenter. La Figure V-6 ci-dessous montre de manière visuelle l'évolution de la hauteur de couche consolidée pour les six premières couches dans le cas d'un retrait axial de 50% (soit $\omega = 0{,}5$).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

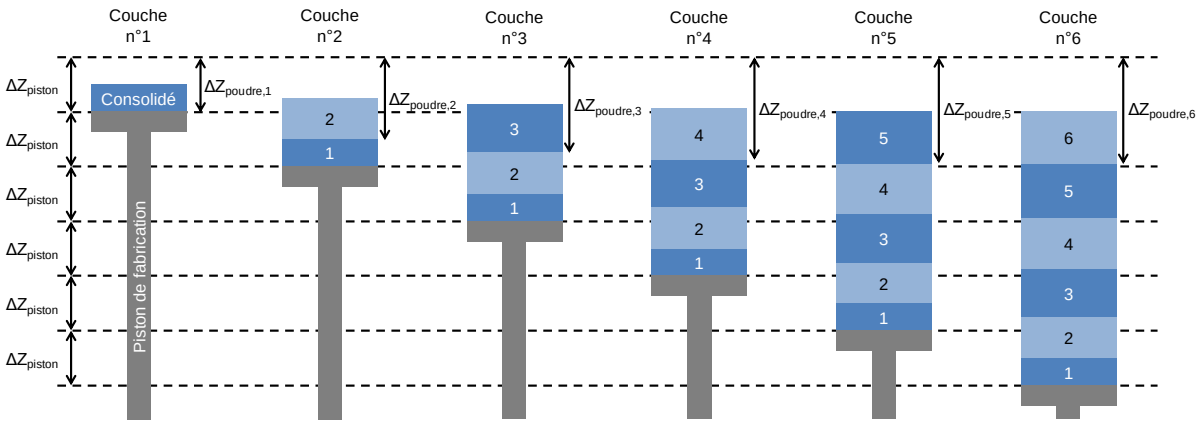


Figure V-6 : Schématisation de l'évolution de la hauteur de poudre déposée en fonction de la couche lasée pour un retrait axial de 50 %

On peut noter que l'Eq V-8 n'est pas valable dans le cas d'une contre-dépouille, *i.e.* dans le cas où le laser passe sur des portions du lit de poudre non soutenues par le substrat ou par une couche précédemment lasée. En effet, dans ces cas-là, la hauteur de poudre sous la trajectoire du faisceau laser est beaucoup plus importante que normalement, ce qui se traduit par une hauteur consolidée plus importante. On note en outre qu'une forte hauteur de couche soumet le cordon à d'autres problèmes tels que les instabilités hydrodynamiques qui seront abordées dans le Chapitre VI. Toutefois, le modèle présenté ici se limite à des cas simples et aucune contre-dépouille ne sera considérée.

Il est alors possible, compte tenu des hypothèses précédemment formulées, de calculer la hauteur de poudre étalée à chacune des couches (cf. Tableau V-1).

Couche	$\Delta Z_{poudre,i}$	$H_{app,i}$
1	ΔZ_{piston}	$\Delta Z_{poudre,1} * (1 - \omega) = \Delta Z_{piston} * (1 - \omega)$
2	$\Delta Z_{piston} + (\Delta Z_{piston} - H_{app,1}) = \Delta Z_{piston} * (1 + \omega)$	$[\Delta Z_{piston} * (1 + \omega)] * (1 - \omega) = \Delta Z_{piston} * (1 - \omega^2)$
3	$\Delta Z_{piston} + (\Delta Z_{piston} - H_{app,1}) + (\Delta Z_{piston} - H_{app,2})$ $= \Delta Z_{piston} * (1 + \omega + \omega^2)$	$[\Delta Z_{piston} * (1 + \omega + \omega^2)] * (1 - \omega)$ $= \Delta Z_{piston} * (1 - \omega^3)$
4	$4 * \Delta Z_{piston} - (H_{app,1} + H_{app,2} + H_{app,3})$ $= \Delta Z_{piston} * (1 + \omega + \omega^2 + \omega^3)$	$[\Delta Z_{piston} * (1 + \omega + \omega^2 + \omega^3)] * (1 - \omega)$ $= \Delta Z_{piston} * (1 - \omega^4)$

Tableau V-1 : Hauteur de poudre étalée et hauteur de couche consolidée en fonction du numéro de la couche considérée

Par récurrence, il est possible de calculer la hauteur de poudre étalée et la hauteur consolidée à la couche *i* qui sont définies par l'Eq V-9 et l'Eq V-10.

$$\Delta Z_{poudre,i} = \Delta Z_{piston} * \sum_{j=1}^{i} \omega^{j-1} \qquad \textbf{Eq V-9}$$

$$H_{app,i} = \Delta Z_{piston} * (1 - \omega^{i}) \qquad \textbf{Eq V-10}$$

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Pour le procédé SLM, la hauteur consolidée de la première couche est souvent mal maîtrisée du fait de la partielle planéité du substrat. Cette partielle planéité peut provenir de différents facteurs tels qu'un défaut d'usinage (parallélisme), un mauvais serrage du substrat sur son support, ou encore des particules de poudre gênant le verrouillage du substrat. Il est possible de connaître la hauteur de couche consolidée par profilométrie optique sans contact, comme cela a été le cas lors de la "manip coin" qui sera décrite en section VI.4. Cela implique toutefois de sortir le substrat de la machine et de souffler la poudre, ce qui, pour des raisons élémentaires de bon sens, est incompatible avec la fabrication d'une pièce. On peut cependant voir sur la Figure V-7 que la hauteur de couche consolidée se stabilise relativement vite avec le nombre de couches, même pour des valeurs du retrait axial dépassant les 50 %. On constate qu'au bout d'une dizaine de couches, la hauteur de poudre étalée ne varie plus. De ce fait, la hauteur de poudre consolidée à la couche *i* ne varie également plus. On pourra noter que $H_{app,i}$ tend de manière asymptotique vers ΔZ_{piston}. Cela est également le cas lorsque les valeurs de ω sont négatives (*i.e.* lorsque la hauteur consolidée est supérieure au lit de poudre étalé). Toutefois, si $\omega < -1$, la hauteur consolidé dépasse de plus d'une fois l'épaisseur de poudre étalée, ce qui implique le blocage du système d'étalement de la poudre lors de la mise en couche suivante.

Hormis pour les premières couches, cela veut dire que les couches sont finalement consolidées sur la même hauteur (H_{app}) que l'abaissement incrémental du piston a été programmé (à savoir ΔZ_{piston}, qui correspond au *slicing* de la pièce), et ce malgré la porosité de ces derniers et le retrait de la matière lors de sa consolidation.

Dans le cas d'une application industrielle, les premières couches correspondent généralement à la fabrication de supports (permettant entre autres de séparer facilement les pièces du substrat). Cela sous-entend que les pièces sont fabriquées alors que la hauteur de poudre à laser est stabilisée.

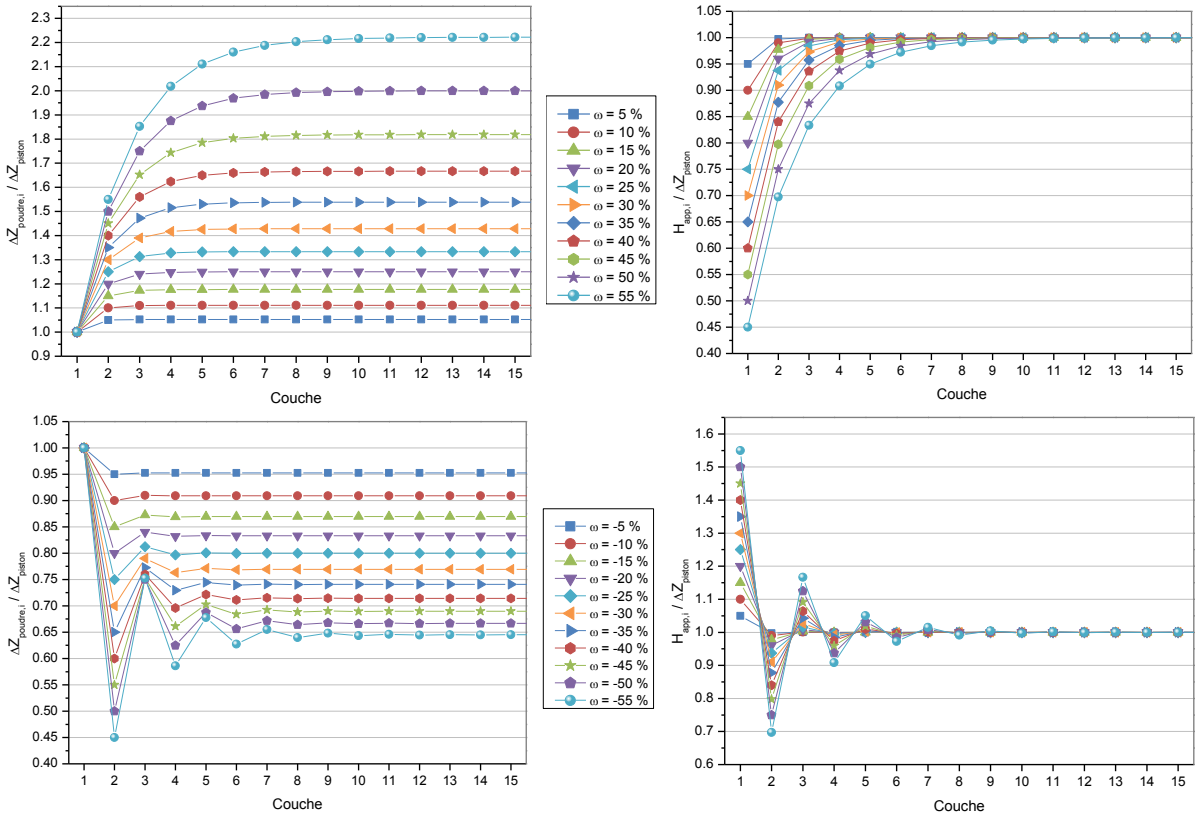


Figure V-7 : Évolution de la hauteur de poudre étalée et de la hauteur consolidée rapportée à la descente du piston à chaque couche pour des valeurs de ω positives (en haut) et négatives (en bas)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Il est également possible d'exprimer la hauteur consolidée à chaque couche en fonction de la porosité P_t du lit de poudre et du coefficient d'anisotropie ψ :

$$\boldsymbol{H_{app,i} = \Delta Z_{piston} * \left[1 - \left(\frac{P_t}{\Psi + 1}\right)^i\right]} \qquad \textbf{Eq V-11}$$

Il est également possible de définir un autre facteur de forme appliqué à la couche i, à savoir δ_i, relatif au cordon et défini comme suit :

$$\boldsymbol{\frac{e_{app}}{H_{app,i}} = \delta_i \times \frac{\Phi_l}{\Delta Z_{piston}}} \qquad \textbf{Eq V-12}$$

Cette expression peut également s'écrire :

$$\boldsymbol{\delta_i = \beta \times \frac{1}{1 - \omega^i}} \qquad \textbf{Eq V-13}$$

On notera que de par la définition de δ_i, on a :

$$\boldsymbol{\lim_{i \to \infty} \delta_i = \beta} \qquad \textbf{Eq V-14}$$

Concrètement, passée la première dizaine de couches, l'utilité d'un tel facteur de forme est discutable. Toutefois, il pourrait être avantageux de s'intéresser à un tel paramètre dans le cas de fabrications à faible nombre de couches et/ou présentant un retrait axial très conséquent qui pourrait amener à une stabilisation plus lente de la hauteur consolidée. Un tel cas de figure est envisageable dans le cas où la puissance laser apportée à la poudre serait suffisante pour faire évaporer massivement la matière (au-delà du domaine de puissance pour lequel le phénomène de *keyhole* peut se produire, cf. section VI.4.2.3). De tels cas de figure se traduiraient par des cordons peu hauts et larges, ce qui conduirait à de faibles valeurs de coefficient d'anisotropie ψ.

On notera par ailleurs que tous les facteurs de forme proposés ici peuvent s'exprimer en fonction de β, ψ et P_t.

V.2.2 Confrontation avec les données expérimentales

Connaître les retraits axial ΔZ et radial ΔX du lit de poudre après consolidation n'est pas possible au cours de la fabrication d'une pièce. Toutefois, ces données sont accessibles par profilométrie laser mais demandent l'arrêt de la fabrication. Dans le cas de la "manip coin" (cf. section VI.4 au chapitre suivant), une couche de poudre a été étalée sur un substrat incliné puis des cordons ont été lasés et scannés par un profilomètre laser, de manière à obtenir l'altitude du profil analysé. En soufflant la poudre sans déplacer le substrat, il est possible de rescanner le même profil afin de comparer les altitudes obtenues avec et sans la poudre, comme montré à la Figure V-8.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

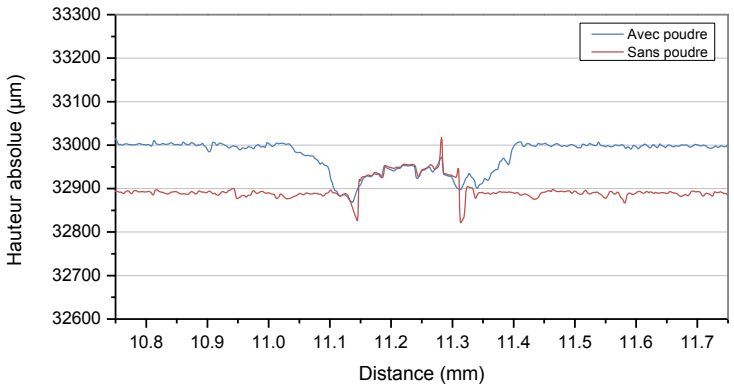


Figure V-8 : Profil non lissé du substrat de fabrication avec et sans poudre au voisinage d'un cordon consolidé (ΔZ_{poudre} = 100 µm)

Il est donc possible de mesurer les retraits à la consolidation par fusion laser. Les résultats des mesures sont donnés dans le Tableau V-2 ci-dessous ; l'appellation P175V175 fait référence à une puissance de P = 175 W et à une vitesse de balayage de V = 175 mm/s. Ces points expérimentaux ont été obtenus pour différentes valeurs de ΔZ_{poudre} allant de 60 à 260 µm. Les valeurs ont été obtenues par profilométrie optique sans contact. La connaissance de ces valeurs permet de remonter, grâce aux équations définies dans la section V.2.1, aux valeurs de ω, de ψ et donc à la porosité du lit de poudre P_t qui sera confrontée à la valeur déduite dans le Chapitre III. La valeur moyenne des différents retraits pour les deux couples (P ; V) de même énergie linéique amène à un coefficient d'anisotropie de 1,92 et à une porosité du lit de poudre se situant à environ 70 % (point rouge sur Figure V-9), ce qui paraît être une valeur élevée au regard de la valeur déduite de la porosité versée et tassée de la poudre (cf. Chapitre III). Il est néanmoins très fortement probable que la valeur des retraits radiaux soit surestimée. En effet, afin d'analyser les échantillons par profilométrie, il est nécessaire de déplacer le substrat avec au-dessus une couche de poudre étalée (cf. section VI.4). Cette opération a été menée le plus délicatement possible afin de ne pas provoquer l'écroulement du lit de poudre. Toutefois, il est fort probable que malgré ces précautions, le bord de la tranchée creusée dans le lit de poudre au passage du laser se soit effondré. De ce fait, le creux laissé dans le lit de poudre tient plus du sillon aux pentes douces que de la tranchée aux murs verticaux, comme présenté en Figure V-10. Il conviendrait donc de considérer une valeur réelle de ΔX égale à la moitié des valeurs présentées dans le Tableau III-9. De ce fait, le coefficient d'anisotropie se situerait à ψ = 0,96 et la porosité du lit de poudre à P_t = 47 %, ce qui se trouve bien entre les valeurs de porosité versée et tassée de la poudre (cf. Tableau III-7). Cette valeur est représentée par le point bleu sur la Figure V-9.

On peut noter que les valeurs obtenues sont supérieures à ce que Thomas Vilaro proposait dans son modèle, à savoir $-1 < \psi < 1$ (Vilaro, 2011). Cependant, la logique utilisée ici est inverse à celle de Vilaro qui, connaissant le retrait axial et estimant la porosité du lit de poudre à 50 % déduisait le coefficient d'anisotropie et donc déduisait le retrait radial. Dans notre cas, les mesures par profilométrie permettent de calculer directement la valeur de ψ, et donc de vérifier la porosité du lit de poudre étalée, qui est, rappelons-le, encadrée par les valeurs de porosité versée et tassée de la poudre. Vilaro ne considère pas qu'il puisse exister de coefficient d'anisotropie supérieur à 1 en valeur absolue. Bien que les valeurs négatives de ψ témoignent d'une relative instabilité du bain, il est possible d'avoir un cordon stable exhibant un coefficient d'anisotropie supérieur à 1 (le retrait radial étant plus prononcé que le retrait axial). Vilaro considère que lorsque $\psi \approx 1$, des porosités résiduelles se retrouvent piégées dans le cordon semi-liquide, ce qui se traduirait la plupart du temps par la non adhérence dudit cordon au substrat. L'examen des coupes transversales des cordons (cf. section VI.4.2.3) ne montre aucune présence de gaz occlus, ce qui invalide l'hypothèse précédemment

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

énoncée. Dans le cas d'une non adhérence cordon-substrat (l'énergie apportée à la poudre n'est pas suffisante pour fondre la couche étalée jusqu'au substrat, cf. section VI.4.2.2), le cordon flotte sur le reste du lit de poudre et il ne convient plus de définir un retrait axial comme radial tel que décrit dans la Figure V-4.

Paramétrie	$-\Delta X / X$ %	$-\Delta Z / Z$ %	Ψ
Moyenne pour P175V175 à 60 µm < ΔZ_{poudre} < 250 µm	46 ± 10	26 ± 30	1,81
Moyenne pour P150V150 à 80 µm < ΔZ_{poudre} < 260 µm	45 ± 9	22 ± 36	2,04
Moyenne des points ci-dessus toute paramétrie confondue	45 ± 9	24 ± 32	1,92

Tableau V-2 : Retraits axial et radial mesurés par profilométrie pour différentes paramétries stables

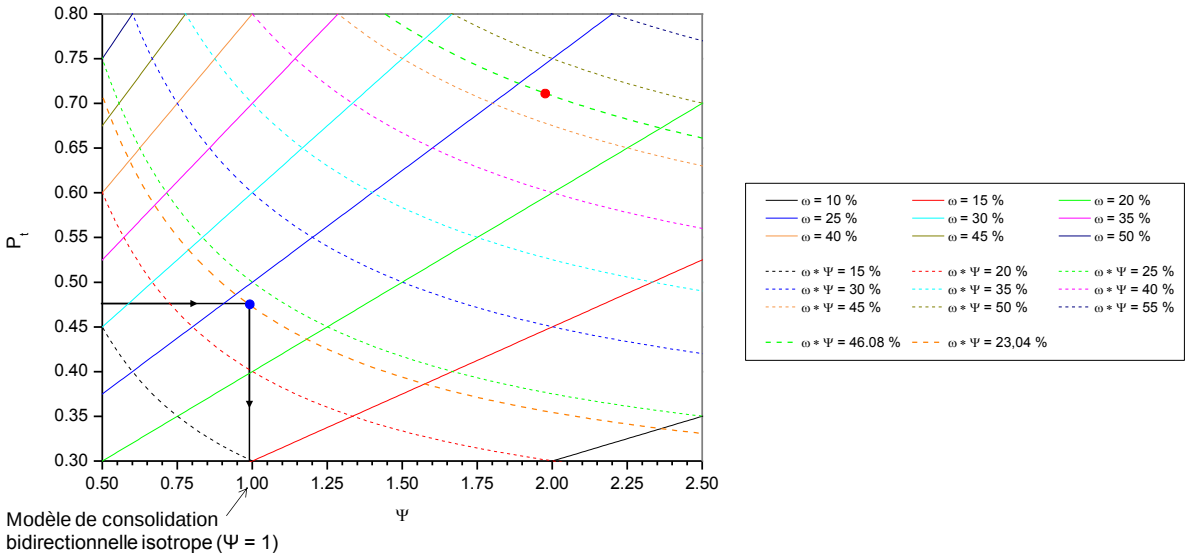


Figure V-9 : Cartographie de la porosité du lit de poudre en fonction du coefficient d'anisotropie du matériau d'après le modèle bidirectionnel anisotrope : $\omega = -\Delta Z / Z$ et $\omega * \Psi = -\Delta X / X$

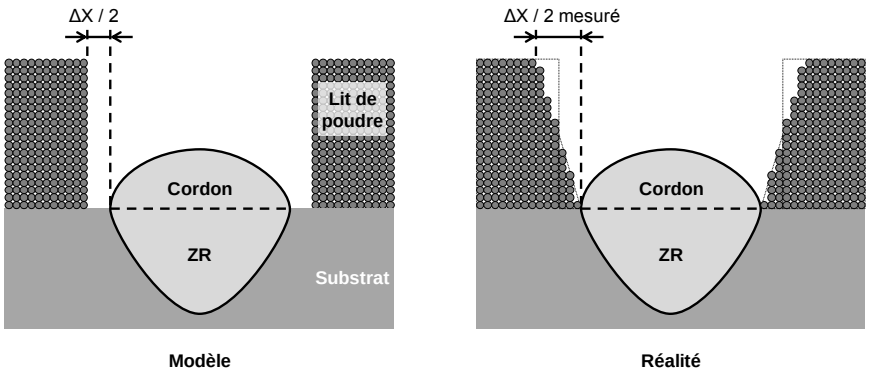


Figure V-10 : Schématisation de la correction à apporter à la mesure de ΔX compte tenu de l'effondrement du bord du talus

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Précisons que les paramétries considérées ici correspondent à une forte énergie linéique alors qu'un spectre plus large d'essais avait été mis en œuvre dans l'étude paramétrique et thermique présentée au Chapitre VI. Ceci est dû au fait que les constructions instables n'ont pas été prises en compte dans les données présentées dans le Tableau III-9, et que le sillon de poudre n'était pas évident à détecter pour les faibles épaisseurs de poudre du fait d'un signal assez bruité pour les profils correspondant à ces hauteurs de couche. D'autre part, on constate que l'écart-type est nettement plus important sur les valeurs du retrait axial. Cela peut venir du fait que les profils ont été choisis dans des domaines de fabrication stables par rapport à la définition qui sera donnée dans la section VI.4.2.2. Cette définition implique une stabilité de construction pour la pièce, mais peut concerner des instabilités locales pour le monocordon. Les acquisitions par profilométrie ont été menées grâce à un balayage de profils et non de surfaces à travers l'ensemble des cordons réalisés à une hauteur de couche donnée. Il n'est donc pas possible de savoir si le profil coupe le cordon sur une instabilité locale ou sur une section stable du cordon. Dans le cas où il passerait sur une instabilité locale, la mesure des retraits se fait alors que le cordon est plus grand et large que d'habitude, ce qui peut amener à une forte dispersion des mesures. Toutefois, les cordons analysés étant stables, il n'y a eu aucun cas de figure présentant $e_{app} > e_{int}$. De plus, comme la hauteur de couche est un paramètre susceptible de jouer sur le retrait à la solidification, cela pourrait expliquer le fort écart-type que l'on peut constater sur les valeurs du Tableau III-9.

V.3 Calcul de la productivité du procédé SLM

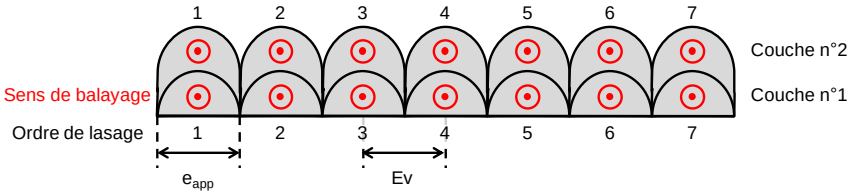
Il est possible d'estimer par des calculs simples le temps de fabrication d'une pièce. Cette opération nous permet aussi, connaissant le volume de la pièce d'en déduire le débit volumique du procédé. Dans le cas présenté ici, la géométrie de la pièce considérée est très simple (pas de contre-dépouille) et les stratégies de balayage du faisceau laser sont limitées. Ce modèle vise à être un outil simple pour estimer le temps de fabrication d'une pièce et ne cherche pas à étudier l'influence de la stratégie de balayage sur le temps de fabrication. La stratégie considérée ici est celle qui est majoritairement mise en œuvre dans l'industrie. Un modèle, beaucoup plus complet, développé par Guillaume Marion dans la lignée de celui de Laurent Van Belle, permet au contraire d'étudier l'effet des différentes stratégies de balayage sur l'état des contraintes résiduelles d'une pièce 3D après fabrication (Marion, 2016).

Un modèle analogue à celui présenté ici a été développé par Toinou Blanc dans le cas du procédé DMD pour le projet FALAFEL (Blanc, 2016). Ponche s'intéresse également à l'étude de la stratégie de fabrication, mais dans le cas d'un modèle plus complet pour le procédé DMD où l'on retrouve une partie des problématiques du procédé SLM (Ponche, 2013).

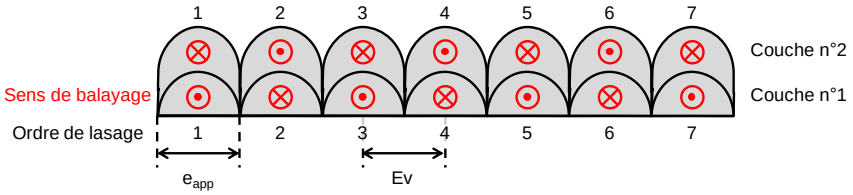
V.3.1 Présentation du calcul du temps de fabrication

Avant de calculer le temps de fabrication d'une pièce, il faut décider de quelle manière elle peut être lasée. En plus du traditionnel contour/remplissage, il est possible d'utiliser différentes stratégies de balayage : en quinconce d'une couche à l'autre, en cordons rectilignes juxtaposés sur l'entièreté de la surface à laser, ou encore par lasage de petits rectangles (cf. Figure V-11 et Figure V-12). Il est également possible d'effectuer le balayage par allers-retours ou par allers simples. De même l'orientation des cordons est sujette à varier (par exemple en faisant tourner la direction de balayage de 90° d'une couche à l'autre et/ou d'un rectangle à l'autre).

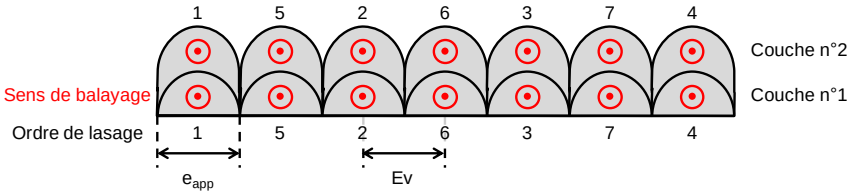
CONFIDENTIEL INDUSTRIE



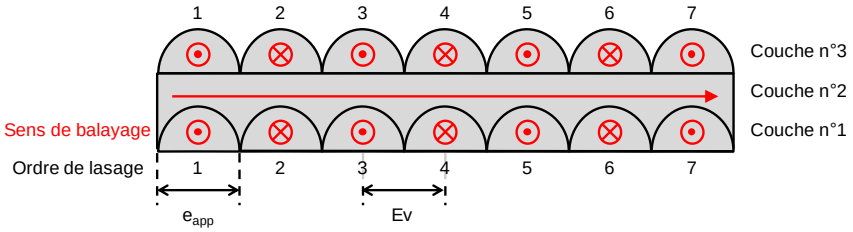
Juxtaposés, allers simples, cordon par cordon



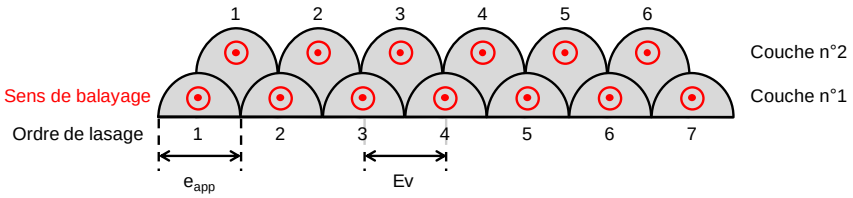
Juxtaposés, allers-retours, cordon par cordon



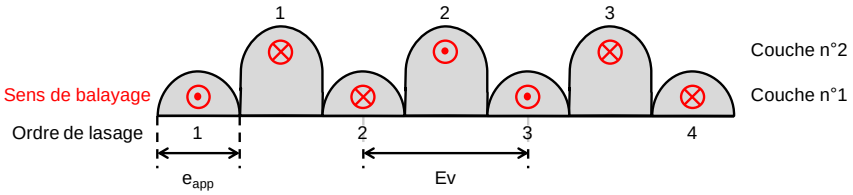
Juxtaposés, allers simples, un cordon sur deux



Croisés, aller-retours, cordon par cordon



Quinconce d'une couche à l'autre, allers simples, cordon par cordon



Alternés d'une couche à l'autre, allers-retours, cordon par cordon

Figure V-11 : Schématisation de différentes stratégies de balayages

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

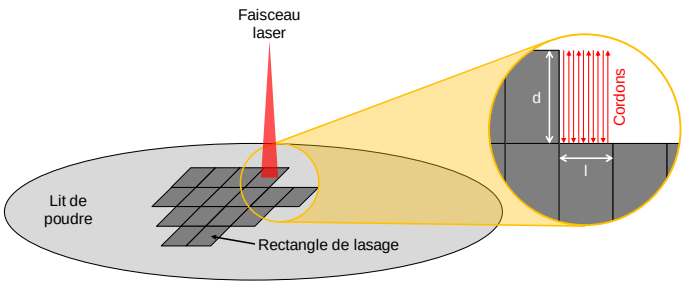


Figure V-12 : Découpage du lit de poudre par rectangles de lasage

Le modèle présenté ici a pour vocation d'être un outil simple ; il ne gère donc qu'un type de stratégie pour lequel des hypothèses ont été faites. On considérera donc un lasage sans contour, dont le remplissage est constitué de rectangles de lasage de surface S_l comme décrits dans la Figure V-12 et l'Eq V-15. Cette stratégie est couramment mise en œuvre par les fabricants machine qui lasent généralement des carrés de $l = d = 5$ mm de côté. On considèrera que les retours lasers sont instantanés, c'est-à-dire que le temps que met la tête scanner pour passer d'un cordon à l'autre (et *a fortiori* d'un rectangle de lasage à un autre) est nul.

$$\boldsymbol{S_l = l * d} \qquad \textbf{Eq V-15}$$

Lors du lasage d'une surface en SLM, le laser refond latéralement une partie du cordon précédent. Cela permet en autres d'obtenir de meilleurs états de surface (cf. section VI.5.2.3). Il est possible de définir un taux de recouvrement τ_r qui correspond à la fraction de la largeur du cordon qui est relasée. Ce taux de recouvrement (cf. Eq V-16) dépend de la largeur apparente (e_{app}) du cordon lasé et de la distance séparant deux cordons, encore appelée écart-vecteur (Ev). Le taux de recouvrement étant connu, il est alors possible de calculer le nombre de cordons N_{cord} au sein d'un rectangle de lasage (cf. Eq V-17).

$$\boldsymbol{\tau_r = 1 - \frac{Ev}{e_{app}}} \qquad \textbf{Eq V-16}$$

$$\boldsymbol{N_{cord} = \frac{l}{Ev} - \frac{\tau_r}{1-\tau_r} = \frac{l}{\beta * \Phi_l * (1-\tau_r)} - \frac{\tau_r}{1-\tau_r}} \qquad \textbf{Eq V-17}$$

Il devient alors possible, connaissant la vitesse de balayage du laser, de déterminer un temps de lasage surfacique t_{ls} par rectangle de lasage (indépendamment de sa surface S_l) :

$$\boldsymbol{t_{ls} = \frac{1}{V} \times \left(\frac{1}{Ev} - \frac{1}{l} \times \frac{\tau_r}{1-\tau_r}\right) = \frac{1}{V * \Phi_l} \times \left(\frac{1}{\beta * (1-\tau_r)} - \frac{\Phi_l}{l} \times \frac{\tau_r}{1-\tau_r}\right)} \qquad \textbf{Eq V-18}$$

Toutefois, une pièce est constituée de plusieurs couches, elles-mêmes constituées de plusieurs rectangles de lasage. La surface lasée à la couche i ($S_{las,i}$) est donc donnée par l'Eq V-19 où α_i est le nombre de rectangles de lasage de la couche i.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

$$S_{las,i} = \alpha_i * S_l \qquad \textbf{Eq V-19}$$

On peut également définir le facteur Γ_i qui correspond à la fraction surfacique du plateau de fabrication qui est lasée à la couche i :

$$\Gamma_i = \frac{S_{las,i}}{S_{bac}} = \frac{\alpha_i * S_l}{S_{bac}} \qquad \textbf{Eq V-20}$$

On peut alors définir le temps de lasage de la couche i :

$$t_{las,i} = t_{ls} * S_{las,i} = \frac{\alpha_i * S_l}{V} \times \left(\frac{1}{Ev} - \frac{1}{l} \times \frac{\tau_r}{1-\tau_r}\right) = \frac{\alpha_i * S_l}{V * \Phi_l} \times \left(\frac{1}{\beta * (1-\tau_r)} - \frac{\Phi_l}{l} \times \frac{\tau_r}{1-\tau_r}\right) \qquad \textbf{Eq V-21}$$

Il est aussi possible de définir le temps de lasage surfacique critique, t_{ls}^{crit}, qui correspond au temps de lasage surfacique dans le cas d'un recouvrement nul ($\tau_r = 0$) :

$$t_{ls}^{crit} = \frac{1}{V * \Phi_l * \beta} = \frac{1}{\beta} * t_{ls}^{*} \qquad \textbf{Eq V-22}$$

On peut noter également un temps de lasage surfacique critique théorique t_{ls}^{*} égal à un facteur près à l'énergie surfacique définie par l'Eq VI-16 qui reflète ce que pourrait être le temps de lasage surfacique critique sans les multiples réflexions du laser au sein du lit de poudre ($e_{app} = \Phi_l$).

$$t_{ls}^{*} = \frac{1}{V * \Phi_l} \qquad \textbf{Eq V-23}$$

Définissons la constante t_{mc} comme le temps de mise en couche (*i.e.* le temps entre l'extinction du faisceau laser à la couche i et le début du balayage de la couche $i+1$), et $N_{couches}$ comme le nombre de couches lasées pour la pièce envisagée, considéré comme le rapport de la hauteur de cette pièce (H_{total}) par l'épaisseur de couche programmée (cf. Eq V-24). Il nous est alors possible de calculer le temps de fabrication t_{fab} de la pièce considérée :

$$N_{couches} = \frac{H_{total}}{\Delta Z_{piston}} \qquad \textbf{Eq V-24}$$

$$t_{fab} = N_{couches} * t_{mc} + \sum_{i=1}^{N_{couches}} t_{las,i} \qquad \textbf{Eq V-25}$$

On considèrera par la suite que les pièces sont de géométrie simple pour que le nombre de rectangles de lasage soit un entier constant d'une couche à l'autre, c'est-à-dire que $\alpha_i = \alpha$ pour toute couche i. De manière analogue, on a $\Gamma_i = \Gamma$. Le temps de fabrication d'une telle pièce est donné par l'Eq V-26 qui peut aussi s'écrire sous la forme présentée en Eq V-27.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

$$t_{fab} = N_{couches} * \alpha * S_l * \left[\frac{t_{mc}}{\alpha * S_l} + t_{ls}\right] = N_{couches} * \Gamma * S_{bac} * \left[\frac{t_{mc}}{\Gamma * S_{bac}} + t_{ls}\right] \qquad \textbf{Eq V-26}$$

$$\begin{aligned} t_{fab} &= N_{couches} * \alpha * S_l * \left[\frac{t_{mc}}{\alpha * S_l} + \frac{1}{V} \times \left(\frac{1}{Ev} - \frac{1}{l} \times \frac{\tau_r}{1-\tau_r}\right)\right] \\ &= N_{couches} * \alpha * S_l * \left[\frac{t_{mc}}{\alpha * S_l} + \frac{1}{V * \Phi_l} \times \left(\frac{1}{\beta * (1-\tau\ )} - \frac{\Phi_l}{l} \times \frac{\tau_r}{1-\tau_r}\right)\right] \end{aligned} \qquad \textbf{Eq V-27}$$

Précisons que dans la réalité du procédé, les fractions surfaciques Γ_i sont susceptibles de fortement varier d'une couche à l'autre. Elles sont accessibles durant la CFAO de la pièce après l'étape de *slicing* (tranchage de la pièce pour calculer les trajectoires du faisceau laser). De ce fait, il est possible de connaître le nombre de rectangles de lasage à chaque couche. Dans le cas d'une pièce lasée dans des conditions industrielles, il n'est pas toujours possible d'avoir un nombre entier de rectangles à laser. Suivant la finesse de la géométrie de la pièce, il peut même arriver qu'il ne puisse pas être possible de balayer un seul rectangle de lasage (comme c'est le cas pour des pièces très architecturées comme celles présentées en Figure IV-1), auquel cas une autre stratégie de balayage doit être adoptée ; ce cas ne sera pas abordé ici. De même, il serait possible, connaissant la longueur des contours à laser, de définir un temps de lasage de contour pour chaque couche qu'il conviendrait d'inclure dans le calcul du temps de fabrication. Hormis dans le cas de pièces très architecturées, le temps nécessaire pour le lasage du contour est très inférieur au temps de lasage du cœur (et ce d'autant plus que les pièces sont massives).

V.3.2 Présentation du calcul du débit volumique et du temps de mise en couche

Toujours en tenant compte des hypothèses précédentes, il est possible de calculer le débit volumique expérimental D_v^{exp} du procédé SLM (cf. Eq V-28). Comme son nom l'indique, il représente le volume de matière consolidée par heure.

$$D_v^{exp} = \frac{\sum_{i=1}^{N_{couches}} S_{las,i} * H_{app,i}}{t_{fab}} \qquad \textbf{Eq V-28}$$

De la même manière, il est possible de définir un débit volumique critique D_v^{crit} (cf. Eq V-29) qui correspond au débit volumique expérimental obtenu dans le cas d'un taux de recouvrement nul ($\tau_r = 0$) et d'un temps de mise en couche nul ($t_{mc} = 0$). Ce débit volumique critique D_v^{crit} reste toutefois une vue de l'esprit sans réalité physique et sera toujours supérieur à D_v^{exp}.

$$D_v^{crit} = \frac{\sum_{i=1}^{N_{couches}} \alpha_i * H_{app,i}}{t_{ls}^{crit} * \sum_{i=1}^{N_{couches}} \alpha_i} \qquad \textbf{Eq V-29}$$

Il est donc possible de réécrire les expressions de ces débits volumiques en combinant ces équations avec l'Eq V-10 et l'Eq V-19, ce qui donne les équations ci-dessous :

$$D_v^{exp} = \frac{\Delta Z_{piston} * S_l * \sum_{i=1}^{N_{couches}} \alpha_i (1-\omega^i)}{N_{couches} * t_{mc} + t_{ls} * S_l * \sum_{i=1}^{N_{couches}} \alpha_i} \qquad \textbf{Eq V-30}$$

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

$$D_v{}^{crit} = \frac{\Delta Z_{piston} * \sum_{i=1}^{N_{couches}} \alpha_i * (1 - \omega^i)}{t_{ls}^{crit} * \sum_{i=1}^{N_{couches}} \alpha_i} \qquad \textbf{Eq V-31}$$

En considérant $\alpha_i = \alpha$ et $\Gamma_i = \Gamma$ constants, on obtient la formule suivante :

$$D_v{}^{exp} = \frac{\Delta Z_{piston} * \sum_{i=1}^{N_{couches}} (1 - \omega^i)}{N_{couches} * \left(\frac{t_{mc}}{\Gamma * S_{bac}} + t_{ls}\right)} = \frac{D_v{}^{crit}}{\frac{V * Ev * t_{mc}}{\alpha * S_l} + \left(1 - \frac{Ev}{l} \times \frac{\tau_r}{1 - \tau_r}\right)} = \frac{D_v{}^{crit}}{\frac{V * \Phi_l * \beta * t_{mc}}{\alpha * S_l} + \beta * \left(\frac{1}{\beta * (1 - \tau_r)} - \frac{\Phi_l}{l} \times \frac{\tau_r}{1 - \tau_r}\right)} \qquad \textbf{Eq V-32}$$

L'Eq V-31 nous donne :

$$\lim_{N_{couches} \to \infty} D_v{}^{crit} = \frac{\Delta Z_{piston}}{t_{ls}^{crit}} = V * \Phi_l * \Delta Z_{piston} * \beta = V * Ev * \Delta Z_{piston} \qquad \textbf{Eq V-33}$$

À partir des paramètres opératoires et de la largeur d'un cordon, il est possible d'approximer le débit volumique critique d'une pièce d'une multitude de couches. Dans le cas d'une machine présentant une grande hauteur utile de construction (comme les 500 mm que propose la XLine 1000R de Concept Laser, soit jusqu'à 10 000 couches de 50 µm), il est donc possible de rapidement situer un objectif de productivité $D_v^{souhaité}$ par rapport aux capacités de la machine. Si l'objectif souhaité est supérieur au débit volumique critique calculé pour ce couple machine/pièce à fabriquer, il est certain qu'il sera inatteignable. Si $D_v^{souhaité}$ est inférieur à D_v^{crit} par contre, il peut se produire 2 cas de figure :

- $D_v^{souhaité} < D_v^{exp}$ auquel cas le temps de fabrication satisfait déjà aux objectifs souhaités.
- $D_v^{souhaité} > D_v^{exp}$ auquel cas, sans changer le taux de recouvrement, il est possible de calculer un temps de mise en couche admissible (défini dans l'Eq V-34) pour obtenir le débit volumique $D_v^{souhaité}$. Si ce temps de mise en couche admissible est positif, cela veut dire qu'il est possible d'assurer les objectifs de productivité avec la paramétrie souhaitée en diminuant t_{mc} en dessous de cette valeur. Bien entendu, ceci n'est vrai que si le temps de mise en couche admissible est réaliste : une seconde pour étaler la poudre sur les 640 mm du plateau de fabrication de la XLine 1000R revient à ce que le système d'étalement effectue un aller-retour à plus de 1,2 m/s, ce qui est technologiquement difficile à mettre en œuvre tout en gardant une bonne maîtrise du lit de poudre. Il est toutefois possible d'optimiser le temps de mise en couche en effectuant certaines opérations durant le lasage des pièces, comme le prélèvement de la poudre du bac d'alimentation. Ainsi, le temps de mise en couche tel que défini précédemment est juste le temps nécessaire au racleur pour étaler et/ou compacter la poudre.
  Si le temps de mise en couche admissible est inférieur à une valeur raisonnable ou est négatif, cela veut dire qu'il n'est pas possible d'assurer la productivité souhaitée en jouant uniquement sur le temps de mise en couche. Il convient alors de modifier les paramètres de fabrication (P, V, Φ_l, ΔZ_{piston}, τ_r) pour gagner en productivité. Toutefois, cela peut amener à des cordons plus larges et/ou une épaisseur de poudre consolidée plus forte, ce qui limite le nombre de couches à laser et réduit la résolution géométrique de la pièce. Il est aussi possible d'augmenter le nombre de pièces disposées dans le bac de fabrication afin d'augmenter la fraction surfacique à laser du plateau de fabrication. Ce dernier point présente également l'avantage d'économiser de la matière première en maximisant l'utilisation de la poudre introduite dans la machine.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

$$t_{mc,i}^{admissible} = \frac{\alpha_i * S_l}{V} \times \left(\frac{V * H_{app,i}}{D_v^{souhaité}} - \frac{1}{\beta * (1-\tau_r)} + \frac{\Phi_l}{l} \times \frac{\tau_r}{1-\tau_r} \right) = \frac{\alpha_i * S_l}{V * \Phi_l} \times \left(\frac{V * \Phi_l * H_{app,i}}{D_v^{souhaité}} - \frac{1}{\beta * (1-\tau_r)} + \frac{\Phi_l}{l} \times \frac{\tau_r}{1-\tau_r} \right) \quad \textbf{Eq V-34}$$

Compte tenu de l'hypothèse de la constance de α_i au fil des couches, il est possible de réexprimer le temps de mise en couche admissible en fonction du débit volumique critique :

$$t_{mc}^{admissible} = \frac{\alpha * S_l}{V * \Phi_l} \times \left(\frac{D_v^{crit}}{\beta * D_v^{souhaité}} - \frac{1}{\beta * (1-\tau_r)} + \frac{\Phi_l}{l} \times \frac{\tau_r}{1-\tau_r} \right) = \Gamma * S_{bac} * \left(t_{ls}^{crit} * \frac{D_v^{crit}}{D_v^{souhaité}} - t_{ls} \right) \quad \textbf{Eq V-35}$$

Le modèle présenté permet donc de calculer le temps de fabrication théorique de la pièce, le temps de fabrication réel étant plus long compte tenu des retours laser non nuls, des temps de purge, de chauffe et de refroidissement du plateau de fabrication. Il permet également de vérifier si l'objectif de productivité que l'on s'est fixé est atteignable en utilisant une paramétrie donnée. Dans le cas contraire, on peut calculer le temps de mise en couche admissible pour atteindre cet objectif. D'autre part, il est possible d'utiliser les équations ci-dessus pour vérifier l'influence d'un paramètre opératoire sur le temps de fabrication, les débits volumiques et le temps de mise en couche admissible. Enfin, on peut noter que le modèle ne prend pas en compte la puissance P du faisceau laser. En effet, bien que cette dernière influe sur la largeur du cordon (Maisonneuve, 2008) et impacte donc sur les valeurs de τ_r et de β, elle n'est pas un paramètre d'entrée du modèle.

V.3.3 Influence des paramètres opératoires sur le temps de fabrication des pièces, le temps admissible de mise en couche et les débits volumiques de matière consolidée

Les résultats présentés dans cette section se déduisent des équations ci-dessus dans lesquelles certains paramètres ont été fixés. La paramétrie choisie est proche d'une de celles utilisées industriellement pour le lasage du TA6V sur une machine de taille conventionnelle, à savoir : V = 600 mm/s, Φ_l = 220 µm, ΔZ_{piston} = 40 µm et τ_r = 40 %. La machine considérée présente la même surface de fabrication que la XLine 1000R de Concept Laser (S_{bac} = 640 * 400 = 256.10^3 mm^2). On choisira un temps de mise en couche t_{mc} = 10 s, ce qui est de l'ordre de grandeur d'un étalement de poudre sans compactage pour une machine conventionnelle. La stratégie de fabrication choisie consiste en un lasage de carrés ($l = d$ = 5 mm) sur 10 % de la surface du bac de fabrication (Γ = 0,1, ce qui implique α = 1024). La hauteur totale de la pièce choisie est de 100 mm (soit un cinquième de ce que peut offrir la XLine 1000R), ce qui représente 2500 couches. On supposera que P_t = 44 % et ψ = 1,15, conformément à ce qui avait été trouvé par profilométrie pour le C263 (cf. section V.2.2). Enfin, le facteur de forme β est fixé à 1,18 conformément à ce que Vilaro a obtenu sur le TA6V.

Cette configuration affiche un temps de fabrication de 8 jours 1 heure et 13 minutes, un débit volumique expérimental de 13,25 cm^3/h et un débit volumique critique de 22,43 cm^3/h. Dans ces conditions, si $D_v^{souhaité}$ = 20 cm^3/h, le temps de mise en couche admissible est négatif, impliquant qu'il est impossible d'améliorer le débit volumique en améliorant uniquement le système d'étalement de la poudre. Précisons toutefois que seulement 10 % du plateau de fabrication a été utilisé ce qui est très loin d'une application industrielle où l'on cherche à maximiser le remplissage du volume constructible.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

En gardant tous les autres paramètres constants, il est possible d'étudier l'effet d'un paramètre sur le temps de fabrication, le temps de mise en couche pour garantir le débit volumique souhaité ainsi que sur le débit volumique atteignable avec la paramétrie considérée et celui qui est hors d'atteinte, à savoir D_v^{crit}. La zone grisée éventuellement présente dans les graphiques ci-dessous représente les plages des paramètres usuellement utilisées dans l'industrie. Les calculs du temps de mise en couche admissible ont été effectués avec un débit volumique souhaité de 22,43 cm^3/h, ce qui correspond au débit volumique critique obtenu pour les conditions citées plus haut et qui dépasse légèrement l'objectif visé par le projet FALAFEL (à savoir 20 cm^3/h).

V.3.3.1 Influence de la vitesse de balayage du faisceau laser

On peut voir tout d'abord que le temps de fabrication semble inversement proportionnel à la vitesse de balayage (cf. Figure V-13). Ce n'est pas exactement vrai à cause du temps de mise en couche, même si celui-ci est négligeable devant le second terme de l'Eq V-27. En effet, dans les conditions citées précédemment, le temps de mise en couche cumulé sur la hauteur totale de la pièce représente 6 heures 56 minutes et 40 secondes, ce qui ne représente que 3,6 % de la grosse semaine de fabrication (pour seulement 10 % de la surface du bac de fabrication utilisée). On voit également sur la Figure V-13 que plus la vitesse est importante, plus les débits volumiques expérimental et critique augmentent. De ce fait, le temps de mise en couche admissible pour satisfaire $D_v^{souhaité}$ = 22,43 cm^3/h devient positif à partir de V = 980 mm/s.

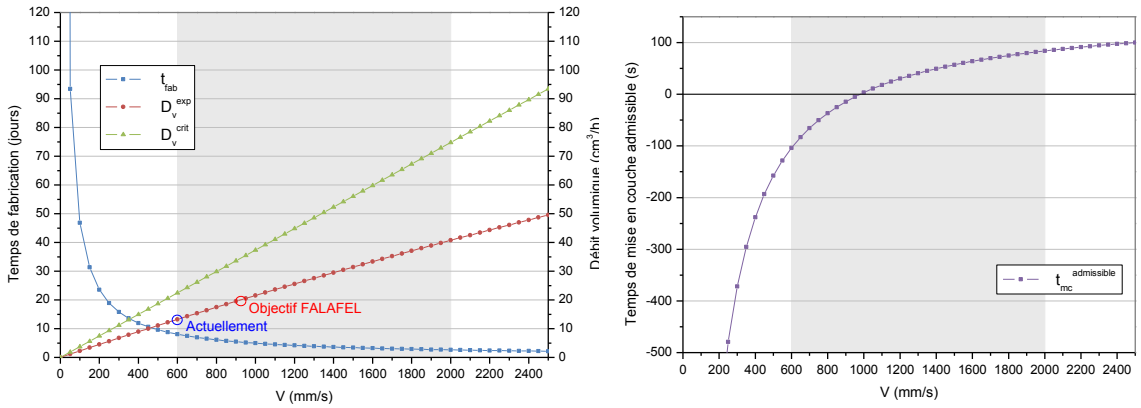


Figure V-13 : Influence de la vitesse de balayage du faisceau laser sur le temps de fabrication, les débits volumiques et le temps de mise en couche admissible pour une pièce de hauteur définie

Diminuer le temps de fabrication en augmentant la vitesse de balayage implique nécessairement d'apporter plus de puissance sur la surface du lit de poudre exposée au laser afin d'assurer sa fusion. Toutefois, ceci n'est possible que dans une certaine mesure, les lasers les plus puissants actuellement utilisés en SLM étant de l'ordre de quelques kilowatts. Notons qu'au-delà de deux mètres par secondes, le gain de temps sur la fabrication est relativement faible dans les conditions choisies. De ce fait, il n'est pas possible de diminuer radicalement t_{fab} en augmentant seulement V.

V.3.3.2 Influence du diamètre du faisceau laser

Le diamètre du faisceau laser a la même influence sur le temps de fabrication et les débits volumiques que la vitesse de balayage (cf. Figure V-14). Si Φ_l est supérieur à environ 350 µm, le temps de mise en couche admissible devient positif. Toutefois, augmenter le diamètre du faisceau laser implique deux choses : premièrement, la puissance apportée au lit de poudre sera répartie sur une zone plus large, ce qui implique des énergies surfacique (cf. Eq VI-16) et volumique (cf. Eq VI-35) plus

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

faibles rendant la fusion impossible si la puissance apportée n'est plus suffisante. Bien que cela n'ait pas été étudié pendant l'étude paramétrique présentée au Chapitre VI, obtenir des constructions stables en augmentant le diamètre du faisceau implique d'augmenter la puissance laser, comme l'a démontré Vilaro sur le Nimonic 263 (Vilaro, 2011). Comme spécifié plus haut, l'augmentation de la puissance laser ne peut se faire que dans la mesure où elle est accessible avec le laser de la machine. D'autre part, l'augmentation du diamètre du faisceau laser, même dans le cas de constructions stables, implique des cordons plus larges, ce qui va diminuer la résolution géométrique de la fabrication sur les axes X et Y. Le changement de paramétrie peut par ailleurs amener à des valeurs de β différentes.

Une machine telle que la PM100 de Phénix Systems affiche un diamètre faisceau compris entre 70 et 100 µm (modifiable par l'utilisation d'un *beam expander* manuel) pour une puissance laser maximum de 200 W en théorie. Une machine comme la TrumaForm LF 250 de Trumpf propose un diamètre de faisceau pouvant aller de 150 à 500 µm avec une puissance théorique montant à 500 W. Les gammes de diamètre de faisceau utilisées dans l'industrie sont donc assez larges, mais il convient de préciser que Φ_l ne peut concrètement varier que dans un certain domaine. En effet, pour une même machine, il est nécessaire de pouvoir avoir une source laser permettant une construction stable lorsque le diamètre du spot a été élargi. La puissance laser disponible peut être un facteur limitant la diminution du temps de fabrication s'il convient d'augmenter Φ_l, mais c'est aussi le cas s'il convient d'accroitre la vitesse de balayage du faisceau laser. Dans le cas de la machine PM100 par exemple, le *beam expander* permet d'élargir le faisceau en sortie de fibre (donc dans une zone défocalisée) à plus de 1,5 mm. Or, l'ouverture en entrée de la tête scanner ne mesure que 1,4 mm. Aussi, si le faisceau est trop élargi, une partie de la puissance sera occultée par le carter de la tête scanner et sera donc perdue. La taille des miroirs galvanométriques peut, de la même manière, être un facteur limitant l'augmentation de Φ_l.

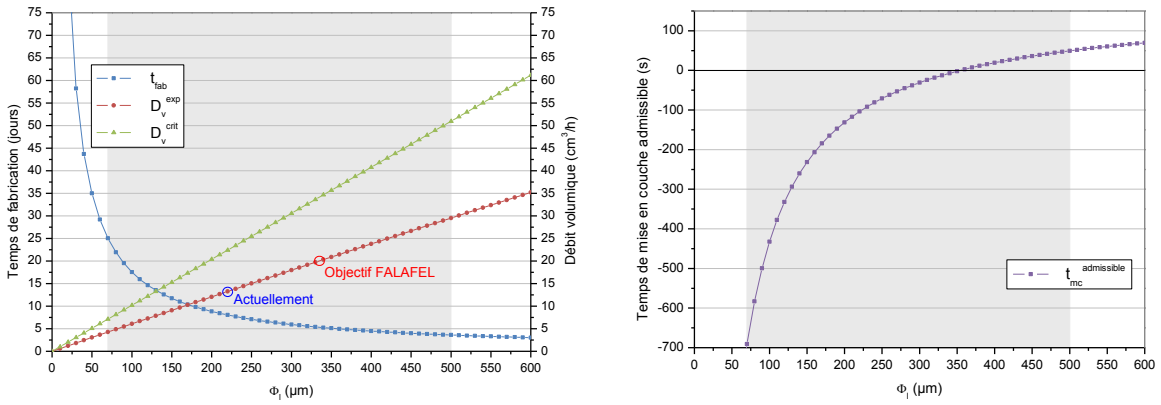


Figure V-14 : Influence du diamètre du faisceau laser sur le temps de fabrication, les débits volumiques et le temps de mise en couche admissible pour une pièce de hauteur définie

V.3.3.3 Influence de la hauteur de couche programmée

Le temps de fabrication et les débits volumiques évoluent de la même manière vis-à-vis d'une augmentation de Φ_l que de ΔZ_{piston} (*i.e.* lorsqu'on diminue le nombre de couches puisque la hauteur de la pièce reste la même), comme cela est montré en Figure V-15. Rappelons que passées une dizaine de couche, la hauteur de couche consolidée H_{app} est la même que la hauteur de couche programmée ΔZ_{piston}. Le temps de mise en couche admissible évolue linéairement avec la hauteur de couche programmée qui doit dépasser 65 µm pour qu'il devienne positif. D'autre part, la diminution du nombre de couches (dans une certaine mesure) ne change pas le fait que le temps de mise en couche est négligeable devant le second terme du temps de fabrication (dans le cas de pièces d'au moins

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

quelques centimètres de haut). Notons encore que l'augmentation de la hauteur de couche consolidée diminue la résolution géométrique de la pièce selon l'axe Z. On pourrait imaginer, dans le cas de pièces assez massives, d'utiliser une paramétrie à forte énergie volumique en ne lasant qu'une couche sur deux, voire sur trois, pour le remplissage tandis que la paramétrie de contour resterait plus fine. Il serait alors possible de fortement diminuer le temps de fabrication de la pièce sans pour autant pénaliser la résolution géométrique. Toutefois, cela relève de solutions de lasage exotiques qui sortent du cadre de cette section.

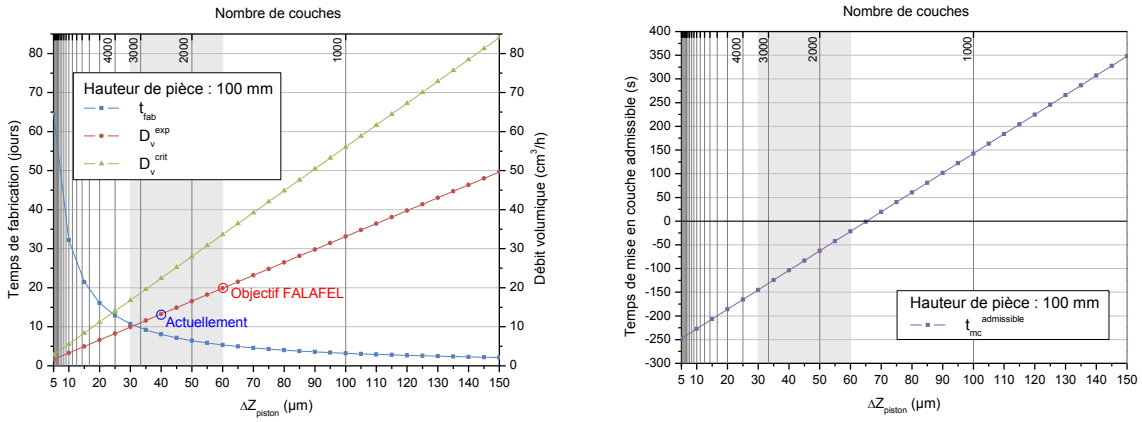


Figure V-15 : Influence de la hauteur de couche programmée sur le temps de fabrication, les débits volumiques et le temps de mise en couche admissible pour une pièce de hauteur définie

V.3.3.4 Influence du taux de recouvrement

L'influence du taux de recouvrement est présentée en Figure V-16. Il est logique qu'il ne modifie pas le débit volumique critique au vu de la définition du temps de lasage surfacique critique et de l'Eq V-29. Toutefois, augmenter le taux de recouvrement amène à un nombre de cordons plus important dans chaque rectangle de lasage, et donc à un temps de lasage (et donc de fabrication) plus long ainsi qu'à un débit volumique expérimental plus faible au vu de l'Eq V-27. Si un taux de recouvrement utilisé est trop faible, voire nul, la surface des rectangles de lasage risque d'être vallonnée car les cordons ne mouilleront pas leurs voisins précédemment lasés. L'augmentation du taux de recouvrement permet d'augmenter la portion de matière refondue, ce qui améliore son homogénéité mais surtout sa santé matière. Cela permet aussi de stabiliser la construction, comme il sera précisé dans la section VI.5.2.3. Il serait également possible de travailler avec des valeurs de τ_r nulles ou négatives en imaginant un lasage en alternant les cordons d'une couche à l'autre (cf. Figure V-11). Labbas (Labbas, 2006) et Benzaken (Benzaken, 2007) ont déjà abordé ces stratégies dont l'avantage est de réduire considérablement le temps de fabrication, mais cela relève encore de solutions exotiques qui ne peuvent pas être traitées par ce modèle dans son état actuel.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

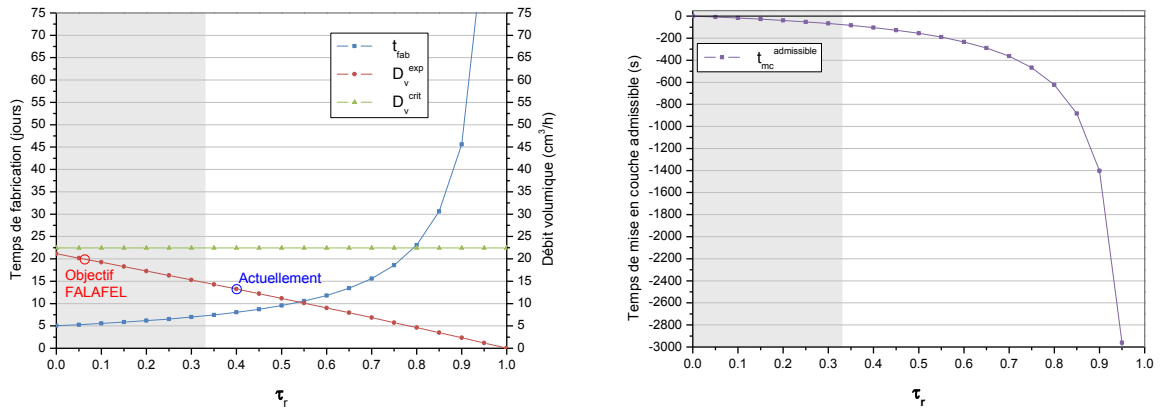


Figure V-16 : Influence du taux de recouvrement sur le temps de fabrication, les débits volumiques et le temps de mise en couche admissible pour une pièce de hauteur définie

V.3.3.5 Influence de la fraction du plateau de fabrication balayée par le laser

Il est tout à fait logique que, comme le temps de mise en couche est négligeable, le temps de fabrication évolue de manière linéaire avec la fraction surfacique du plateau de fabrication (Γ) qui est lasée (cf. Figure V-17). On constate que passé quelques pourcents, Γ n'a plus d'influence sur les débits volumiques expérimental et critique. L'orientation de la pièce dans le volume utile de fabrication est un paramètre important pour le procédé, que ce soit au niveau mécanique (du fait de la forte anisotropie de la microstructure brute de SLM due à la croissance de grains colonnaires suivant la direction de fabrication), ou au niveau géométrique (minimisation des contre-dépouilles). Théoriquement, le temps de lasage d'une pièce est le même quelque soit son orientation (puisqu'on fond un même volume). De ce fait, le gain en temps de fabrication réalisé en plaçant une pièce de manière à étaler le moins de couches possible est négligeable (sauf si la hauteur de la pièce est très faible). D'autre part, ce sont principalement les contraintes mécaniques et "architecturales" citées ci-dessus qui gouvernent généralement le positionnement de la pièce. Toutefois, il est logique d'un point de vue industriel de chercher à minimiser le nombre de couches étalées afin de limiter les quantités de poudre mises en jeu. Notons que dans cette optique, il est préférable de laser le plus possible le plateau de fabrication afin de générer le moins possible de poudre à recycler. En effet, chaque étape de recyclage implique, en plus des éventuelles pertes de propriétés mécaniques pour les pièces fabriquées à partir de poudre recyclée, des pertes de matière au tamisage (cf. Chapitre IV). Apportons toutefois deux nuances à ce propos :

- D'une part, une augmentation de la surface lasée s'accompagne d'un risque accru de projection de matière liquide hors du bain de fusion qui peut être source de défauts dans la pièce et peut "polluer" la poudre à recycler (cf. sections IV.3.2.2 et VI.2.3.1).
- D'autre part, le temps de fabrication augmente car il est proportionnel à Γ pour une même hauteur de pièce (donc à nombre de couches constant). Si le temps de mise en couche peut être considéré négligeable, faire une série de 10 pièces simultanément prendra 10 fois plus de temps que pour en obtenir une (purge et manutention mises à part).

Il est toutefois possible de diminuer t_{fab} de manière efficace en utilisant une machine multifaisceaux. Un plus grand nombre de faisceaux implique une plus petite surface à laser par tête scanner et *de facto* un temps de fabrication plus court. Une telle configuration machine implique d'autres problématiques comme la continuité de la fabrication d'un système de balayage à l'autre, ou encore la multiplication des systèmes coaxiaux, que ce soit pour de l'observation (cf. section VI.1.1)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

ou du préchauffage (Armines, et al., 2012). Des constructeurs machine s'intéressent néanmoins à ces solutions, comme Renishaw, Concept Laser GmbH ou encore SLM Solutions GmbH.

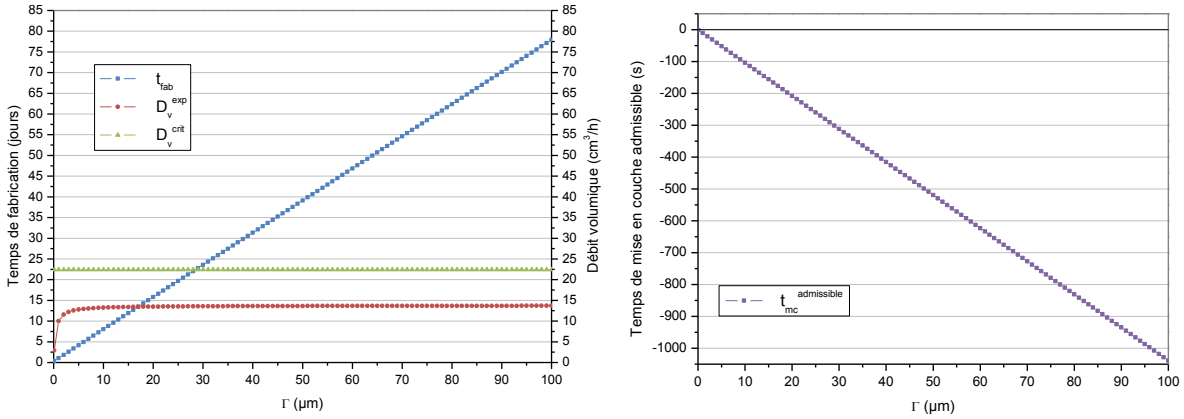


Figure V-17 : Influence du pourcentage de la surface lasée du plateau de fabrication lasé sur le temps de fabrication, les débits volumiques et le temps de mise en couche admissible pour une pièce de hauteur définie

V.3.3.6 Influence de la dimension des rectangles de lasage

On peut également se poser la question de savoir s'il existe un temps de fabrication optimal en fonction de la dimension des rectangles de lasage. Dans l'industrie, ces rectangles sont généralement des carrés de 5 mm de côté alignés selon les axes X et Y de la machine. L'orientation des cordons peut varier de 90° d'un carré à l'autre, mais cela ne change en rien le temps nécessaire au lasage de la poudre. Dans notre cas, *l* et *d* ont été variés pour voir s'ils peuvent avoir une influence sur le temps de fabrication. Au vu de la Figure V-18 et de la Figure V-19, on constate que seule la largeur *l* des rectangles de lasage peut influer sur le temps de fabrication. Cela peut s'expliquer par la manière dont a été défini le modèle, à savoir que le dernier cordon de chaque rectangle de lasage n'est pas recouvert. De ce fait, il n'y aura pas le même nombre de cordons entre un rectangle de 5 mm de large et deux rectangles de 2,5 mm de large, car on comptera deux cordons non recouverts dans le deuxième cas au lieu d'un. Ainsi, diminuer la largeur des rectangles de lasage augmente le nombre de cordons sans recouvrement, ce qui dans un certain sens se rapproche d'une diminution du taux de recouvrement (mais dans des proportions nettement plus modérées). Concrètement, gagner sur le temps de fabrication en diminuant la largeur des rectangles de lasage n'est pas possible, et ce pour plusieurs raisons :

- en pratique, chaque rectangle (ou carré) de lasage recouvre partiellement son voisin afin d'éviter d'avoir des cordons non recouverts qui peuvent être source de défaut ou d'instabilité lors du lasage de la couche suivante;
- la diminution de la largeur des rectangles de lasage entraîne l'augmentation du nombre de rectangles, impliquant de ce fait plus d'allers-retours du laser entre chaque rectangle (puisque qu'ils sont généralement lasés dans un ordre aléatoire), entraînant de ce fait une augmentation du temps de lasage pour chaque couche qui n'est pas prise en compte dans ce modèle à l'état actuel.

La longueur *d* des rectangles n'est pas sujette à cet "artefact" de calcul puisqu'elle n'intervient pas dans la notion de recouvrement.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

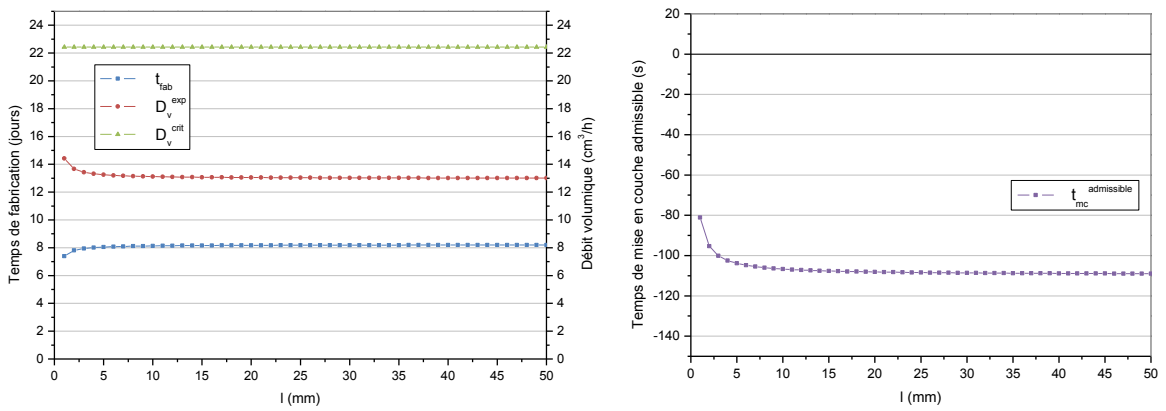


Figure V-18 : Influence de la largeur des rectangles de lasage sur le temps de fabrication, les débits volumiques et le temps de mise en couche admissible pour une pièce de hauteur définie

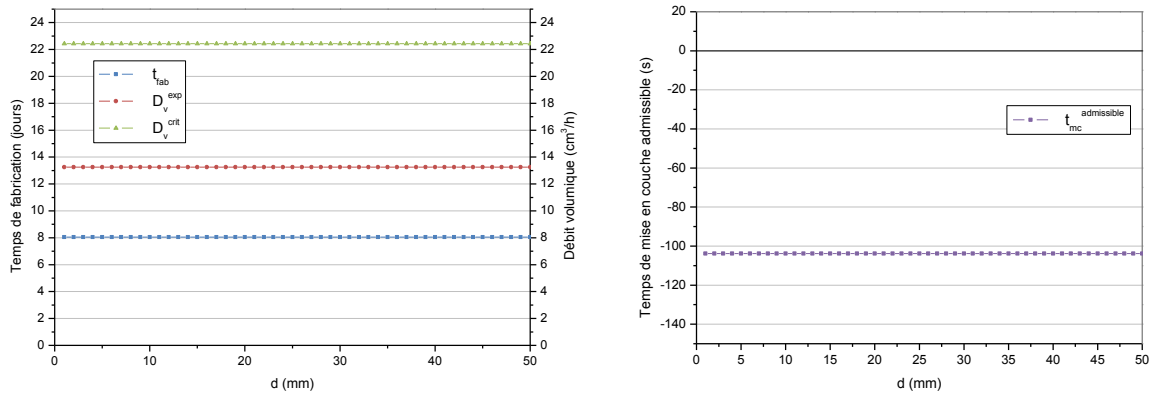


Figure V-19 : Influence de la longueur des rectangles de lasage sur le temps de fabrication, les débits volumiques et le temps de mise en couche admissible pour une pièce de hauteur définie

V.3.3.7 Influence du facteur β

Enfin, il est possible de regarder l'influence du facteur de forme β relatif à l'interaction laser-matière sur le temps de fabrication et les débits volumiques. On constate sur la Figure V-20 qu'il est possible de diminuer le temps de fabrication en se plaçant dans des conditions privilégiant un facteur de forme élevé, c'est-à-dire à des paramétries à forte largeur de cordon par rapport à la largeur du faisceau. Comme Φ_l est resté constant pour le calcul présenté sur ce graphe, l'augmentation de β implique l'augmentation seule de e_{app}, ce qui implique un nombre moins important de cordons (du fait d'un lasage à τ_r constant) pour remplir la surface considérée.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

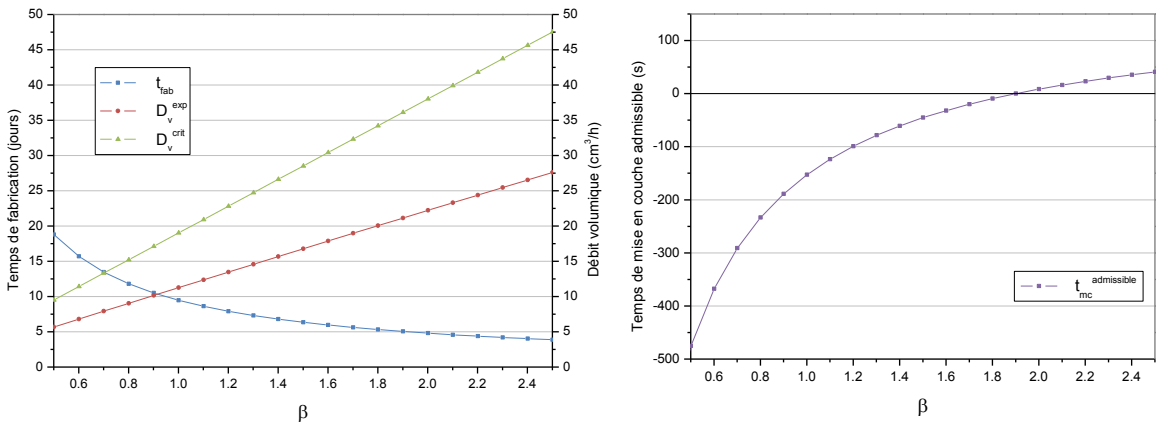


Figure V-20 : Influence du facteur de forme β sur le temps de fabrication, les débits volumiques et le temps de mise en couche admissible pour une pièce de hauteur définie

Le modèle présenté ici permet donc d'estimer facilement le temps de fabrication d'une pièce de géométrie simple et ainsi d'avoir une idée de la productivité dans des conditions souhaitées. Toutefois, il pourrait être intéressant de se pencher sur l'étude de la prépondérance d'un facteur par rapport à un autre sur t_{fab} en faisant varier plusieurs paramètres simultanément. Cela permettrait par exemple de savoir s'il peut être rentable, théoriquement, de choisir une paramétrie à une vitesse plus importante bien qu'affichant un coefficient β plus faible. D'autre part, le modèle a permis de montrer que le temps de mise en couche, même triplé par rapport à celui choisi, est anecdotique pour les machines de nouvelle génération présentant des plateaux de fabrication aux tailles conséquentes (surtout si la surface à laser est grande). Effectuer des opérations de contrôle procédé sur le lit de poudre (immédiatement après la mise en couche ou avant le lasage) ou un réétalonnage de la caméra (comme ce sera évoqué au Chapitre VI) n'impliquera pas forcément une forte augmentation du temps de fabrication. On précisera enfin que l'outil développé ici ne permet pas de rechercher une paramétrie de lasage. En effet, il n'est aucunement question d'une quelconque stabilité de fabrication, et il est tout à fait possible d'effectuer les calculs à partir de paramétries ne permettant pas la construction, voire même fantaisistes. Cependant, il convient d'utiliser ce modèle après que la fenêtre de construction ait été déterminée pour le matériau et que le design de la pièce soit connu.

V.4 Conclusion du chapitre

Le modèle de consolidation présenté ici permet de déterminer la hauteur de matière consolidée à une couche donnée en fonction de certains paramètres tels que les retraits axial et radial et la porosité du lit de poudre. Il est possible d'utiliser le profilométre optique sans contact afin d'obtenir le coefficient d'anisotropie du matériau fusionné par laser, ce qui permet de confirmer la porosité du lit de poudre qu'il est toujours possible d'encadrer par la porosité versée et tassée. Les valeurs du retrait radial étant bien souvent erronées car sujettes à des difficultés de manipulation, il convient plutôt d'utiliser l'abaque $P_t - \Psi$ dans lequel figurent les iso-valeurs des retraits axial et radial pour en déduire le coefficient d'anisotropie Ψ et ainsi avoir accès par calcul au retrait radial, après avoir mesuré la porosité du lit de poudre P_t et le retrait axial ω. Ce retrait est basé sur la conservation du volume de matière dans le volume d'interaction laser-lit de poudre. Toutefois, il ne tient pas compte du produit du retrait axial par le retrait radial. L'Annexe C présente les équations du modèle de consolidation du lit de poudre tenant compte de ce produit, ainsi que l'abaque $P_t - \Psi$ et la cartographie de retraits qui en découlent.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Il est aussi possible, pour un jeu de paramètres de fabrication donné, de calculer le temps de fabrication d'une pièce donnée. De même, le débit volumique de matière consolidée et le débit volumique critique peuvent être calculés. Il est alors possible de vérifier si les objectifs de productivité pour une fabrication donnée peuvent être tenus par la machine considérée. Si ce n'est pas le cas, le modèle a permis de déterminer qu'il était possible de diminuer le temps de fabrication en augmentant ou en diminuant certains paramètres et en les priorisant.

Enfin, il a été montré que c'est le temps de lasage et non le temps de mise en couche qui est le plus déterminant sur le temps de fabrication (sauf dans le cas de pièces de très faible hauteur). La diminution du temps de fabrication devra se faire soit par l'évolution des machines (multi-lasers), soit par la mise au point de stratégies de lasages plus exotiques que ce qui se fait actuellement (lasage d'une couche sur deux par exemple).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Bibliographie

Armines, et al. 2012. Procédé de fusion de poudre avec chauffage de la zone adjacente au bain. 12 03258 30 Novembre 2012.

Benzaken, Jean Rémy. 2007. Fabrication directe de pièces métalliques par fusion laser, MINES-ParisTech, 2007. Rapport de stage de Mastère.

Blanc, Toinou. 2016. Fabrication directe de pièces en TA6V par projection laser : Modèle phénoménologique et recyclabilité de la poudre, MINES-ParisTech, 2016. Thèse.

Fischer, P., et al. 2003. Sintering of commercially pure titanium powder with a Nd:YAG laser source. Acta Materialia. 2003, 51, pp. 1651–1662.

Frazier, William E. 2014. Metal Additive Manufacturing: A Review. Journal of Materials Engineering and Performance. 2014, Vol. 23, 6, pp. 1917–1928.

Gusarov, A. V. et Smurov, I. 2010. Modeling the interaction of laser radiation with powder bed at selective laser melting. Physics Procedia. 2010, 5, pp. 381–384.

Gusarov, A. V., et al. 2007. Heat Transfer modelling and stability of selective laser melting. Applied Surface Science. 2007, Vol. 254, pp. 975–979.

Labbas, Ferrouze. 2006. Fabrication directe de pièces en acier à outil par frittage laser, MINES-ParisTech, 2006. Rapport de stage de Mastère.

Maisonneuve, Julie. 2008. Fabrication directe de pièces aéronautiques en TA6V et IN718 : projection et fusion sélective par laser, MINES-ParisTech, 2008. Thèse.

Marion, Guillaume. 2016. Modélisation de procédés de fabrication directe de pièces aéronautiques et spatiales en TA6V par projection et fusion sélective d'un lit de poudre par laser : Approche thermique, métallurgique et mécanique, MINES-ParisTech, 2016. Thèse.

Masmoudi, Amal, Bolot, Rodolphe et Coddet, Christian. 2015. Modelling of the laser-powder-atmosphere interaction zone during the selective laser melting process. Récents Progrès en Génie des Procédés. 2015, 107, pp. 4.6-1–4.6-9.

Ponche, Rémi. 2013. Méthodologie de conception pour la fabrication additive, application à la projection de poudres, École centrale de Nantes, 2013. Thèse.

Tolochko, Nikolay K., et al. 2003. Mechanisms of selective laser sintering and heat transfer in Ti powder. Rapid Prototyping Journal. 2003, Vol. 9, 5, pp. 314–326.

Verhaeghe, F., et al. 2009. A pragmatic model for selective laser melting with evaporation. Acta Materialia. 2009, Vol. 57, pp. 6006–6012.

Vilaro, Thomas. 2011. Fabrication directe de pièces aéronautiques et spatiales en Nimonic 263 et A360 par le procédé de fusion sélective par laser : approche thermique, microstructurale et mécanique, MINES-ParisTech, 2011. Thèse.

Yadroitsev, I., et al. 2010. Single track formation in selective laser melting of metal powders. Journal of Materials Processing Technology. 2010, Vol. 210, pp. 1624–1631.

Yadroitsev, I., et al. 2007. Strategy of manufacturing components with designed internal structure by selective laser melting of metallic powder. Applied Surface Science. 2007, 254, pp. 980–983.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Chapitre VI Partie A – Mise en place de l'étude paramétrique et thermique

Résumé :

Le procédé SLM est naturellement instable. Au fil de la construction d'une pièce, plusieurs défauts sont susceptibles d'apparaître qui risquent de fragiliser les pièces finales. Afin d'améliorer la qualité des pièces produites par SLM, il est donc nécessaire de développer des outils de contrôle procédé pendant la fabrication, de façon à corriger la dérive observée.

Ce chapitre présente un moyen d'observation du bain de fusion SLM mis en place dans le cadre de cette thèse ainsi que l'étude paramétrique et thermique qui a été menée. Cette première partie décrira le système de visualisation coaxiale réalisé, le traitement d'images mis en place et présentera certains des défauts typiques susceptibles d'être rencontrés lors des fabrications.

Sommaire :

VI.1 Présentation des moyens d'essais....214
VI.1.1 Suivi coaxial du bain de fusion....214
VI.1.1.1 Système de renvoi d'angle et caméra thermique....216
VI.1.1.2 Étalonnage de la caméra....221
VI.1.2 Traitement Matlab....228
VI.2 Essais préliminaires sur monocordons à hauteur de couche fixée....233
VI.2.1 Présentation des essais....234
VI.2.2 Approximation de l'émissivité du C263....236
VI.2.3 Singularités observables sur les images de bains....238
VI.2.3.1 Projections de gouttes de liquide....239
VI.2.3.2 Balling....243

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Afin de répondre au besoin de l'industrie aéronautique et aérospatiale, le projet FALAFEL vise à fabriquer des pièces de plus grandes dimensions par fabrication additive, et notamment par le procédé SLM. Cependant, à grande taille de machine correspondent une grande quantité de poudre et un long temps de fabrication (cf. Chapitre V). Comme il a été souligné précédemment, le procédé SLM est un procédé naturellement instable et va alors engendrer des défauts au sein du bac de fabrication qui sont susceptibles de se retrouver dans les pièces ou de bloquer le système de mise en couche (cf. Chapitre IV). Un tel cas de figure est clairement indésirable s'il survient au milieu d'une fabrication de plusieurs jours et mettant en œuvre des centaines de kilos de poudre. C'est pourquoi il est nécessaire, à terme, de développer un contrôle procédé adapté au SLM, ce qui passe dans un premier temps par la mise en place d'un *monitoring* (contrôle procédé sans boucle de rétroaction).

Un contrôle procédé permettant d'éviter les défauts dans la pièce n'est pas envisageable en SLM. En effet, du fait de la très grande rapidité du procédé (déplacement du spot laser à forte vitesse, de l'ordre du mètre par seconde), il est difficile d'agir sur la puissance ou la vitesse pour supprimer les défauts au cours de la fabrication. Le contrôle procédé en SLM doit être vu comme un moyen permettant d'ajuster les paramètres procédés (la puissance P, ou la vitesse V) en cas de dérive de la forme du bain ou du cordon au cours de la fabrication (notamment dans le cas des fabrications longues) afin de se rester dans la fenêtre opératoire de construction. Un contrôle procédé utilisant la détection d'un défaut pour initier la boucle de rétroaction devrait réagir extrêmement vite pour corriger les paramètres opératoires avant la fin du lasage du cordon en cours, ce qui n'empêcherait pas le défaut préalablement détecté de rester dans la pièce. Toutefois, le développement d'une solution de *monitoring* du procédé ouvre la voie au contrôle procédé. Il permettrait par exemple de donner une cartographie des défauts détectés dans le volume de la pièce, voire le type et la taille de défaut, ce qui permettrait de mettre au rebut les pièces selon la criticité des défauts pour le chargement considéré. Un tel suivi de fabrication, s'il est fiable, permettrait de s'affranchir des étapes de CND (Contrôle Non Destructif). Après détection d'un défaut suffisamment conséquent, le *monitoring* pourrait permettre, entre autres, de mettre en pause la fabrication laissant au choix de l'opérateur machine de reprendre la construction ou non, voire de relaser la couche en cours un certain nombre de fois pour espérer "supprimer" le défaut détecté.

Notons également que contrairement au procédé DMD, le procédé SLM ne permet que la visualisation de la surface supérieure du bain ou du cordon. L'observation du "profil" du bain ou du cordon comme l'avait fait Maisonneuve (Maisonneuve, 2008) n'est pas possible compte tenu du fait que la pièce est noyée dans la poudre du bac de fabrication.

VI.1 Présentation des moyens d'essais

Une étude paramétrique du procédé SLM sur C263 a été menée au cours du projet FALAFEL. Initialement prévue au sein des locaux de Poly-Shape sur la machine TrumaForm LF 250 commercialisée par Trumpf, cette étude a été déplacée sur la machine PM100 de Phénix Systems appartenant au Centre des Matériaux. Bien que de dimensions plus réduites et ne disposant pas d'un système précis de réglage du diamètre du faisceau laser, cette machine est plus "ouverte" que la machine de Poly-Shape qui sert également de moyen de production pour répondre aux commandes des clients de la société. Il a ainsi été possible d'instrumenter la machine afin de pouvoir mettre en place un système de *monitoring* et ainsi coupler l'étude paramétrique à l'étude thermique du procédé.

VI.1.1 Suivi coaxial du bain de fusion

On peut imaginer différents systèmes de *monitoring* du procédé SLM, mais à moins de tomber dans des théories farfelues, ils auront tous en commun la visualisation de la surface du lit de poudre sur une bande plus ou moins large du spectre optique. Si l'utilisation d'une caméra thermique permet

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

de connaître les températures du lit de poudre et du bain de fusion et de calculer les gradients thermiques au sein des cordons, une caméra travaillant dans le visible permet de suivre des défauts "froids" comme les projections abordées au Chapitre IV une fois qu'elles se sont solidifiées et refroidies (Furumoto, et al., 2012). De là, deux méthodes se détachent dans la littérature. La première consiste en l'observation fixe de tout ou partie du plateau de fabrication (cf. Figure VI-1). Cette méthode présente quelques avantages comme la non modification de l'axe optique de la machine, la possibilité de connaître par caméra thermique la température d'un point donné du plateau en fonction du temps (dans le cas d'une caméra thermique (Bayle, et al., 2008), (Vilaro, 2011), (Krauss, et al., 2012) et (Islam, et al., 2013)). Cela offre également la possibilité de connaître précisément les coordonnées de la zone balayée par le faisceau laser à partir d'une image. Toutefois, un des inconvénients majeurs de l'observation en un point fixe est le très mauvais compromis surface observée/résolution/fréquence d'acquisition qu'il offre.

En effet, l'observation du plateau de fabrication dans son intégralité nécessite d'avoir une bonne résolution d'image, que ce soit dans le visible, dans le proche infrarouge ou sur une autre plage de longueur d'onde. Imaginons que l'on observe la surface du bac de fabrication d'une machine de grande dimension comme celle de la XLine 1000R de Concept Laser de manière purement verticale, c'est-à-dire sans tenir compte de la déformation qu'un système déporté présente du fait de la perspective. Le bac de fabrication mesure 640*400 mm^2. L'utilisation d'une caméra de 512*512 pixels (dimensions de matrice conventionnelle, mais non standard) pour observer l'entièreté du plateau implique qu'un pixel correspond à une surface carrée de 1,25 mm de côté sur le plateau. Au regard de la largeur des cordons qui est de l'ordre de la centaine de microns, le manque de précision d'une telle visualisation est flagrant. Il conviendrait donc d'opter pour une matrice de capteur bien plus conséquente, qui augmente de pair avec le prix d'une telle caméra. Observer le bain avec une résolution de seulement deux pixels sur sa largeur reviendrait à avoir une caméra avec une résolution de 12 800 * 8 000 px, ce qui aboutit à une image de 102,4 Mpx. De plus, seule la visualisation de la zone du bain de fusion et de son environnement proche a un intérêt, car une fois solidifié, les images des cordons ne vont pas varier à moins de se trouver sur la trajectoire d'une des projections citées au Chapitre IV (et qui seront réabordées à la section VI.2.3.1). La majorité des pixels constituant l'image du plateau est alors inutile pour le *monitoring*. Rajoutons aussi que, compte tenu des grandes vitesses de déplacement du faisceau laser vis-à-vis de la petite taille du bain de fusion, il est nécessaire que le système de visualisation puisse être rapide (fréquence supérieure au kilohertz) pour pouvoir effectuer un suivi correct. Acquérir des images à haute résolution à une telle fréquence est impensable à l'heure actuelle ainsi que dans un futur proche. Quand bien même ce serait possible, il faudrait que la chaine de traitement et/ou de stockage puisse supporter des flux de données de plusieurs centaines de gigaoctets à la seconde pendant plusieurs jours ! De plus :

- soit la caméra est située hors de l'enceinte de fabrication et il est nécessaire de prévoir un hublot suffisamment grand pour observer le plateau ;
- soit la caméra est placée dans l'enceinte de fabrication, ce qui implique qu'elle puisse fonctionner en légère surpression d'argon (machine conventionnelle), voire en dépression ou sous vide partiel dans le cas où l'on cherche à diminuer l'occurrence des projections comme il a été dit dans le Chapitre IV (Armines, 2012).

L'alternative pour pouvoir gagner en fréquence et en résolution consiste à n'observer qu'une parte de la surface du bac de fabrication, ce qui est incompatible avec la définition d'un *monitoring* dans le cas d'une visualisation en un point fixe car il existerait des zones balayées par le laser qui ne seraient pas observées. On pourrait alors penser à déplacer la caméra pour qu'elle puisse suivre la trajectoire balayée par le laser au cours de la fabrication, mais il faudrait alors synchroniser les

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

mouvements de la caméra avec la trajectoire du laser définie par la tête scanner, voire utiliser un système de *tracking*. Cela revient à faire compliqué alors qu'il existe une solution plus simple : le suivi coaxial

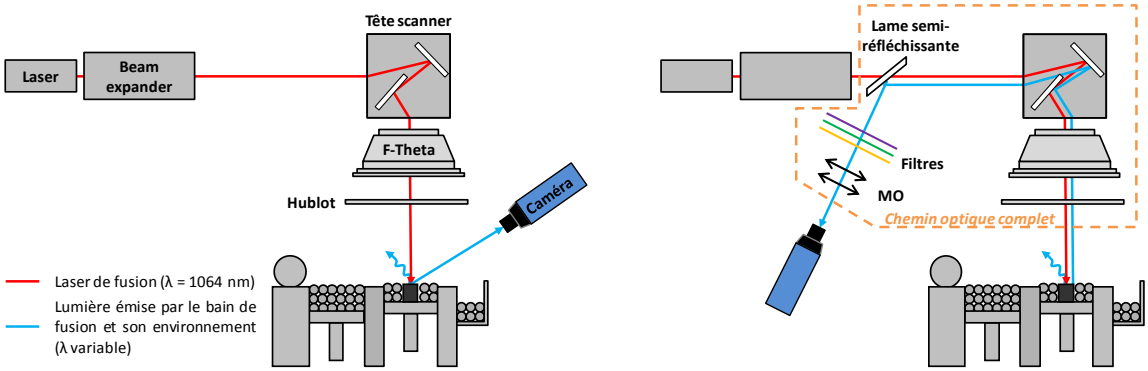


Figure VI-1 : Système de visualisation en un point fixe (à gauche) et de manière coaxiale au faisceau laser adjoint à un système de filtres et à un microscope optique (à droite)

Cette deuxième méthode de visualisation consiste donc en un suivi coaxial du bain de fusion avec son environnement proche (où ont lieu les multiples réflexions du laser au sein du lit de poudre). Le principe est d'intercaler un séparateur de faisceau (lame semi-réfléchisante) en amont de la tête scanner et utiliser le retour inverse de la lumière pour observer la surface du plateau de fabrication à l'endroit où le laser irradie le lit de poudre (cf. Figure IV-1). Le principal avantage de cette méthode est qu'elle permet la visualisation du bain quelle que soit la position du spot laser à l'inverse de l'observation en un point fixe du plateau de fabrication. Elle permet en outre de se focaliser sur la zone du bain de fusion et de son environnement proche, ce qui permet d'augmenter la résolution et la fréquence de la caméra en observant une zone bien moins large. L'inconvénient principal de cette méthode est que, comme elle emprunte le même chemin optique que le laser, la visualisation est liée à la trajectoire imposée par la tête scanner. Il est alors impossible d'observer un endroit déjà lasé durant la couche en cours sauf si la stratégie de balayage implique de repasser au même endroit. De ce fait, il est impossible de visualiser le refroidissement d'un point donné du plateau de fabrication au cours du temps. C'est toutefois cette solution qui a été utilisée pour équiper la machine PM100 du Centre des Matériaux.

VI.1.1.1 Système de renvoi d'angle et caméra thermique

Afin de mener à bien l'étude thermique couplée à l'étude paramétrique du procédé, la machine SLM PM100 du Centre des Matériaux a été modifiée. Un séparateur de faisceau consistant en une lame semi-réfléchissante a été placé entre le *beam expander* et la tête scanner comme décrit dans la Figure VI-1. Lors de son chauffage par le laser, le lit de poudre (à l'état solide puis liquide) va monter localement en température, ce qui va entraîner une émission de lumière selon la loi de Planck (cf. Eq VI-2) dans toutes les directions de l'espace. Une partie de cette luminance énergétique va emprunter le chemin inverse du laser de fusion. Ainsi, ce rayonnement va traverser le hublot de l'enceinte, la lentille F-Thêta-Ronar ainsi que la tête scanner jusqu'à la lame semi-réfléchissante et être alors dévié jusqu'à une caméra qui pourra l'observer. De tels systèmes de visualisation coaxiale sont également mis en œuvre au sein de différents laboratoires tels que l'ENISE (Chivel, et al., 2010), (Chivel, et al., 2011), (Chivel, 2013) et la KU Leuven en Belgique (Craeghs, et al., 2011), (Craeghs, et al., 2012). Les fabricants de machine SLM s'intéressent fortement à cette solution également et sont parfois financeurs de projets de recherche avec de tels laboratoires.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Le séparateur de faisceau est utilisé dans notre cas avec une caméra thermique, dont les caractéristiques seront données plus loin, fonctionnant sur la bande du proche infrarouge λ = [0,9-1,7] µm qui recouvre les bandes NIR et SWIR pour *Near-InfraRed* et *Short-Wavelength InfraRed*). Le choix d'utiliser une caméra thermique travaillant sur une plus haute plage de longueur d'onde n'aurait pas été judicieux du fait que les optiques de la machine PM100 sont en BK7 (verre de borosilicate) et ne laissent que peu passer la lumière au-delà de 2 µm de longueur d'onde. Cette plage de longueur d'onde est celle fréquemment mise en œuvre dans les systèmes de visualisation thermique car elle permet de travailler à des températures élevées pouvant aller jusqu'à 3000°C (FLIR Systems, Inc., 2014). Cette gamme de produit existant déjà "sur étagère" présentait deux avantages : pallier un retard de livraison du capteur initialement prévu en achetant sur fonds propres une caméra facilement accessible, et travailler sur un système de *monitoring* dont le prix final ne serait pas exorbitant.

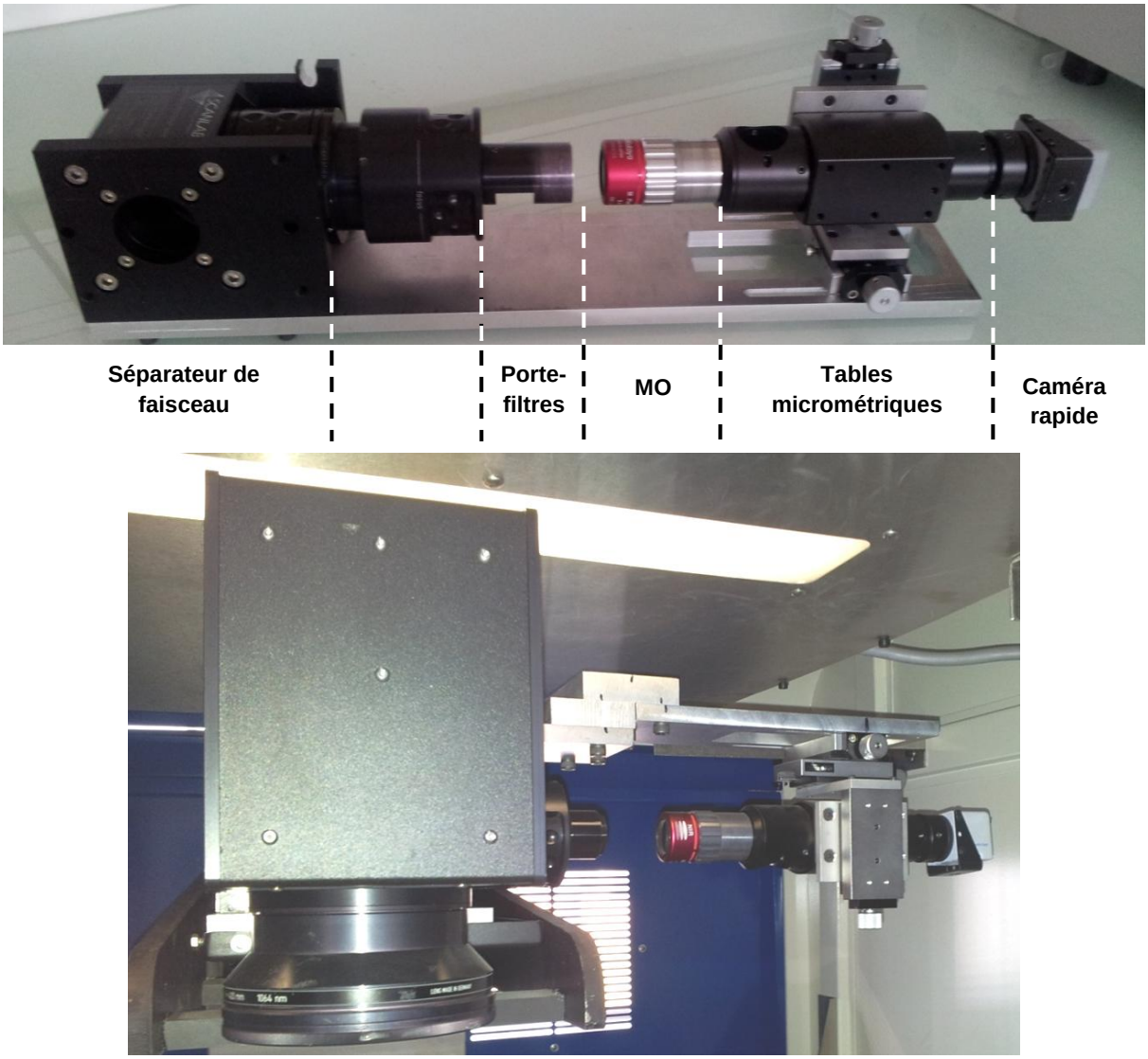


Figure VI-2 : Système de renvoi d'angle démonté et à l'envers (en haut) et intégré à la machine (en bas) équipé d'une caméra rapide

Le système du Centre des Matériaux, présenté en Figure VI-2, comporte un séparateur de faisceau commercialisé par SCANLAB AG qui fournit déjà la tête scanner de la PM100. À l'instar de celle-ci et de la lentille F-Theta-Ronar qui équipe la machine (fabriquée par Qioptiq), le séparateur de

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

faisceau est dimensionné pour la longueur d'onde du laser (à savoir, λ = 1064 nm). Il a néanmoins été conçu pour une visualisation dans le domaine du visible, c'est-à-dire que la lame est transparente sur la plage de longueur d'onde 1030–1110 nm et réfléchit la plage 450–900 nm avec un optimum de visualisation à 880 nm. La limite basse de la plage de longueur d'onde détectable par la caméra thermique correspond à la limite haute réfléchie par le séparateur de faisceau vers son optique. Cela implique que si les visualisations s'effectuent sur une plage de longueur d'onde plus élevée que 900 nm, l'intensité réfléchie par la lame semi-réfléchissante sera très faible (typiquement inférieure au pourcent du rayonnement initial).

Toutefois, comme nous le verrons par la suite, cette faible intensité reste observable bien que les images soient beaucoup moins lumineuses qu'elles ne pourraient l'être si la lame semi-réfléchissante était dimensionnée pour le proche infrarouge. Cette limitation a pour effet de brider la fréquence à laquelle la caméra peut travailler pour obtenir des images suffisamment lumineuses pour être exploitables. En effet, pour acquérir une image, le capteur de la caméra doit recevoir de la lumière pendant un laps de temps appelé temps d'intégration (*TI*), analogue au temps d'exposition pour les photographies. Plus le temps d'intégration est long, plus le capteur a le temps de recevoir de la lumière et plus l'image obtenue sera lumineuse. C'est ce *TI* qui conditionne la fréquence à laquelle peut filmer la caméra. En effet, il faut attendre que la première image soit acquise pour pouvoir commencer à acquérir la suivante. Il existe cependant des technologies permettant d'outrepasser cette limitation, mais dont la caméra utilisée ici n'est pas équipée. La fréquence d'acquisition *f* est donc définie d'après l'équation Eq V-1.

$$f = \frac{1}{TI} \qquad \textbf{Eq VI-1}$$

L'utilisation d'un séparateur travaillant dans le visible permettait la visualisation thermique du bain tout en offrant une solution déjà présente "sur étagère", ce qui diminuait grandement le coût et le délai d'obtention par rapport à un séparateur qui aurait été commandé "sur mesure". L'utilisation d'optiques plus adaptées au proche infrarouge permettrait néanmoins de pouvoir diminuer le temps d'intégration utilisé par la caméra et donc d'augmenter sa fréquence tout en ayant des images plus lumineuses. Rappelons aussi que la tête scanner et la lentille F-Thêta sont dimensionnées pour la longueur d'onde du laser de fusion, c'est-à-dire que les miroirs galvanométriques et la lentille ne sont pas totalement adaptés aux longueurs d'onde observées par la caméra. Il en découle une perte d'intensité lumineuse d'une part et une légère diffraction des images dont l'incidence n'est pas normale à la lentille. Ceci est visible sur les constructions éloignées de l'axe optique (comme nous le verrons dans la section VI.4.1 de la deuxième partie de ce chapitre) mais ne gêne pas le programme de traitement d'images présenté en section VI.1.2. Toutefois, ce désagrément reste léger au vu du prix d'une lentille F-Thêta achromatique qui se situe au minimum autour des 20 k€.

Le système de visualisation coaxiale comporte, en plus du séparateur de faisceau, un système de filtres optiques (achetés auprès d'Edmund Optics Ltd). On peut ainsi sélectionner la plage de longueur d'onde sur laquelle on souhaite travailler en y plaçant des filtres passe-bande ou une combinaison de filtres passe-haut et passe-bas. Cette dernière alternative permet d'être beaucoup plus modulable quant à la plage qu'on peut définir, tout en nécessitant un encombrement à peine plus important (deux filtres au lieu d'un seul). Dans notre cas, un filtre passe haut à 1100 nm y a été adjoint afin de s'assurer qu'aucune réflexion du faisceau laser de fusion ne vienne impacter la caméra, ce qui entraînerait une perte de contraste des images, voire une détérioration du capteur si l'intensité est trop

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

forte. En effet, si un pourcent de l'intensité laser est réfléchie sur la caméra lorsqu'il fonctionne à pleine puissance, le rayonnement reçu par le capteur à la longueur d'onde de 1064 nm est de près de 2 W, ce qui peut l'abîmer en cas d'exposition prolongée.

Le système de visualisation est également équipé d'un microscope optique (MO) Mitutotyo qui est achromatique sur le proche infrarouge. Aucun phénomène de distorsion ou de décalage d'image dû à une diffraction des optiques n'est à craindre sur les plages de longueur d'onde considérées pour ce qui est du microscope. Différents grossissements sont disponibles, cependant, comme on le verra par la suite, augmenter le grossissement implique de diminuer l'intensité reçue par les pixels. À titre d'exemple, si un millimètre carré est observé sur un pixel à un grossissement de x1, l'utilisation d'un microscope x2 nécessite 4 pixels pour observer cette même surface. Or, comme la quantité de lumière émise par cette surface reste la même, ces 4 pixels se partageront l'intensité que recevait le pixel seul avec le MO x1. Le changement d'un MO x1 pour un MO x2 entraine une augmentation de la résolution d'un facteur 2, mais une diminution d'intensité lumineuse d'un facteur 4.

Le système de visualisation est enfin complété par une caméra thermique FLIR SC2500 achetée auprès de FLIR Systems Inc. Elle fonctionne à l'aide d'un détecteur InGaAs fonctionnant sur la plage spectrale 0,9–1,7 µm. Elle présente une résolution de 320*256 px et peut monter à une fréquence d'acquisition de 340 Hz en pleine échelle (*full frame*). Toutefois, en diminuant la taille de la fenêtre de visualisation (mode fenêtré, ou *windowed*), il est possible d'augmenter la fréquence jusqu'à 15 kHz. Cette augmentation de fréquence est forcément bornée en fonction du *TI* utilisé comme énoncé précédemment. Toutefois, compte tenu de la latence de l'électronique, la fréquence de la caméra est légèrement inférieure à celle donnée par l'Eq V-1. Dans notre cas, la caméra affiche une fréquence de 950 Hz pour un *TI* de 1000 µs lors d'un travail en mode fenêtré sur 160*128 px alors que la fréquence théorique est de 1 kHz. Il est naturellement possible de travailler à un temps d'intégration plus faible que celui bornant la fréquence (par exemple en travaillant à un *TI* de 250 µs à 950 Hz), ce qui a pour conséquence de diminuer l'intensité lumineuse recue sur chaque pixel. Notons que si le laser se déplace à une vitesse de 2 m/s à la surface du plateau de fabrication et que la caméra thermique observe le bain de fusion à une fréquence de 1 kHz, le laser se sera déplacé de 2 mm entre deux images, ce qui est une grandeur conséquente au regard de la résolution que peut avoir le balayage. Ce point sera abordé plus en détail dans la section VI.4.2.4.

En outre, la caméra possède une fonction de *trigger* qui lui permet de se synchroniser à partir d'un signal externe. Cette option est très pratique dans le cas d'un suivi de fabrication SLM. En effet, comme le système de visualisation coaxiale n'observe qu'une zone centrée sur le spot laser, les images acquises lors des retours laser (*i.e.* lorsque le laser est coupé et parcourt la distance séparant la fin du cordon qui vient d'être lasé au début du prochain) sont sombres. De même, puisque le laser est éteint et est généralement positionné hors de la surface du plateau de fabrication lors des mises en couche, aucune image n'est à visualiser lors des quelques secondes nécessaires à la mise en couche. Acquérir des images lors de ces moments où le laser est éteint n'a aucun intérêt pratique et ne contribue qu'à surcharger le système de traitement et de stockage des données. Le *trigger* permet à la caméra de n'acquérir les images que lorsqu'elle reçoit un signal extérieur (cf. Figure VI-3). Si ce signal est branché sur la baie laser, il est possible de n'acquérir des images que lorsque le laser est allumé. On s'affranchit donc des images inutiles. À noter que deux modes de *trigger* sont disponibles permettant soit de démarrer l'enregistrement au premier échelon du signal externe (mode *trigger start*), soit de ne conserver que les images acquises alors que le signal de *trigger* est en valeur haute (mode *trigger tag*). C'est ce dernier mode qui sera utilisé par la suite car c'est celui qui correspond le mieux au suivi des

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

fabrications par SLM. Dans notre cas, le signal de sortie de la baie laser est inversé par rapport au signal de synchronisation que doit recevoir la caméra. Il a donc fallu concevoir et intercaler un inverseur de signal pour pouvoir coordonner la caméra et le signal laser.

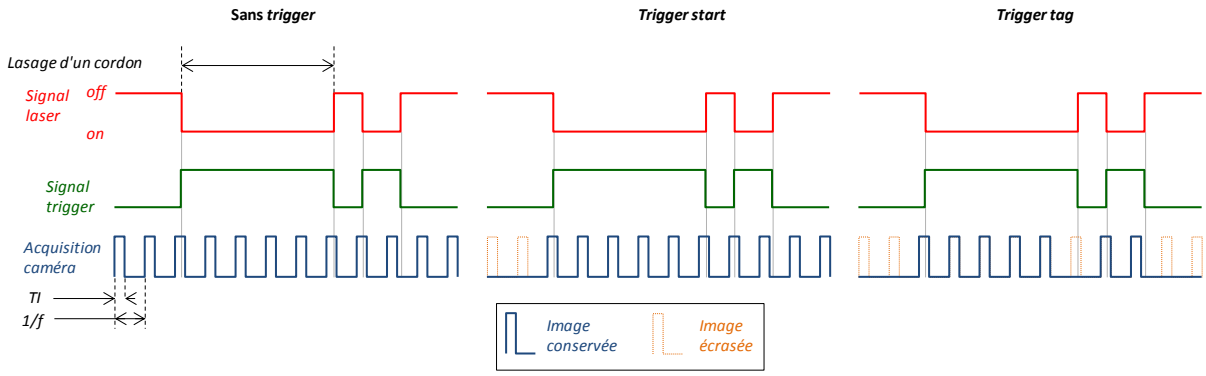


Figure VI-3 : Schématisation des modes de *trigger* proposés par la caméra FLIR SC2500

On peut noter toutefois que le mode *trigger tag* ne conditionne pas le démarrage de l'acquisition des images, mais ne fait qu'appliquer un marqueur (*tag* en anglais) aux images à conserver. Concrètement, lorsque ce mode est activé et que le signal *trigger* est bas, la caméra acquiert en continu des images qu'elle ne stocke pas, chaque nouvelle image écrasant la suivante. Lorsque le *trigger* passe en position haute, l'image en cours d'acquisition est "taguée", de même que toutes les suivantes tant que le signal reste haut. Toutes les images taguées sont alors conservées. De ce fait, si le temps d'intégration de l'image est de 1000 µs et que l'échelon du signal de *trigger* intervient au bout de 900 µs, le laser n'aura été allumé que pendant un dixième du temps sur lequel la première image du film est acquise. De ceci découle que les premières images des films de lasage de cordons sont souvent peu lumineuses voire totalement sombres et affichent donc des valeurs d'intensité lumineuse non représentatives des conditions de lasage en régime permanent. Les images du lasage d'un lit de poudre présentent généralement une traînée chaude en arrière du bain du fait du déplacement de la source laser alors que l'image reste centrée sur le spot (cf. Figure VI-12). Cependant la première image des films, si elle n'est pas totalement sombre, est généralement circulaire au lieu de présenter une forme de comète. En effet, lorsque le laser démarre le lasage d'un monocordon, les phénomènes thermiques passent par un régime transitoire impliquant que la traînée chaude du bain n'est pas forcément visible. Si la première image est "taguée" alors que l'on se trouve encore dans ce régime transitoire, la tache lumineuse apparait donc circulaire, ou avec une traînée chaude limitée, ce qui peut être accentué par une désynchronisation du *trigger* par rapport à l'acquisition des images.

Dans le même ordre d'idée, les images ne sont plus taguées à partir du moment où le signal du *trigger* subit un échelon descendant. La dernière image du lasage d'un cordon ne fait pas partie du film si le laser se coupe alors que l'image est encore en cours d'acquisition (cf. Figure VI-3).

Enfin, notons que pour une plus grande aisance à l'utilisation, le système de visualisation coaxiale est équipé de montures C, standards en optique, ce qui permet de passer facilement d'un microscope à un autre et de changer aisément les jeux de filtres. De plus, le bloc constitué du MO et de la caméra est monté sur 3 tables micrométriques X/Y/Z qui permettent de régler précisément la position de la caméra ainsi que sa mise au point. Il est ainsi possible de centrer l'image acquise sur le point focal du faisceau laser en lasant un point fixe et en réglant la position des tables de manière à ce que l'image lumineuse du bain acquise se situe au centre de la caméra et que ses contours soient nets.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Un tel réglage doit s'effectuer préalablement à toute acquisition durant la fabrication et doit avoir lieu à proximité de l'axe optique de la machine (X = Y = 0 mm). Ainsi on peut s'affranchir des phénomènes de diffraction apparaissant lorsqu'on s'éloigne de l'axe optique et qui sont dus aux optiques non adaptées à ces longueurs d'onde.

VI.1.1.2 Étalonnage de la caméra

Un objet chaud émet un rayonnement thermique qu'on peut qualifier de luminance énergétique L_λ (exprimée en W.m^{-3}.sr) ou d'émittance M_λ (exprimée en W.m^{-2}) pour la longueur d'onde λ considérée. Cette émittance suit la loi de Planck donnée par l'Eq VI-2 avec ε l'émissivité du corps considéré (ε = 1 pour toute longueur d'onde dans le cas d'un corps noir), h la constante de Planck (soit 6,62607.10^{-34} J.s), k la constante de Boltzmann (soit 1,38066.10^{-23} J/K), c la célérité de la lumière dans le vide (299,792458.10^{6} m/s), et T la température de l'objet en Kelvins

$$\boldsymbol{M_\lambda = E_\lambda = \pi \cdot L_\lambda = \varepsilon \times \frac{2\pi \cdot h \cdot c^2}{\lambda^5} \times \frac{1}{e^{\frac{h \cdot c}{\lambda \cdot k \cdot T}} - 1}} \qquad \textbf{Eq VI-2}$$

Lorsque la caméra observe le bain fondu au cours de la fabrication, elle acquière une image en niveaux d'intensité lumineuse (DL pour *Digital Level*). Après étalonnage, ce niveau d'intensité lumineuse correspond à une température. Toutefois, la connaissance de la température vraie de l'échantillon est délicate. En effet, connaitre la température vraie implique de connaitre l'émissivité du matériau. Celle-ci dépend de nombreux facteurs tels que la température, l'état de surface, la longueur d'onde du rayonnement considéré et sa direction. Atallah propose une relation entre conductivité thermique (λ_{th} en W.cm^{-1}.K^{-1}) et émissivité dans la direction normale à la surface (ε_n) en fonction de la température T (en K), donnée par l'Eq VI-3 (Atallah, 1966). Il est alors possible de calculer l'émissivité normale du C263 à l'état solide et poli à la température de 1350°C : ε_n = 0,304 (ε_n = 0,295 pour T = 1300°C, avec λ_{th} = 28,47 W/m.K). Atallah évoque également une relation donnée par Davisson et Weeks qui permet de remonter à l'émissivité hémisphérique ε à partir de ε_n dans le cas où cette dernière est inférieure à 0,3 (cf. Eq VI-4). Appliquée à la valeur obtenue précédemment sa forte valeur, on obtient ε = 0,312 pour T = 1350°C (et ε = 0,305 pour T = 1300°C).

$$\boldsymbol{\varepsilon_n = 1,0 \times 10^{-4} * \frac{T}{\sqrt{\lambda_{th}}}} \qquad \textbf{Eq VI-3}$$

$$\boldsymbol{\frac{\varepsilon}{\varepsilon_n} = 1,33 - \varepsilon_n} \qquad \textbf{Eq VI-4}$$

Cependant, l'émissivité d'un liquide n'est pas la même que celle du même matériau à l'état solide. Rajoutons que la connaissance de l'émissivité d'un lit de poudre est délicate, d'autant plus lors de son interaction avec un faisceau laser : changements d'état, fortes perturbations en amont du bain liquide, température variant extrêmement rapidement. Rajoutons à cela qu'un phénomène de multi-réflexion du faisceau laser se produit lors de l'irradiation d'un lit de poudre, ce qui engendre une interaction plutôt volumique que surfacique (comme cela aurait été le cas dans le cas d'un matériau massif). C'est pourquoi cette étude ne cherchera pas à déterminer la température vraie du matériau. Toutefois pour avoir une idée d'un équivalent DL-température, un étalon a été construit.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Afin d'étalonner la caméra thermique, il convient de faire un NUC (*Non-Uniformity Correction* : correction de non homogénéité) des pixels (Pajani, et al., 2013). Le NUC permet que tous les pixels répondent à la même fonction de transfert :

$$\boldsymbol{DL = f(L_\lambda) + Seuil = f(T) + Seuil} \qquad \textbf{Eq VI-5}$$

Il est nécessaire d'éclairer la caméra avec une source lumineuse homogène et de tenir compte du chemin optique complet (cf. Figure IV-1) pour pouvoir corriger les pixels inhomogènes du capteur dans les conditions d'acquisition qui seront utilisées par la suite. Le NUC en lui-même est un traitement du signal et est géré par le logiciel d'acquisition de la caméra (Altair v5.80). Une fois la correction de non homogénéité des pixels établie, il est possible d'étalonner la caméra.

L'étalon utilisé a été conçu et fabriqué au Centre des Matériaux. Le principe de l'étalonnage est de visualiser une source lumineuse de température connue afin d'en déduire le niveau d'intensité lumineuse correspondant. Cette source lumineuse est constituée d'un ruban de platine chauffé par effet Joule (cf. Figure VI-4). Nous parlerons par la suite de température équivalente de l'étalon de platine, voire de "température équivalente platine", notée $T_{eq\,Pt}$ et s'exprimant en degrés équivalents platine ($°C_{eq\,Pt}$). Bien qu'assez proche, la température équivalente platine ne correspond pas à la température vraie. Elle correspond à la température qu'aurait le platine solide s'il affichait le même niveau d'intensité lumineuse.

Le ruban de platine est constitué d'un fil de platine rhodié (30 wt.% Rh) qui a été laminé jusqu'à mesurer 800 µm de large. Un thermocouple (Pt-Pt Rh 10 wt.%) y a été soudé afin de connaître précisément la température au centre du ruban. Ledit ruban est branché à un générateur afin d'être chauffé par effet Joule. Afin de simplifier l'utilisation de cet étalon, le ruban est coincé dans une armature en céramique elle-même fixée à un substrat en acier inoxydable (316L) aux dimensions du bac de fabrication de la machine PM100. En abaissant le piston de manière à ce que le ruban se situe au niveau correspondant à la surface du lit de poudre dans le cas d'une fabrication, et en pointant la tête scanner sur la position du ruban, il est possible de le visualiser grâce à la caméra thermique (cf. Figure VI-5). On peut noter sur cette figure la forte diminution de l'intensité lumineuse selon le profil n°1 (segment bleu) en passant d'un microscope optique (MO) avec un grossissement de x5 à un grossissement de x20. Un MO x10 a également été utilisé et présentait, de même que le MO x20, des niveaux d'intensité lumineuse trop faibles.

Ce système d'étalon développé au Centre des Matériaux peut très bien être incorporé à l'enceinte de fabrication et permettre de recalibrer la caméra au cours d'une fabrication de longue durée comme c'est le cas pour les machines de grande dimension. Pointer la tête scanner sur le ruban incandescent permettra de vérifier si l'intensité lumineuse ne décroit pas au cours de la fabrication. En effet, la génération de fumées lors du lasage peut entraîner un encrassement du hublot et des optiques. Cet encrassement diminue l'intensité lumineuse des images acquises car les suies absorbent une partie du rayonnement. Aussi, l'encrassement des optiques risque surtout d'être néfaste à la fabrication car le faisceau laser de fusion peut être en partie absorbé par les suies. L'énergie apportée au lit de poudre serait alors amoindrie et il est possible que les conditions réellement appliquées lors du lasage ne se situent plus dans la fenêtre permettant une construction stable. Vérifier l'abattement de l'intensité lumineuse sur l'étalon au cours de la fabrication pourrait permettre de quantifier l'encrassement des optiques et donc d'ajuster la puissance laser apportée. Cette étape pourrait avoir lieu de manière automatisée durant le temps de mise en couche pendant lequel le laser n'est pas sollicité. Une telle mise en œuvre de l'étalon nécessite des opérations de modifications sur la machine et ne constitue

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

clairement pas une tâche du projet FALAFEL. Toutefois, il est possible que des systèmes analogues puissent, à terme, équiper les futures machines SLM dotées d'un *monitoring* ou d'un contrôle procédé.

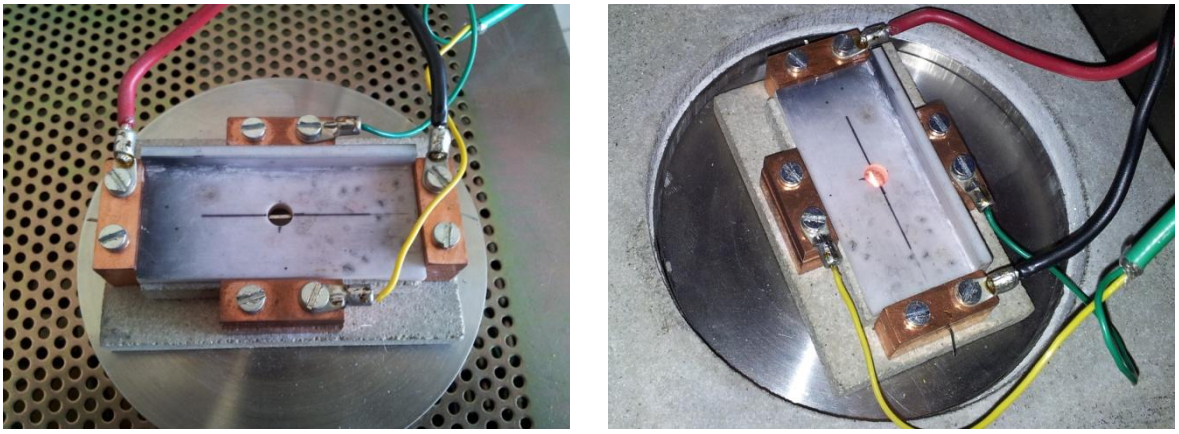


Figure VI-4 : Étalon platine utilisé pour l'étalonnage de la caméra thermique

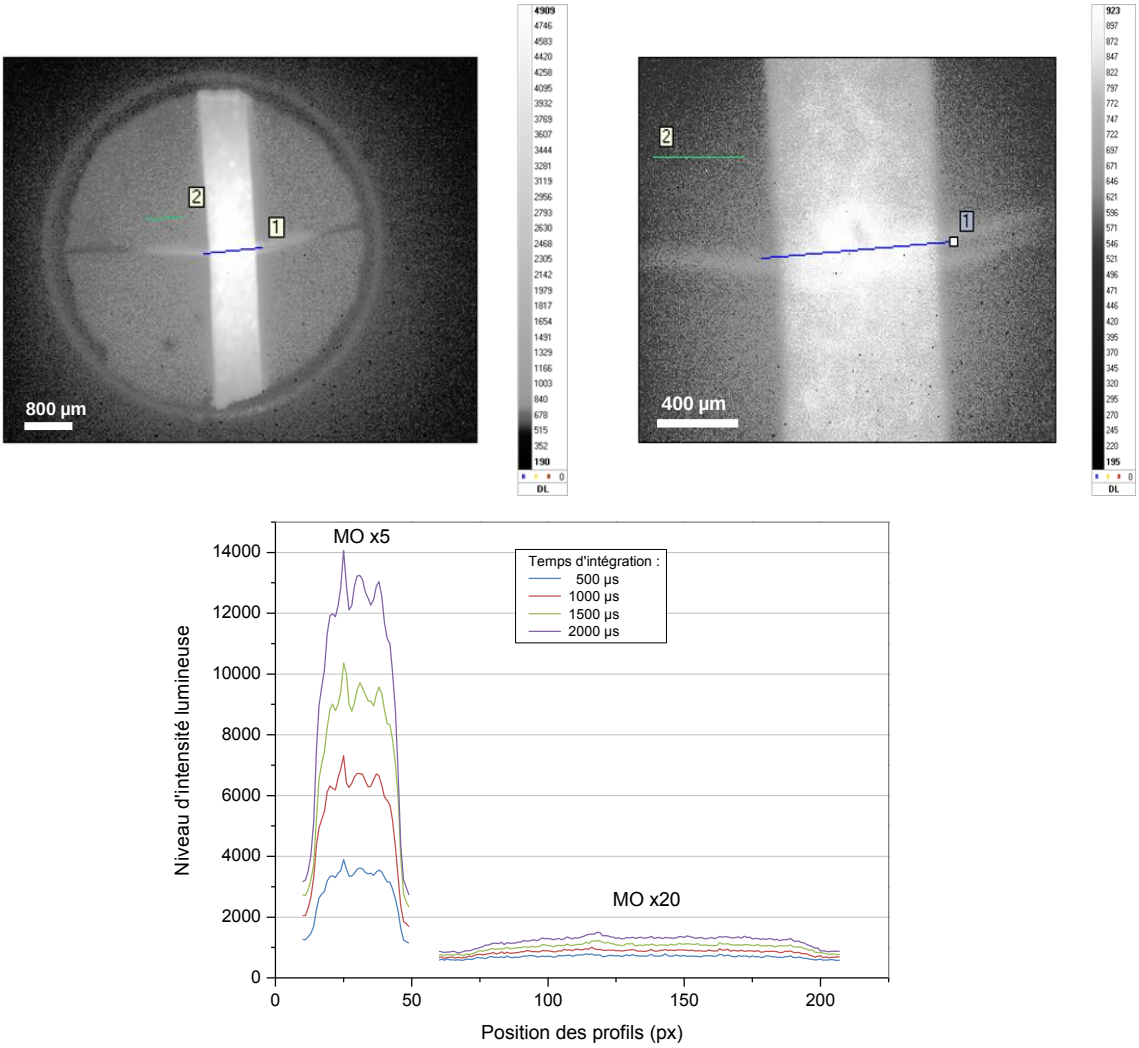


Figure VI-5 : Étalon de platine porté à 1300°C observé en *full frame* à *TI* = 1000 µs, sur la plage de longueur d'onde 1350–1450 nm avec un MO x5 (à gauche) et un MO x20 (à droite), et niveaux d'intensité lumineuse observés à cette température selon le profil n°1 pour différents temps d'intégration caméra

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

L'étalonnage se fait donc pour un chemin optique donné et différents temps d'intégration donnés. Compte tenu du fait que les câbles de l'étalon platine gênent la fermeture de l'enceinte de fabrication, il n'a pas été possible d'étalonner la machine dans les conditions exactes du lasage (enceinte de fabrication close et en surpression d'argon). Toutefois, bien que l'étalonnage se soit fait sous air, le hublot de l'enceinte a été démonté et positionné à l'emplacement qu'il aurait eu si l'enceinte était fermée. Ainsi, la seule différence sur le chemin optique entre l'étalonnage et les observations au cours du lasage est la présence d'air au lieu d'argon entre le hublot et la surface du bac de fabrication. Cette différence est considérée comme négligeable sur la qualité de la visualisation, d'autant plus que le platine est un matériau noble, difficilement oxydable en température. Le ruban de platine est donc monté en température et observé à différents temps d'intégration et sur différentes plages de longueur d'onde (cf. Figure VI-6). La plage de température utilisée va de 600 à 1300°C (soit 600 à 1300°$C_{eq\ Pt}$ puisqu'on travaille sur le platine). Afin de préserver l'étalon, il a été décidé de ne pas le monter trop haut en température, compte tenu de la finesse des soudures du thermocouple.

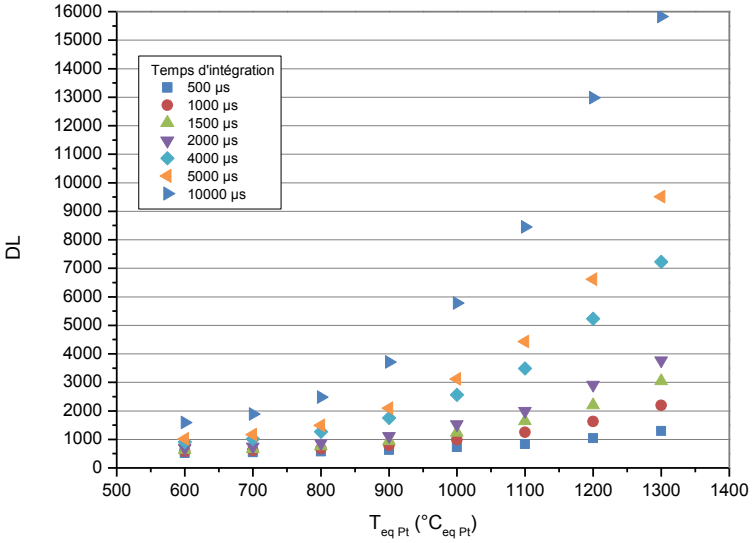


Figure VI-6 : Niveau d'intensité lumineuse en fonction de la température équivalente de platine sur la plage 1350–1450 nm

Ces points expérimentaux suivent une loi de Planck dépendante du temps d'intégration. On peut donc alors définir une combinaison des équations Eq VI-2 et Eq VI-5 pour obtenir l'équation Eq VI-6 :

$$\boldsymbol{DL = F(TI) \times \frac{2\pi \cdot h \cdot c^2}{\lambda^5} \times \frac{1}{e^{\frac{h \cdot c}{\lambda \cdot k \cdot (T_{eq\ Pt}+273)}} - 1} + Seuil(TI)} \qquad \textbf{Eq VI-6}$$

où *F(TI)* et *Seuil(TI)* sont des fonctions dépendantes du temps d'intégration de la caméra. La "participation" de l'émissivité du platine est prise en compte dans ces fonctions, ainsi, l'ajustement selon la relation de l'Eq VI-6 permet d'obtenir le niveau d'intensité lumineuse en fonction de la température équivalente platine. En choisissant λ comme la moyenne de la plage de longueur d'onde considérée, et en ne tenant pas compte des températures pour lesquelles l'intensité lumineuse est saturée, il est possible d'ajuster les courbes de niveau d'intensité lumineuse sur une plage de longueur d'onde donnée, pour un temps d'intégration donné (cf. Figure VI-7). La qualité de l'ajustement des points expérimentaux par la relation définie par l'Eq VI-6 diverge pour les fortes valeurs du temps d'intégration ($TI \geq 5000$ µs). Comme le procédé SLM est rapide, l'observation des phénomènes

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

intervenant au niveau du bain doit se faire à une vitesse conséquente, or les longs temps d'intégration limitent la fréquence d'acquisition. Aussi, les acquisitions thermiques s'effectueront à plus faibles temps d'intégration pour lesquels le *fit* est correct.

La fonction *Seuil(TI)* correspond au bruit de fond du capteur de la caméra. En analysant ce bruit de fond à température ambiante pour différents temps d'intégration, il est apparu que l'on pouvait considérer cette fonction comme linéaire. Ainsi :

$$\boldsymbol{Seuil(TI) = Seuil_1 \times TI + Seuil_2} \qquad \textbf{Eq VI-7}$$

En traçant les valeurs de la fonction *F*(*TI*), considérée comme constante à la suite du *fit* par la loi de Planck (car ce dernier se fait à *TI* constant), en fonction du temps d'intégration, on peut effectuer la régression linéaire suivante (cf. Figure VI-8) :

$$\boldsymbol{F(TI) = F_1 \times TI + F_2} \qquad \textbf{Eq VI-8}$$

Cette régression linéaire n'a été considérée que pour les temps d'intégration inférieurs ou égaux à 2000 µs, du fait de la divergence du modèle pour les fortes valeurs de *TI* comme précisé plus haut.

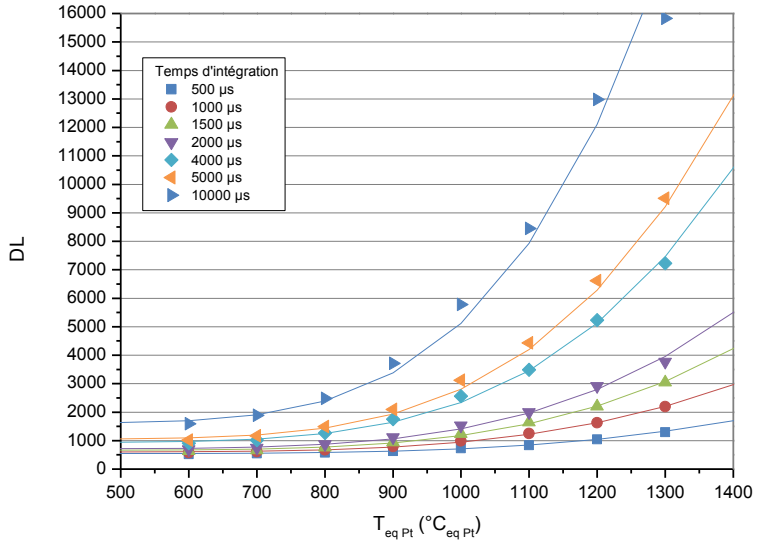


Figure VI-7 : *Fit* des courbes d'étalonnage par la loi de Planck sur la plage de longueur d'onde 1350–1450 nm pour différentes valeurs de *TI*

La combinaison des équations Eq VI-6, Eq VI-7 et Eq VI-8 amène à l'expression suivante :

$$\boldsymbol{DL = (F_1 \times TI + F_2) \times \frac{2\pi \cdot h \cdot c^2}{\lambda^5} \times \frac{1}{e^{\frac{h \cdot c}{\lambda \cdot k \cdot (T_{eq\,Pt}+273)}} - 1} + Seuil_1 \times TI + Seuil_2} \qquad \textbf{Eq VI-9}$$

avec F_1 et F_2 des constantes dépendant de la plage de longueur d'onde considérée. Ainsi sur la plage 1350–1450 nm (soit λ = 1400 nm pour l'ajustement), on obtient l'équation ci-dessous :

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

$$DL = (1,312 \cdot 10^{-11} \times TI - 5,634 \cdot 10^{-10}) \times \frac{2\pi \cdot h \cdot c^2}{\lambda^5} \times \frac{1}{e^{\frac{h \cdot c}{\lambda \cdot k \cdot (T_{eq\ Pt}+273)}} - 1} + 0,113 \times TI + 489,926 \qquad \textbf{Eq VI-10}$$

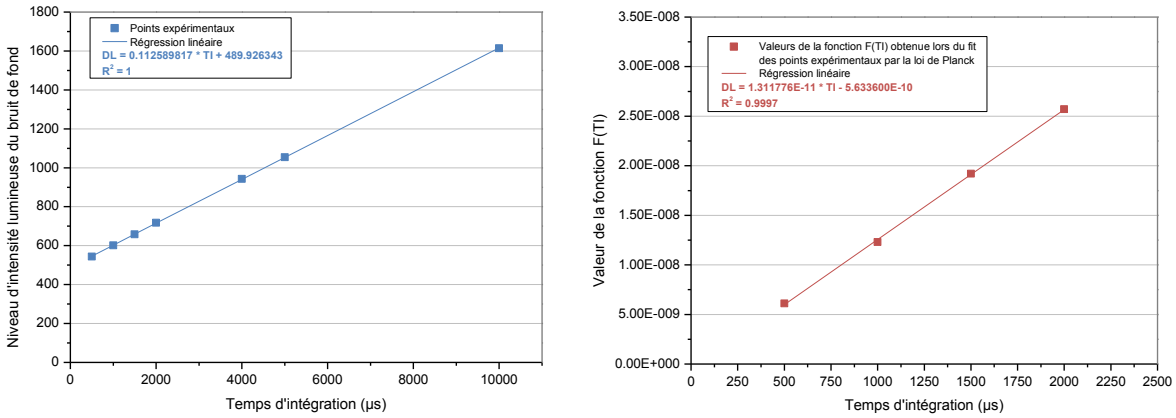


Figure VI-8 : Niveau d'intensité lumineuse du bruit de fond en fonction de *TI* (à gauche) et régression linéaire de la fonction *F*(*TI*) supposée constante pour un *TI* donné inférieur à 2000 µs sur la plage de longueur d'onde 1350–1450 nm (à droite)

Ceci étant, l'Eq VI-11 permet de remonter à la valeur de la température équivalente platine d'un niveau d'intensité lumineuse (*DL*) en fonction du temps d'intégration caméra pour une plage de longueur d'onde donnée (cf. Figure VI-9).

$$T_{eq\ Pt} = \frac{h \cdot c}{\lambda \cdot k \times ln\left(\frac{2\pi \cdot h \cdot c^2 \times (1,311776 \cdot 10^{-11} \times TI - 5,633600 \cdot 10^{-10})}{\lambda^5 \times (DL - 0,112589817 \times TI - 489,926343)} + 1\right)} - 273 \qquad \textbf{Eq VI-11}$$

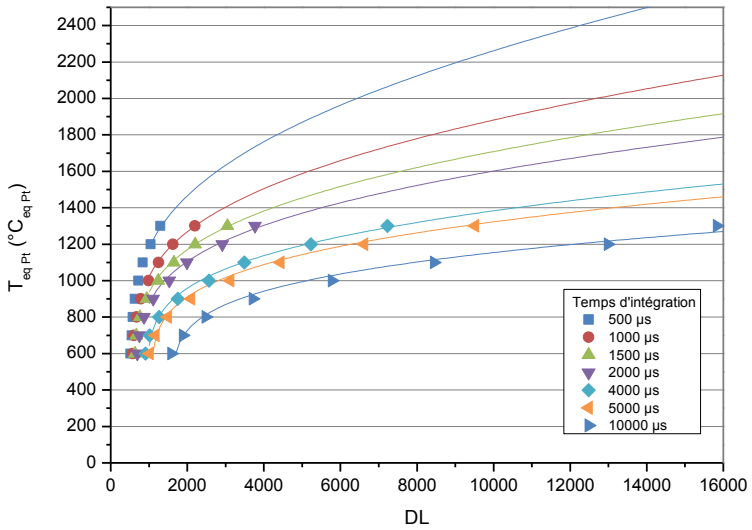


Figure VI-9 : Courbes d'étalonnage $T_{eq\ Pt}$–*DL* de la caméra thermique pour différentes valeurs de *TI* sur la plage de longueur d'onde 1350–1450 nm

S'il parait logique que le niveau d'intensité lumineuse diminue avec le temps d'intégration caméra, les essais expérimentaux ont montré qu'elle diminuait aussi avec la plage de longueur d'onde

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

sélectionnée (cf. Figure VI-11). La plage de longueur d'onde 1350–1450 nm a été retenue par la suite car c'est celle qui présentait la meilleure dynamique de mesure. D'autre part, les optiques de la machine PM100 sont chromatiques et dimensionnées pour la longueur d'onde de 1064 nm. Une plage trop grande de longueur d'onde entraînerait des aberrations chromatiques résultant en des taches aux contours difficiles à distinguer. La longueur d'onde du maximum d'émission du corps noir λ_{max} à une température T donnée est régie par la formule de Wien donnée dans l'Eq VI-12 (Pajani, 2013). La longueur d'onde 1,4 µm correspond au maximum d'intensité du corps noir porté à une température de près de 1800°C (cf. Figure VI-10), ce qui correspond aux températures censées être visualisées.

$$\boldsymbol{T \cdot \lambda_{max} = 2897,8\ \mu\mathrm{m.K}} \qquad \textbf{Eq VI-12}$$

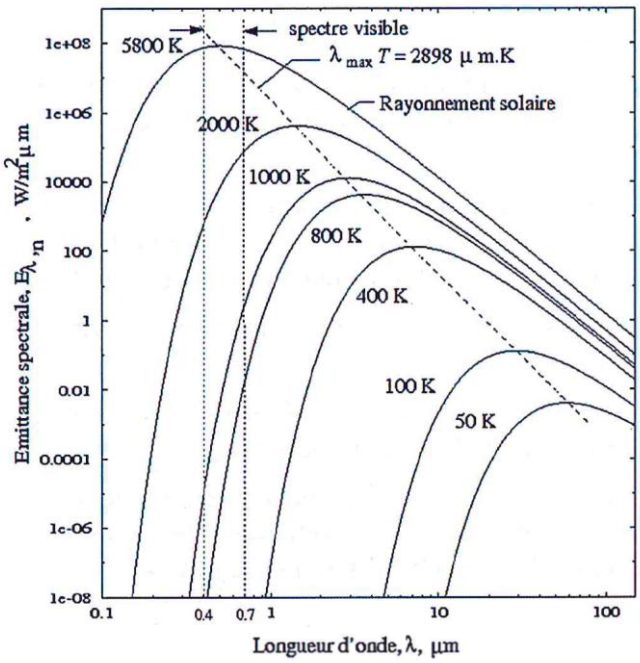


Figure VI-10 : Distribution de Planck (Ridha, 2008)

Par la suite, le temps d'intégration utilisé pour l'acquisition des vidéos a été choisi à 1000 µs car il permet d'acquérir des images suffisamment lumineuses en offrant une fréquence réelle d'acquisition convenable de $f = 950$ Hz. Comme il a été mentionné plus haut, l'utilisation d'optiques adaptées aux plages de longueur d'onde considérées pour l'observation (surtout en ce qui concerne la lame semi-réfléchissante) devrait permettre d'obtenir des images plus lumineuses tout en s'affranchissant des défauts de diffraction apparaissant lorsque le laser se trouve loin de l'axe optique. Ainsi, il serait possible de travailler à des temps d'intégration nettement plus faibles, donc à des fréquences nettement plus élevées.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

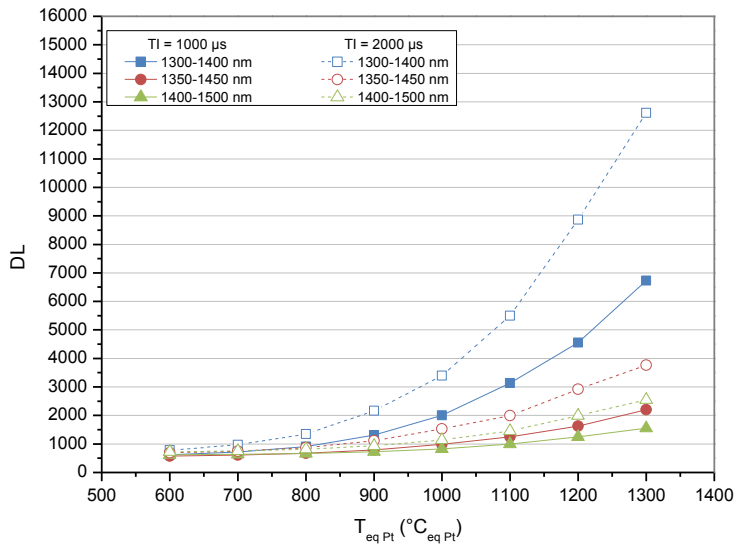


Figure VI-11 : Évolution des courbes d'étalonnage $T_{eq\ Pt}$–*DL* pour différentes plages de longueur d'onde de 100 nm de large à différentes valeurs de *TI*

Outre son utilité principale qui consiste à calibrer la caméra en température équivalente platine, le ruban chauffé sert également à la calibrer en dimension en permettant une correspondance pixel–micron. La plupart des systèmes conventionnels utilisent des mires présentant des corps noirs de formes géométriques dont les dimensions sont connues. Dans notre cas, la zone à visualiser ne mesure que quelques millimètres de large et est observée à une distance de plus d'un mètre. Cependant, les dimensions d'un corps noir rayonnant à 1400 nm sont généralement assez conséquentes. La calibration de la caméra en tenant compte du chemin optique complet nécessiterait de démonter l'axe optique (séparateur de faisceau, tête scanner, lentille F-Thêta, hublot) car ledit corps noir ne pourrait pas se placer dans l'enceinte de fabrication de la machine. Toutefois, en connaissant la largeur réelle du fil de platine (800 µm) et sa largeur sur l'image (35 px avec un MO x5), on peut remonter à une équivalence pixel-micron (dans notre cas environ 23 µm/px) sans avoir besoin de passer par une telle installation.

VI.1.2 Traitement Matlab

Si l'étalon en ruban de platine permet de calibrer la caméra en température équivalente platine et en dimension, il est nécessaire de traiter les images brutes acquises afin d'avoir un meilleur aperçu de ce qui se passe au niveau du bain et de son environnement. Un algorithme de traitement d'images a donc été développé sous Matlab afin de pouvoir traiter de manière automatique les films thermiques. Ce traitement a lieu *a posteriori* des acquisitions thermiques, ce qui ne correspond pas à la mise en place d'un *monitoring* en ligne du procédé. L'intégration du programme afin qu'il analyse la fabrication en direct ne relevait pas des tâches allouées au Centre des Matériaux dans le projet FALAFEL, mais à la société TPSH spécialisée dans ce domaine. Précisons que le projet vise à développer une solution de *monitoring*/contrôle procédé, notamment en passant par la fabrication d'une caméra et d'une chaîne de traitement adaptée. Toutefois, les développements présentés dans ce chapitre ont été menés sur une caméra thermique commerciale achetée par le Centre des Matériaux afin de ne plus être tributaire de la caméra TPSH qui souffrait de retards dans l'approvisionnement des composants et dans le développement. Ainsi, il a été possible d'être indépendant quant aux acquisitions thermiques. Toutefois, le traitement Matlab développé sera facilement adaptable à tout système de *monitoring* en ligne car il ne nécessite pas d'avoir connaissance de toutes les images pour lancer les calculs. Il serait alors possible de le lancer pendant l'acquisition du film. Seule une légère adaptation logicielle sera de mise car les programmes utilisés sont ouverts, adaptables et travaillent actuellement en tant que post-

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

traitement. Précisons enfin que les programmes Matlab ont été plusieurs fois retravaillés et ne sont pas optimisés en ce qui concerne l'utilisation des ressources et du temps de calcul, d'où la nécessité d'une adaptation afin de les intégrer à un système de *monitoring*. Différentes solutions techniques ont été envisagées avec TPSH concernant le programme final intégré à la caméra. Ces solutions s'orienteraient plus vers un stockage des valeurs calculées à partir de l'image thermique sans toutefois conserver ladite image afin de gagner en ressource de stockage informatique et vitesse de transfert des données. Ces solutions ne seront pas abordées plus en détail dans ce manuscrit.

Comme déjà souligné plus haut, le programme Matlab fonctionne en post-traitement. Le format brut d'acquisition d'Altair (logiciel de la caméra thermique) consiste en des fichiers .ptw comprenant les films thermiques. Ce logiciel permet également d'effectuer quelques opérations de base sur les films, mais comme l'objectif du projet FALAFEL consiste à développer sa propre solution, il a été décidé de ne pas utiliser ces fonctionnalités et de repartir des images brutes d'acquisition ce qui permet une relative universalité du traitement par rapport à la caméra utilisée. À cette fin, le film a été enregistré en un unique fichier .asc contenant chacune des *frames* (images) du film .ptw traité au format ASCII. Chaque fichier .asc contient donc une série de matrices en niveaux d'intensité lumineuse qui correspond à l'image brute filmée par la caméra.

Un premier programme Matlab a été écrit pour pouvoir découper le fichier général .asc contenant toutes les *frames* du film considéré en autant de fichiers que d'images. Ainsi, la suite du traitement Matlab peut s'effectuer sur chaque image indépendamment des autres, ce qui est donc compatible avec son adaptation en *live* sur le procédé. Ce programme préliminaire impose ensuite une valeur nulle à chacun des pixels dont le niveau d'intensité lumineuse est inférieur à un seuil paramétrable choisi comme étant le bruit de fond caméra ($DL < 603$ dans nos conditions d'acquisition à $TI = 1000$ µs, cf. Figure VI-8) et enregistre ainsi une image seuillée par *frame* du film. Il applique ensuite à chacune de ces images l'Eq VI-11 pour la convertir en température équivalente platine.

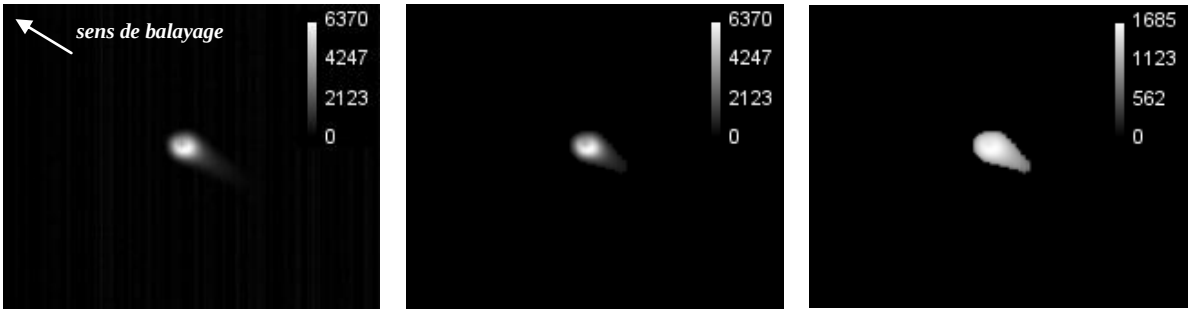


Figure VI-12 : Traitement effectué par le programme Matlab préliminaire : image brute en DL du lasage d'un lit de poudre (à gauche), image seuillée en DL (au centre) et image en température équivalente platine (à droite)

Un second programme Matlab, vient ensuite réaliser le traitement d'images à proprement parler. Afin d'économiser les ressources et le temps de calcul, le traitement n'est réalisé que sur les images présentant une tache lumineuse (correspondant à un rayonnement infrarouge). En effet, comme on l'a abordé plus haut (cf. section VI.1.1.1), le mode *trigger* permet d'économiser des ressources informatiques en ce qui concerne la caméra. Cependant, du fait d'une légère désynchronisation avec le laser, il est possible d'acquérir des images complètement sombres malgré l'utilisation du *trigger*. Si l'intensité maximale de l'image est inférieure au bruit de fond caméra, tous les pixels de la *frame* auront une valeur de DL et de $T_{eq\,Pt}$ nulle après le traitement préliminaire et ne présenteront de ce fait aucune information à traiter. Il est alors possible d'économiser à nouveau quelques ressources en ne traitant pas les images trop peu lumineuses. Concrètement, le programme ne traite pas les images sombres dont l'aire de la tache après seuillage à 800°$C_{eq\,Pt}$ est inférieure à une dizaine de pixels. Le

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

manque de résolution pour le calcul des gradients serait alors trop important si tant est qu'ils puissent être déterminés par la méthode explicitée ci-dessous. Précisons d'ailleurs que les images assombries affichent de fausses valeurs de température équivalente platine du fait des faibles niveaux d'intensité lumineuse acquis.

Le programme de traitement va, pour chaque *frame* n'étant retenue, effectuer différentes opérations et sortir diverses valeurs. Dans un premier temps, une correction des pixels morts va être effectuée sur l'image. En effet, le NUC ne fait qu'harmoniser la réponse des pixels du capteur de la caméra en modifiant la fonction de transfert de chacun pour qu'elle satisfasse à la même Eq VI-5. Si un pixel ne répond plus, son signal sera toujours nul malgré le changement de sa fonction de transfert. En renseignant les positions des pixels morts sur l'image au programme avant de le lancer, celui-ci remplacera leur valeur par la moyenne arithmétique des valeurs des 8 pixels les encadrant.

Le contour de la tache lumineuse observée, correspondant à la partie chaude de la fabrication (bain liquide et cordon solidifié en cours de refroidissement ayant été affecté thermiquement) est déterminé, de même que la position du pixel le plus chaud dans l'image (*i.e.* le pixel d'intensité lumineuse la plus élevée). C'est également à partir de ce pixel que seront déterminés les gradients thermiques comme nous le verrons plus bas. Comme la caméra est centrée sur la position du laser, on aurait pu définir une position absolue à partir de laquelle les gradients seraient déterminés afin de diminuer le temps de calcul. Cependant, refaire la détermination de ce point chaud à chaque image permet de ne pas introduire d'erreur dues au déplacement de la tache lorsque la position du laser s'éloigne de l'axe optique (du fait des optiques inadaptées aux longueurs d'onde de visualisation). On s'aperçoit sur la Figure VI-13 que le barycentre (ou centroïde) de la tache ne correspond pas à la position du point chaud. Par la suite, le calcul des gradients présentés à la Figure VI-14 et dans l'Eq VI-13 sera fait en fonction de la position du point chaud. La détection de l'emplacement du point chaud peut néanmoins être amenée à évoluer par la suite pour le développement de la solution de *monitoring*. On pourrait envisager de seuiller l'image à une certaine valeur (par exemple 95 % de la température équivalente platine maximum) et de considérer que le point chaud correspond au barycentre de la tache alors seuillée. Le programme Matlab dénombre également le nombre de taches lumineuses qu'il arrive à détecter ; une aire minimum de 10 pixels étant nécessaire à la détection d'une tache. Notons que dans le cas où plusieurs taches lumineuses sont détectées, comme lors de l'apparition du phénomène de projection ou de *balling* qui seront détaillés dans la section VI.2.3, le traitement ne s'effectuera que sur la tache présentant la plus grande aire (qui est celle où se trouve le maximum de température). Cela permet également de diminuer les ressources et le temps de calcul nécessaire pour traiter l'image.

La tache retenue sur la *frame* est ensuite seuillée à une température équivalente platine T_1 définissable préalablement au traitement. Le contour de la tache alors obtenue peut alors être considéré comme une isotherme à la température T_1 (800°$C_{eq\ Pt}$ dans notre cas). Les axes d'inertie de la tache sont alors déterminés. Cette étape consiste à assimiler la tache à une ellipse et à déterminer ses petit et grand axes. Ainsi, il est possible de connaître l'orientation de la tache, c'est-à-dire la direction du lasage dans le cas d'une trajectoire rectiligne. Des nuances seront apportées à ce point dans la section VI.5. La tache est ensuite seuillée à une valeur T_2 inférieure à la température maximum de l'image (1400°$C_{eq\ Pt}$ ici). La détection des axes d'inertie ne se fait pas à fort seuil de température car la traînée lumineuse n'est généralement plus visible à ces températures et la tache est circulaire (ou patatoïdale au mieux). La détection des axes d'inertie sur une telle tache entraînerait des orientations ne correspondant absolument pas au sens de balayage du laser.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Les axes présentés en rouge sur la Figure VI-13 correspondent aux axes d'inertie de la tache seuillée à T_1 tracés à partir du point chaud, et ceux en bleu aux mêmes axes, mais tracés à partir du centroïde de la tache au seuil considéré (T_1 ou T_2).

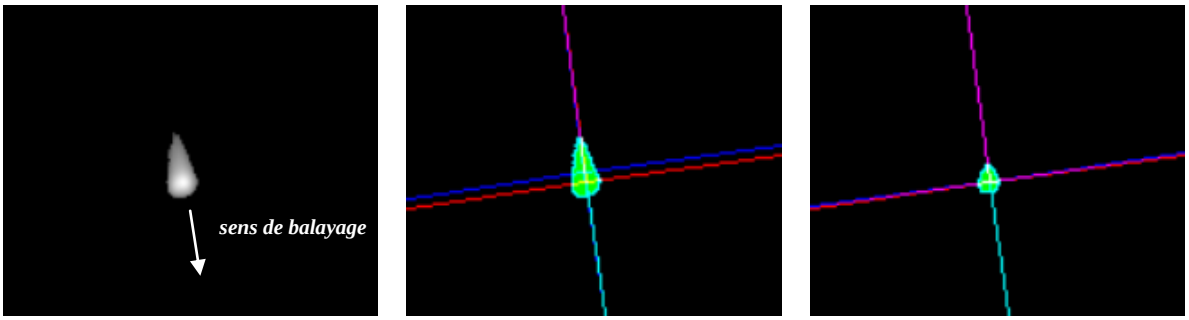


Figure VI-13 : Traitement du programme Matlab : image initiale en température équivalente platine (à gauche), image seuillée à T_1 = 800°C$_{eq\ Pt}$ avec les axes d'inertie (au centre) et image seuillée à T_2 = 1400°C$_{eq\ Pt}$ avec les axes d'inertie détectés à T_1 (à droite)

Le programme Matlab peut ensuite calculer les distances $d_{i,Tj}$ séparant le point chaud du contour de la tache seuillée à la température équivalente platine T_j selon la direction i où i est un entier compris entre 1 et 4 (cf. Figure VI-14). La direction 1 correspond à l'amont du bain (ou avant), c'est-à-dire la partie frontale en contact avec de la poudre non fondue. Cette direction 1 correspond à la direction et au sens de balayage du laser dans le cas d'un lasage rectiligne. La direction 2 correspond à l'aval (ou arrière) du bain, c'est-à-dire que dans cette direction la matière est déjà solidifiée ou est en cours de solidification puis de refroidissement. La direction 3 correspond à la gauche du bain si l'on se place dans le sens du lasage. La direction 4 correspond donc logiquement à la droite du bain.

Sur la Figure VI-13, un demi-axe de couleur blanche partant du point chaud indique l'avant de la tache par rapport à la direction de balayage. L'avant de la tache est détecté comme étant la direction présentant la plus petite distance entre le point chaud et le contour de la tache selon l'axe principal d'inertie. La traînée lumineuse amène forcément à des distances plus grandes, ce qui permet de différencier l'arrière de l'avant du bain, c'est-à-dire les directions 1 et 2 (desquelles découlent les directions 3 et 4). Si les axes apparaissent de couleur fuchsia, c'est qu'ils résultent de la superposition des axes bleu et rouge, si l'axe avant apparait de couleur cyan, c'est qu'il est la superposition de l'axe blanc (partant du point chaud) et de l'axe bleu (partant du centroïde de la tache).

Il est alors possible de calculer les gradients Gi (avec i compris entre 1 et 4) d'après la formule ci-dessous :

$$\boldsymbol{Gi = \frac{T_2 - T_1}{d_{i,T_1} - d_{i,T_2}} = \frac{T_2 - T_1}{d_i}} \qquad \textbf{Eq VI-13}$$

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

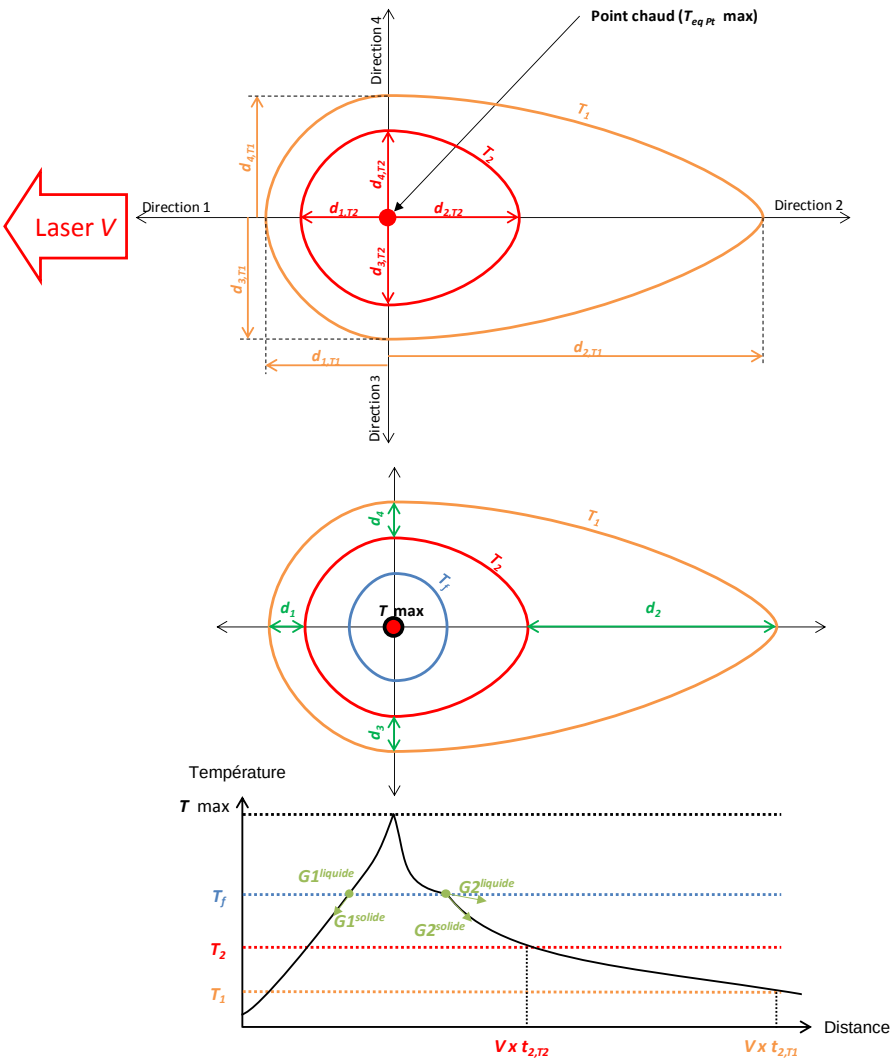


Figure VI-14 : Principe du calcul des gradients thermiques dans la matière solide sur une image thermique seuillée aux températures équivalentes de platine T_1 et T_2

Notons que tous les gradients sont calculés à l'aide de la même formule dont le résultat sera toujours positif. Sur le plan purement physique, l'amont du bain correspond à une zone d'échauffement de la matière tandis que l'aval correspond à une zone en train de refroidir. Les valeurs du gradient *G2* devraient alors être négatives pour coller à la réalité physique du phénomène. Le signe des valeurs n'ayant pas été changé par la suite, il conviendra de considérer *G2* comme la valeur absolue du gradient thermique à l'arrière du bain.

Compte tenu de la résolution spatiale de la caméra, les distances d_1, d_2, d_3 et d_4 ne sont que de quelques pixels. De ce fait leur précision est assez faible car un pixel de plus ou de moins entraînera une très forte variation du gradient thermique correspondant (cf. Figure VI-15). De plus, l'amont du bain est un milieu extrêmement perturbé du fait de la fusion de la poudre et des micro-explosions du bain à la suite de la forte montée en pression du gaz contenu en son sein. Notons également que le point chaud a tendance, dans le cas du lasage d'un monocordon, à être situé au milieu de la largeur de la tache, ce qui donne des gradients *G3* et *G4* très souvent égaux. Ces gradients sont du même ordre de grandeur que *G1*. Le gradient *G2*, quant à lui, est mesuré sur des distances plus grandes. Il correspond au refroidissement de la matière, ce qui est un indicateur de la santé métallurgique du matériau. Il pourrait à l'avenir constituer un des critères pour rendre compte de la fissuration à froid. En effet, si

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

entre T_2 et T_1, la courbe de refroidissement est linéaire et qu'un point selon la direction 2 est à la température T_i à l'instant $t_{2,Ti}$, on peut écrire que :

$$G2 = \frac{T_2 - T_1}{V \times (t_{2,T_1} - t_{2,T_2})} \approx \frac{V_r}{V} \qquad \text{(Eq VI-14 a)}$$

$$\dot{T}_r = V_r = G2 \cdot V \qquad \text{(Eq VI-14 b)}$$

Eq VI-14

où $V_r = \dot{T}_r$ est la vitesse de refroidissement de la matière entre T_2 et T_1.

De ces quatre gradients thermiques, c'est très certainement le gradient G2 qui sera le plus pertinent pour rendre compte de la stabilité du procédé. Dans le cas d'une image prise au début du lasage d'un cordon durant le régime transitoire (cf. section VI.1.1.1), la forme en comète n'est pas visible. De ce fait, le gradient *G2* est mesuré sur une distance bien plus courte, ce qui implique une valeur généralement plus forte sur la toute première image des films. Notons que si la température de luminance maximum de l'image est inférieure à la valeur T_2 choisie, aucun gradient ne sera calculé. C'est notamment le cas pour une image sombre du fait d'une désynchronisation du *trigger* et de l'acquisition ou du fait de l'occultation par les fumées de la lumière émise par le bain (cf. section VI.6.4).

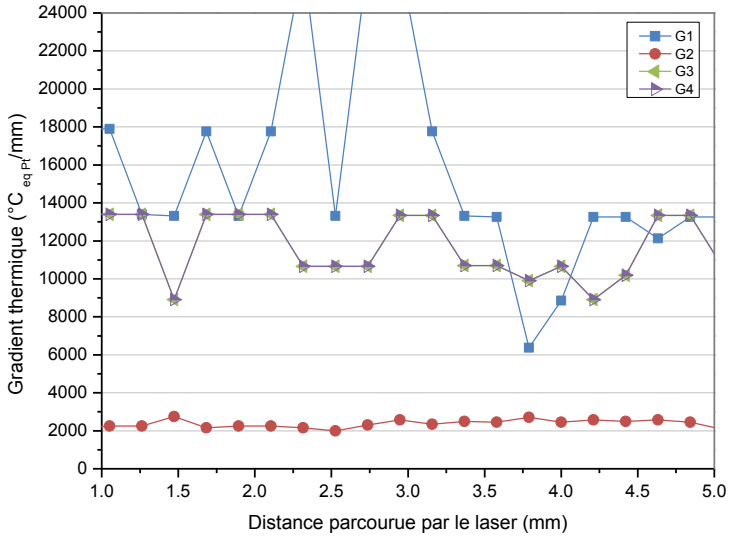


Figure VI-15 : Variation des gradients thermiques dans le cas d'une construction stable en régime permanent ou stationnaire

VI.2 Essais préliminaires sur monocordons à hauteur de couche fixée

La mise en place d'une méthode de visualisation coaxiale du bain dans la machine Phénix PM100 du Centre des Matériaux ainsi que le développement du programme Matlab de traitement de l'image thermique du bain a permis de lancer une étude paramétrique du procédé couplée à la visualisation thermique du bain lors du lasage. Comme le cordon est l'élément de base constituant une couche, elle-même étant un motif élémentaire d'une pièce, l'étude paramétrique sur monocordon est qualifiée d'étude en une dimension (1D) ; par la suite, on parlera également d'EP1D (étude paramétrique à une dimension). Cette étude a consisté à faire varier la puissance laser (*P*), la vitesse de balayage (*V*) et la hauteur de couche de poudre (ΔZ_{poudre}) pour le lasage de monocordons.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Contrairement à une machine comme la Trumpf LF 250, la machine PM100 de Phénix Systems ne dispose pas d'un système lui permettant de modifier le diamètre du faisceau laser (Φ_l) en cours de fabrication. Le profil de la densité de puissance est de forme gaussienne et, dans la configuration actuelle, la valeur de Φ_l est de 70 µm et a été maintenue constante tout au long de l'étude. On peut d'ailleurs constater sur la Figure VI-16 après une mesure par un analyseur de faisceau, qu'une défocalisation du laser sur quelques millimètres n'entraîne qu'une faible variation du diamètre du spot. Afin de simplifier la notation des paramétries utilisées, on utilisera la notation P175V1750ΔZ50 pour parler d'une fabrication réalisée à une puissance laser de 175 W sur une hauteur de couche de ΔZ_{poudre} = 50 µm et avec une vitesse de balayage du laser de 1750 mm/s.

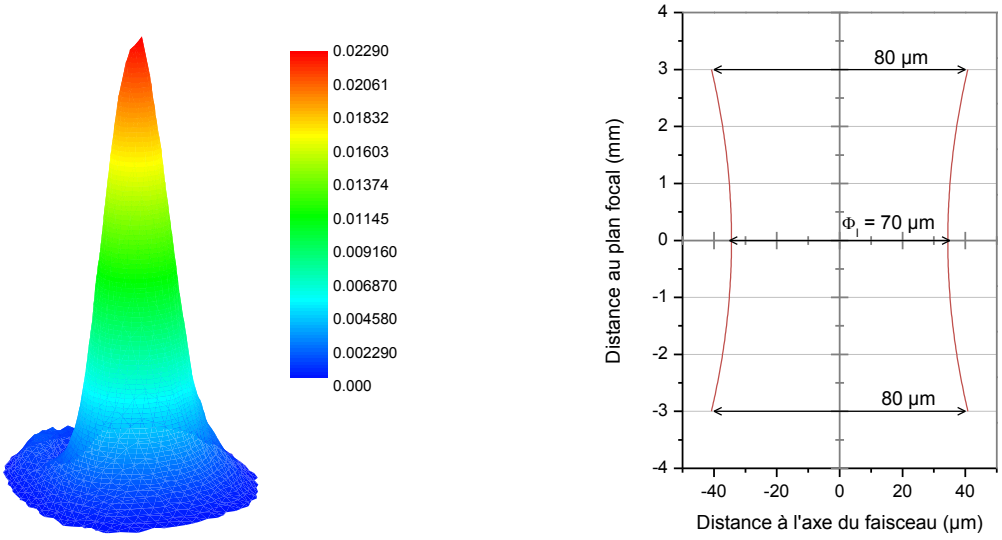


Figure VI-16 : Profil gaussien et enveloppe du faisceau laser

VI.2.1 Présentation des essais

Les fabrications de l'EP1D (ainsi que pour toutes les fabrications de ce chapitre), ont été réalisées sur la machine Phénix PM100 à partir de poudre de Nimonic 263 élutriée au LERMPS présentant un d_{90} à 20 µm (cf. Tableau III-5) dont les caractéristiques ont été étudiées au Chapitre III.

Comme il a été dit précédemment, les fabrications de l'EP1D ont consisté en des monocordons (non juxtaposés). Il est connu dans la fabrication additive par SLM que les premières couches, à proximité du substrat (plateau de fabrication), présentent un régime thermique différent des autres du fait du pompage thermique de ce dernier (Vilaro, 2011). De plus, comme il a été dit au Chapitre V, la hauteur de la première couche est souvent mal maîtrisée du fait de l'imprécision de la position du zéro du substrat et de sa non horizontalité ou du non parallélisme de ses deux faces. Cependant, au bout d'une dizaine de couches lasées, la consolidation de la poudre a permis d'effectuer une remise à niveau de la surface lasée (correspondant au substrat pour les couches suivantes). Un régime thermique permanent ou stationnaire s'est alors établi.

Les essais préliminaires n'ont pas eu lieu sur un substrat cylindrique de 100 mm de diamètre, mais sur un support circulaire d'une cinquantaine de couches en épaisseur sur lequel ont été lasés les monocordons de l'EP1D. La dernière couche du support a été lasée deux fois d'affilée sans réétalement de poudre (*i.e.* elle a subit une refusion) afin d'offrir un bon état de surface théorique. La paramétrie utilisée pour ces supports est de P175V1750ΔZ50 car des premiers tests ont montré qu'elle permettait d'obtenir des pièces de géométrie propre sur plusieurs centaines de couches malgré des contre-dépouilles importantes (cf. Figure VI-17).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Toutefois, un problème matériel a entraîné des défauts de fabrication durant ces études préliminaires. Le système d'aspiration des fumées de l'enceinte de fabrication, suite à une maintenance de Phénix Systems, a été mal remonté et le filtre d'aspiration des suies (défauts générés consécutivement à l'évaporation de matière lors de la fusion) n'a pas fonctionné correctement durant toute l'étude préliminaire. Cela a entrainé la réinjection des suies dans la chambre de fabrication. Si les suies se déposent sur le support au cours du lasage, cela entraîne un défaut (surépaisseur) qui sera accentué à chacune des couches. Ceci se traduit au mieux par une mauvaise rugosité du support qui ne peut pas être récupérée malgré un relasage des couches, et au pire par un blocage du système de mise en couche (rouleau en WC-Co) pendant le lasage du support. Ce problème n'a été suspecté que lorsque le système d'aspiration des fumées a été mis hors service suite à une surchauffe ayant littéralement fondu des composants électroniques. La machine a été mise hors service plusieurs mois suite à ce problème, notamment à cause de délais de livraison importants de Phénix Systems.

Les constructions de ces essais préliminaires sur EP1D ont donc été menées sur des supports non parfaitement plans et rugueux. Cela a entrainé des manques d'adhérence ou des instabilités sur certaines portions de monocordons lasés avec des paramétries pourtant connues comme étant stables, notamment pour des lasages dont l'énergie linéique E_l (cf. Eq VI-15) est faible (cf Figure VI-18). Notons que dans notre cas, vu que le diamètre du spot laser est constant, l'énergie surfacique E_s définie par l'Eq VI-16 est équivalente à l'énergie linéique à un coefficient près (ce coefficient valant environ 18,189 mm^{-1}). De même, le temps d'interaction t_{int} (cf. Eq VI-17) ne dépend que de la valeur de V. Ces défauts sur monocordons sont dus soit à un mauvais étalement du lit de poudre à cause de la rugosité du support (manque de poudre), soit à une épaisseur de couche localement trop importante (du fait de l'irrégularité de la couche précédente) pour que le cordon soit stable sur toute sa longueur. La connaissance précise de la hauteur de couche de poudre peut être déduite de la hauteur de couche programmée et de la hauteur apparente du cordon lasé à la couche précédente comme décrit dans le Chapitre V (cf. Eq V-8). Il reste toutefois difficile de déterminer avec précision la hauteur à laser dans le cadre de ces essais préliminaires du fait de l'irrégularité des supports. Une solution sera apportée dans le cadre de la "manip coin" qui sera détaillée dans la section VI.4.

$$\boldsymbol{E_l = \frac{P}{V}} \qquad \textbf{Eq VI-15}$$

$$\boldsymbol{E_s = \frac{4 \cdot P}{\pi \cdot \Phi_l \cdot V}} \qquad \textbf{Eq VI-16}$$

$$\boldsymbol{t_{int} = \frac{\Phi_l}{V}} \qquad \textbf{Eq VI-17}$$

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

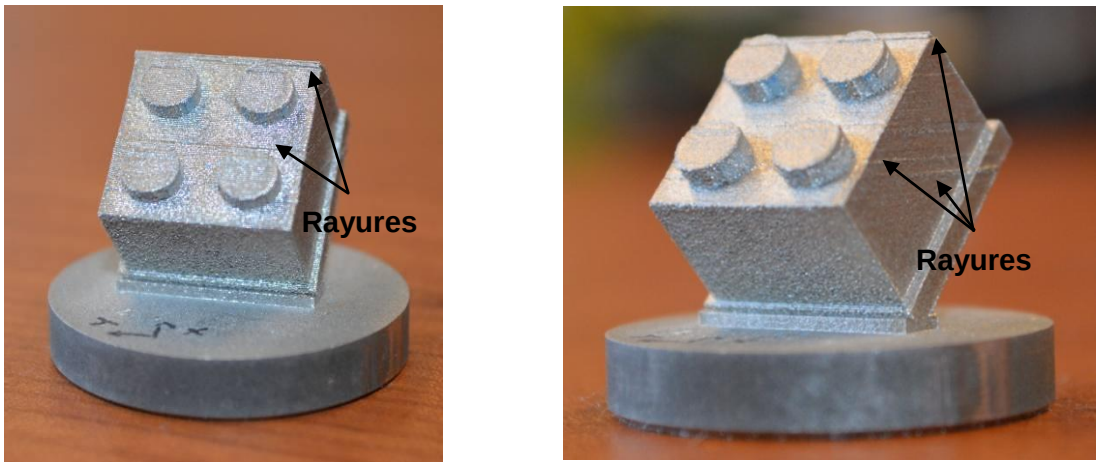


Figure VI-17 : Pièce en C263 lasée à P175V1750ΔZ50 sur 668 couches (les "rayures" horizontales correspondent à un décalage de la pièce entre deux couches suite à une mauvaise fixation du substrat))

Figure VI-18 : Monocordons lasés à P175V1750ΔZ50 sur un support présentant une mauvaise rugosité entraînant des portions stables et instables sur les cordons (à gauche) et supports de rugosité trop importante ayant bloqué le système d'étalement de la poudre même après de multiples relasages (ou refusions) de la dernière couche (à droite)

Ces premiers essais à ΔZ_{poudre} constant ont surtout permis de prendre en main la caméra thermique et d'acquérir suffisamment d'images pour développer le programme Matlab. L'étude de la stabilité des cordons sera abordée dans la section VI.4 traitant de la "manip coin" mise en place au Centre des Matériaux afin d'étudier l'influence de la hauteur de couche sur la stabilité de construction. Toutefois, l'analyse des dimensions des cordons a permis, dans le cas de paramétries stables, d'effectuer une estimation de l'émissivité ε_{C263} du C263 à une température proche de son point de fusion.

VI.2.2 Approximation de l'émissivité du C263

Après découpe transversale, enrobage et polissage miroir des monocordons obtenus durant les essais préliminaires, il est possible de remonter à la largeur des bains, et de la faire correspondre aux valeurs obtenues par analyse des images thermiques. Pour cela, la largeur des taches lumineuses des

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

films correspondants a été déterminée en variant les seuils de température par pas de 50°$C_{eq\ Pt}$. Ainsi, il a été possible de déterminer la valeur du seuil de température présentant la largeur de bain la plus proche de celle mesurée en considérant le retrait à la solidification comme étant négligeable. On obtient donc une correspondance entre la température équivalente platine et "l'isotherme de fusion". Cependant, le C263 ne présente pas vraiment d'isotherme de fusion mais, comme beaucoup d'alliages, un intervalle de solidification (cf. Chapitre III). La température de fusion considérée pour le calcul est de 1350°C, ce qui est très légèrement inférieur au liquidus de l'alliage (cf. Chapitre II). Les résultats des corrélations de ces températures sont donnés dans le Tableau III-9 ci-dessus.

Paramétrie	**Largeur moyenne réelle des cordons**	**Moyenne des seuils de température pour lesquels l'image du bain présente sa largeur réelle**	**Largeur moyenne des images seuillées à 1350°$C_{eq\ Pt}$**
	µm	°$C_{eq\ Pt}$	*µm*
P175V875ΔZ50	104 ± 11	1611 ± 51	196 ± 19
P175V700ΔZ50	111 ± 15	1646 ± 61	206 ± 16
P150V750ΔZ50	102 ± 11	1522 ± 116	178 ± 17

Tableau VI-1 : Comparaison des largeurs des bains entre les observations au MO et les images thermiques des bains

La dernière colonne du tableau est donnée à titre indicatif. Elle correspond à la largeur des taches filmées lorsque ces dernières sont seuillées à 1350°$C_{eq\ Pt}$. On peut voir que les taches observées sont environ deux fois plus larges que les cordons réels, ce qui veut dire qu'à cette température équivalente platine, les images lumineuses acquises correspondent d'une part au rayonnement émis par le bain liquide, mais aussi à celui émis par la matière solide (en cours de chauffe ou de refroidissement). Cela prouve donc que considérer que la caméra travaille en température vraie suite à l'étalonnage sur le ruban de platine amène à de fortes mésestimations des dimensions du bain. Il convient donc de travailler en température équivalente platine (*i.e.* en température de luminance).

Connaissant la correspondance entre température équivalente platine et température vraie pour le C263, il nous est désormais possible de remonter à l'émissivité de ce dernier sur la plage de longueur d'onde considérée (ici 1350–1450 nm). Considérons le C263 comme un corps gris sur la plage de longueur d'onde, c'est-à-dire que son émissivité est constante sur cette portion du spectre. En utilisant la valeur moyenne des températures équivalentes platine pour lesquelles la tache lumineuse présente sa largeur réelle (ici $T_{eq\ Pt}$ = 1593°$C_{eq\ Pt}$) qui correspond à la valeur de la température de fusion supposée du C263, soit T = 1350°C, il s'ensuit une égalité des niveaux d'intensité lumineuse donnée par l'Eq VI-18 dérivée de l'Eq VI-6. En effet, comme il a été dit précédemment, la fonction $F(TI)$ intègre l'émissivité du platine et est constante pour un TI donné. Il est donc possible de définir une fonction $F_{C263}(TI)$ du même type qui intègrerait l'émissivité du Nimonic 263 (cf. Eq VI-19).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

$$\boldsymbol{DL = F(TI) \times \frac{2\pi \cdot h \cdot c^2}{\lambda^5} \times \frac{1}{e^{\frac{h \cdot c}{\lambda \cdot k \cdot (T_{eq\ Pt}+273)}} - 1} + Seuil(TI)}$$
$$\boldsymbol{= F_{C263}(TI) \times \frac{2\pi \cdot h \cdot c^2}{\lambda^5} \times \frac{1}{e^{\frac{h \cdot c}{\lambda \cdot k \cdot (T+273)}} - 1} + Seuil(TI)}$$

Eq VI-18

$$\begin{cases} \boldsymbol{F(TI) = \alpha(TI) \cdot \varepsilon_{Pt}} \\ \boldsymbol{F_{C263}(TI) = \alpha(TI) \cdot \varepsilon_{C263}} \end{cases}$$

Eq VI-19

On en arrive donc à l'équation suivante :

$$\boldsymbol{\frac{\varepsilon_{C263}}{\varepsilon_{Pt}} = \frac{e^{\frac{h \cdot c}{\lambda \cdot k \cdot (T+273)}} - 1}{e^{\frac{h \cdot c}{\lambda \cdot k \cdot (T_{eq\ Pt}+273)}} - 1}}$$

Eq VI-20

Aux températures considérées et pour la plage étroite de longueur d'onde concernée (1,35–1,45 µm), ce rapport vaut 2,285. La valeur d'émissivité du platine à la longueur d'onde λ = 1,4 µm pour une température proche (T = 1125°C) vaut 0,276 (Caldwell, 1962). On trouve donc une valeur d'émissivité du lit de poudre C263 de ε_{C263} = 0,631. Cette valeur est légèrement inférieure à celle trouvée par Vilaro (ε_{C263} = 0,70 dans le domaine liquide) en comparant les valeurs obtenues par un pyromètre infrarouge bichromatique et par un pyromètre monochromatique travaillant à λ = 2,1 µm (Vilaro, 2011). L'émissivité calculée ici se positionne entre celle d'un alliage NiCr non oxydé présentant une surface brillante (ε = 0,20–0,40) et celle d'un alliage anodisé (ε = 0,65–0,80) pour des observations sur la plage λ = 1400–1800 nm (IMPAC, 2004). Caldwell, Roeser et Wensel considèrent quant à eux que l'émissivité d'un alliage à 80 wt.% de nickel et 20 wt.% de chrome, oxydé et porté à 1300°C, se situe à 0,89 pour un travail dans le visible (λ = 650 nm) (Caldwell, 1962).

Rappelons que la valeur de ε_{C263} = 0,631 est déterminée à partir de la largeur du bain et que compte tenu du manque de résolution de la caméra, les largeurs déterminées sur les images thermiques ne sont pas très précises (un pixel correspond à environ 23 µm). Une augmentation de la résolution de la caméra devrait permettre d'affiner ces résultats, mais cela nécessiterait de doter le système de renvoi d'angle d'un microscope à plus fort grossissement. Il s'en suivrait alors une forte diminution de l'intensité lumineuse des images du fait des raisons évoquées en section VI.1.1.2, d'autant plus que la lame de renvoi n'est pas adaptée aux longueurs d'onde de visualisation des bains et contribue à des images assez peu lumineuses. Un changement d'optiques permettrait d'obtenir des images plus brillantes, ce qui serait compatible avec l'emploi d'un microscope à plus fort grossissement. L'utilisation d'un système de renvoi adapté aux longueurs d'onde utilisées devient un paramètre très important dans le développement d'un système de *monitoring* du procédé SLM.

Remarquons enfin que, malgré le manque de résolution dimensionnelle, la largeur moyenne des taches lumineuses seuillées à 1400°$C_{eq\ Pt}$ est bien plus grande que la largeur du cordon, à l'instar de lorsqu'elle est seuillée à 1350°$C_{eq\ Pt}$, comme présenté dans le Tableau VI-1. Ceci implique que le contour obtenu par seuillage à la température T_2 = 1400°$C_{eq\ Pt}$ englobe la portion liquide du bain ainsi qu'une partie solide de la zone affectée thermiquement (ZAT). Concrètement, les gradients calculés par l'Eq VI-13 selon le schéma de la Figure VI-14 correspondent à un état solide de la matière.

VI.2.3 Singularités observables sur les images de bains

Ces essais préliminaires ont permis toutefois de détecter certains évènements particuliers pouvant survenir lors du lasage. La détermination, à partir des films thermiques, de la nature précise de ces évènements est un paramètre sur lequel se baseront les solutions de *monitoring* et de contrôle

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

procédé à venir. Si ces défauts et leur "empreinte" ou signature thermique seront au cœur de la section VI.6, une première observation des films thermiques permet déjà d'en visualiser certains.

VI.2.3.1 Projections de gouttes de liquide

Comme il a été dit plus haut, le programme Matlab arrive à détecter le nombre de taches lumineuses présentes sur chaque *frame*. Dans le cas des projections abordées dans le Chapitre IV, les micro-explosions du bain sont dues à la détente brutale du gaz initialement contenu dans le lit de poudre qui se retrouve piégé dans le bain sous le passage du laser (cf. Figure VI-19). Cela entraîne des instabilités du bain liquide. Ces micro-explosions s'apparentent à des jets liquides qui se fragmentent en plein vol et parviennent à se solidifier en des sphères du fait d'une minimisation de leur énergie. Bien que ce phénomène soit très fréquent, il survient néanmoins dans des directions et à des vitesses aléatoires (cf. Figure VI-21). Des essais de visualisation du bain en lumière visible à λ = 808 µm ont confirmé que les projections de gouttes de liquide se font dans n'importe quelle direction, avec des vitesses allant de la centaine à quelques milliers de millimètres par seconde (cf. Annexe A). Ces ordres de grandeur sont aussi observés par Furumoto *et al.* qui ne distinguent également pas d'orientation préférentielle (Furumoto, et al., 2012). Pour Bayle et Doubenskaia, les projections de matière fondue trouveraient plutôt leur origine dans les phénomènes thermo-physiques (convection de Marangoni) survenant dans le bain de fusion. Ils constatent un déplacement des particules dans toutes les directions, bien que majoritairement vers l'amont du bain (où elles se déplacent plus vite que vers l'aval). Bien qu'ils précisent "qu'il n'est pas toujours facile de décoder les images obtenues", les auteurs mesurent des vitesses de projection du même ordre de grandeur que celles citées précédemment (Bayle, et al., 2008). Bien que les auteurs ne précisent par la vitesse du balayage du laser utilisé pour leurs acquisitions, il est très probable qu'elle ait été assez faible, car comme dit au Chapitre V, la convection de Marangoni est négligeable lorsque le laser se déplace à plus de 10 cm/s. Les éjections de gouttes liquides hors du bain ayant été constatées à des vitesses de balayage plus grandes (cf. Annexe A), il est très probable que la convection de Marangoni ne soit pas le facteur générateur principal de ce phénomène. Pour Kruth *et al.*, dans le cas d'un travail sur une base fer, l'expulsion de matière liquide hors du bain provient des pressions du gaz générées lors de l'évaporation de l'alliage (Kruth, et al., 2004). Alkahari *et al.* ont constaté qu'à une épaisseur de couche plus importante, les projections sont plus nombreuses (Alkahari, et al., 2014). Cela corrobore l'hypothèse du gaz piégé initialement dans le lit de poudre avant lasage, car pour un volume de poudre plus grand, on a plus de gaz, entraînant une augmentation des micro-explosions dues à sa détente et donc, fatalement, plus de projections. Notons que ces éjections de matière fondue hors du bain liquide sont bien moins présentes, voire absentes dans le cas d'un lasage par faisceau d'électrons. En effet, dans le cas de l'EBM (pour *Electron Beam Melting*), les films commerciaux ne montrent quasiment aucune escarbille contrairement aux films commerciaux sur le SLM (cf. Figure VI-20). Cela est dû au fait que la fusion par faisceau d'électrons se fait nécessairement sous vide (typiquement de l'ordre de 10^{-3} mbar) pour permettre le transport du faisceau de haute énergie. Arcam AB, est l'unique fabricant proposant des machines EBM (Frazier, 2014), et leur procédure standard de fusion est quasiment identique à celle du SLM, hormis les deux points suivants :

- Le balayage par faisceau d'électrons se fait sous vide, générant une faible vitesse de refroidissement du bain et des contraintes résiduelles en moins grande quantité qu'en SLM.
- Le lit de poudre est préalablement chauffé par le faisceau d'électrons, ce qui entraîne un léger frittage des particules assurant une meilleure stabilité du lit de poudre et de meilleurs contacts électriques et thermiques (Juechter, et al., 2014). Ceci a le désaventage

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

de rendre très délicat l'élimination de la poudre résiduelle d'une pièce faite par EBM comparé au SLM, notamment dans le cas de conduits internes.

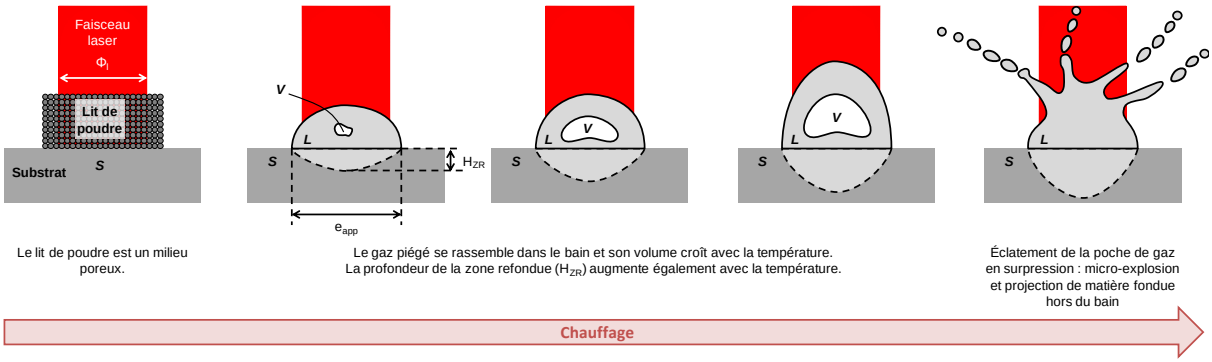


Figure VI-19 : Formation des micro-explosions et des éjections de liquide hors du bain

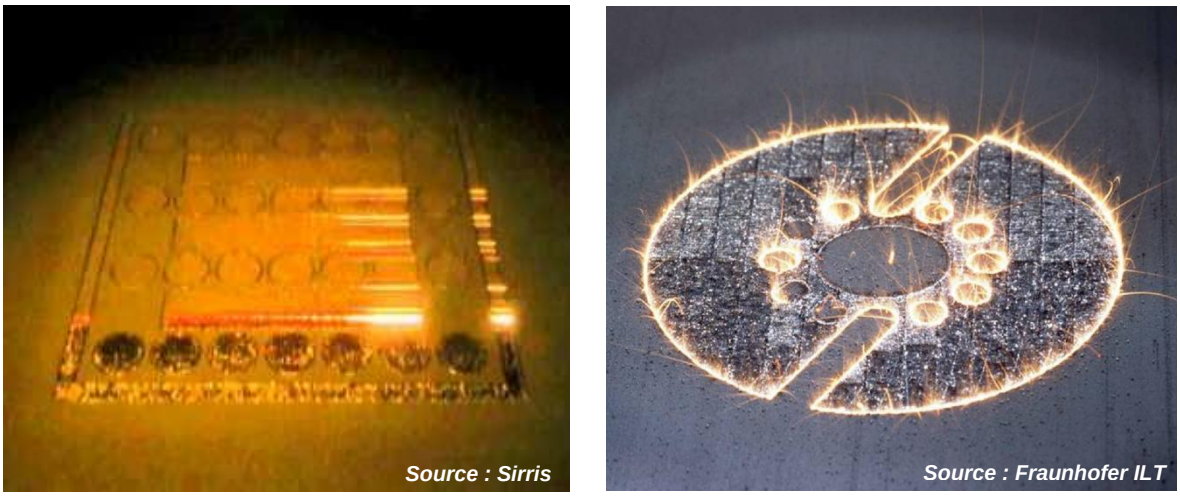


Figure VI-20 : Chambre de fabrication au cours d'une fusion sélective par faisceau d'électrons (à gauche) et par faisceau laser (à droite)

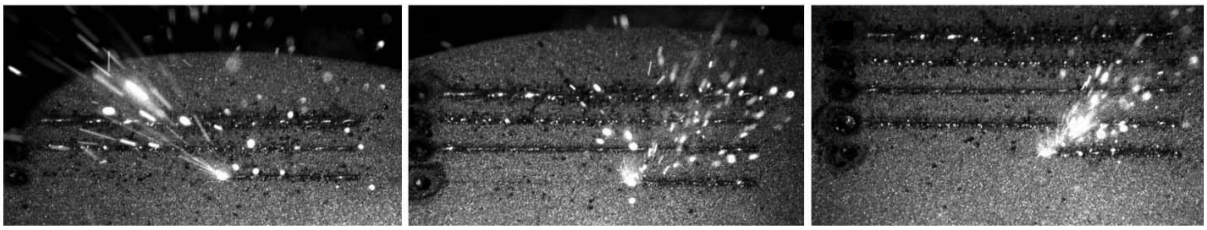


Figure VI-21 : Escarbilles produites lors du lasage de cordons par SLM (Okunkova, et al., 2014)

Ces différences avec le SLM ne sont pas censées influer sur les origines du phénomène de projection de matière hors du bain fondu avancées par Kruth *et al.* et Bayle et Doubenskaia. Toutefois, très peu de projections sont observées durant l'EBM. Les rares projections observables peuvent provenir des gaz occlus dans les particules (cf. Chapitre III), quoiqu'il n'est pas exclu qu'un autre facteur puisse prendre part au phénomène. Le cas du lasage de poudre pré-frittée sera abordé dans la section VI.6.3.1. Par ailleurs, on n'observe également pas de projection lors du pré-frittage de la poudre alors que celle-ci est encore libre, ni lors du lasage d'un substrat massif (que ce soit par EBM ou SLM).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Comme il a été dit au Chapitre IV, les projections peuvent être néfastes pour la fabrication si elles adhèrent à une surface précédemment lasée. Malgré le fait que ce défaut soit inhérent au procédé SLM, il est possible de le limiter par différent moyens comme travailler à faible épaisseur de couche ou travailler en dépression, voire en vide partiel (Armines, 2012). L'utilisation d'un lit de poudre de granulométrie adaptée (Armines, et al., 2012) devrait également permettre d'améliorer la compacité du lit de poudre avant lasage et, *de facto*, diminuer sa porosité et ainsi la quantité de gaz dans le lit de poudre en comblant les espaces entre les grosses particules par des particules plus petites (cf. Figure III-18). Comme indiqué dans le Chapitre III, une poudre bimodale (ou mélange de deux poudres de taille et en proportion massique différentes) sera plus compacte et contiendra donc moins de gaz qu'une poudre monomodale. Elle devrait donc être moins sujette aux projections. German recommande un ratio de 7:1 entre la taille des grosses et des petites particules pour maximiser la compacité (German, 1994). À ce rapport est associé un rapport de proportion massique de 73:27 entre la grosse et la fine poudre. Il est également possible d'utiliser une poudre trimodale avec des ratios de 49:7:1 pour accroître la compacité, mais la petitesse des poudres SLM standard (un d_{90} à 20 µm dans le cas de la Phénix PM100) limite la possibilité de travailler avec des poudres trimodales (il faudrait que la population la plus fine ait un d_{90} à 408 nm). Cependant, pour Prior *et al.*, l'augmentation du diamètre des particules pour un arrangement aléatoire de sphères isodimensionnelles (*i.e.* rigoureusement de même taille) n'influe pas sur la porosité dudit arrangement (Prior, et al., 2013). De ce fait, à même valeur de span (cf. Eq VI-21), l'augmentation du diamètre moyen des particules n'influe pas sur la porosité du lit de poudre. L'utilisation de particules de fort diamètre augmente cependant le risque de présence de gaz occlus dans les particules après atomisation, mais il a été vu au Chapitre III que la porosité intraparticulaire $P_{t,intra}$ d'un lit de poudre atomisée était anecdotique comparée à la porosité interparticulaire $P_{t,inter}$.

$$\mathbf{span} = \frac{\boldsymbol{d_{90} - d_{10}}}{\boldsymbol{d_{50}}} \qquad \textbf{Eq VI-21}$$

Compte tenu de la vitesse à laquelle ces projections peuvent se déplacer, il n'est pas évident de les visualiser à la caméra thermique, d'autant plus que leur refroidissement est rapide et que leur température de luminance décroit rapidement en dessous du seuil observable par la caméra thermique. Cependant, il arrive que de telles images puissent être capturées. On peut voir de la Figure VI-22 à la Figure VI-25 des excroissances émerger de la tache lumineuse et s'en dissocier suivant plusieurs directions. Si ces projections sont suffisamment lentes, elles peuvent être observées sur plusieurs images consécutives (cf. Figure VI-22 et Figure VI-23), mais si elles sont trop rapides, elles peuvent passer en hors champ de l'image après leur éjection (cf. Figure VI-23, Figure VI-24 et Figure VI-25). On note d'ailleurs que la plupart des projections ne sont repérables qu'à l'œil nu sur les films avant la suppression du bruit de fond. En effet, leur refroidissement est tellement rapide que leur température de luminance passe en dessous de la limite du bruit de fond caméra très rapidement après leur éjection. Il est également possible de les repérer sur le contour de la tache lumineuse du bain non seuillée où des irrégularités sont visibles localement dans les directions où sont éjectées les projections. Notons enfin que l'on observe peu d'éjections pour les paramétries à forte vitesse. Cela vient du fait que pour un lasage à 1750 mm/s, avec une fréquence caméra de 950 Hz, le laser balaye une distance de plus de 1,8 mm entre deux images. La caméra se déplace trop vite pour pouvoir suivre les projections, mais on peut distinguer des modifications de la forme du contour de la tache lumineuse aux endroits où les projections s'éjectent pour de très faibles valeurs de seuil (inférieures au bruit de fond). Ces modifications de la forme du contour sont très délicates à observer par traitement d'images, car elles sont généralement d'amplitude trop faible pour être clairement repérables, si elles ne disparaissent tout simplement pas lors de la suppression du bruit de fond.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

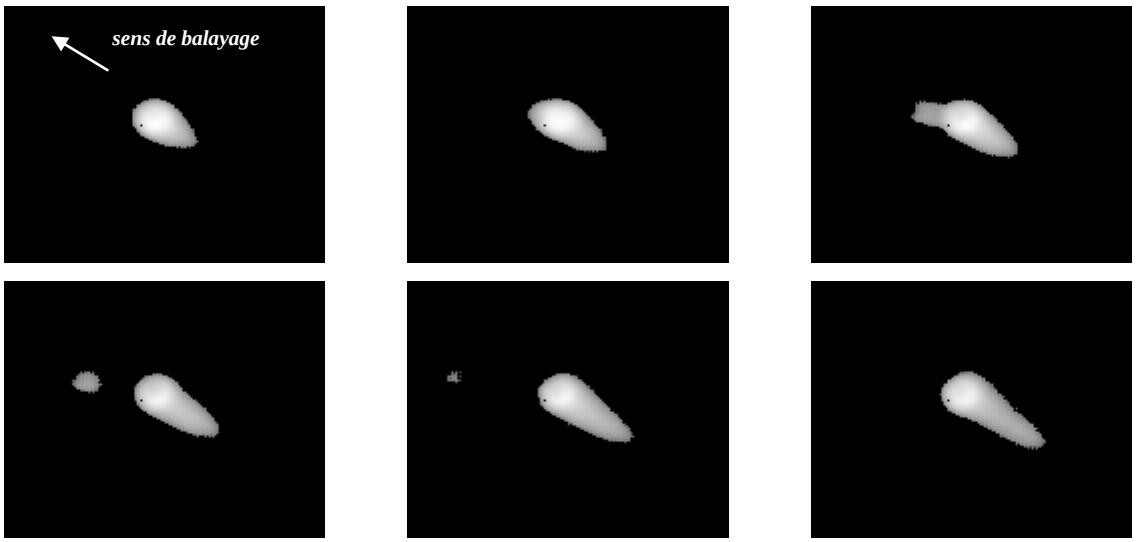


Figure VI-22 : Projection de matière fondue hors du bain visible sur le film thermique (1,05 ms entre chaque image)

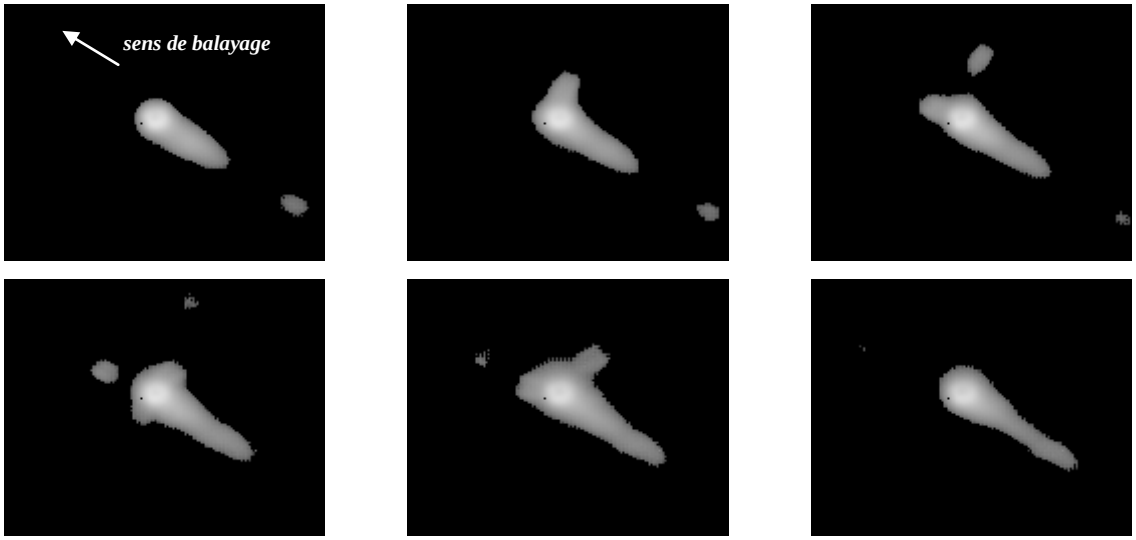


Figure VI-23 : Projections de matière fondue hors du bain dans différentes directions à différentes vitesses observées par caméra thermique ainsi que du *balling* (1,05 ms entre chaque image)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

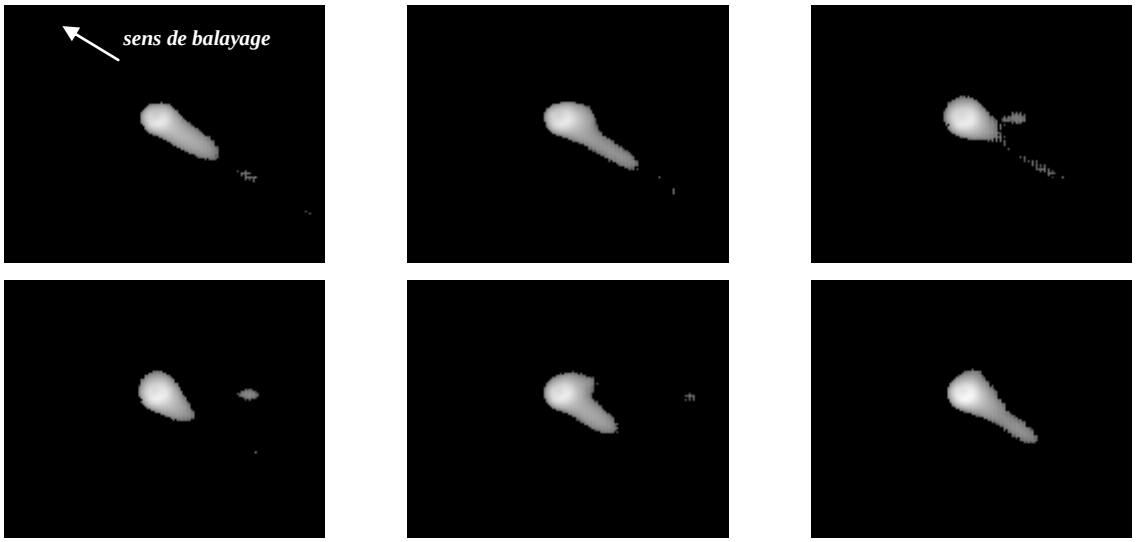


Figure VI-24 : Images thermiques consécutives révélant des projections se déplaçant dans la direction opposée au sens de lasage ainsi que du *balling* (1,05 ms entre chaque image)

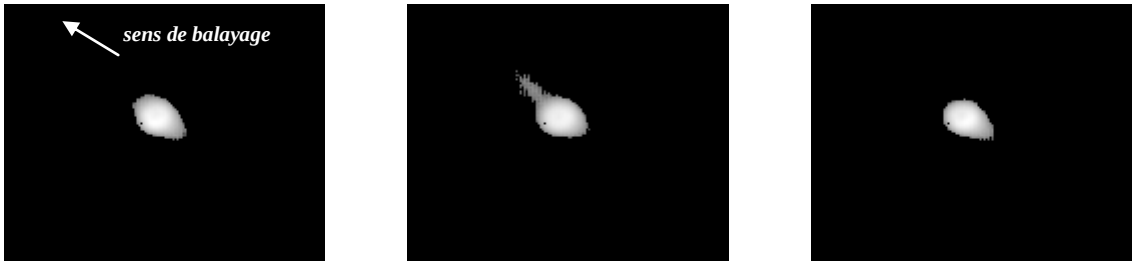


Figure VI-25 : Images thermiques consécutives révélant une projection se déplaçant à forte vitesse (1,05 ms entre chaque image)

VI.2.3.2 Balling

Outre les projections de matière fondue en dehors du bain liquide, les observations préliminaires des films thermiques ont permis de mettre en évidence la présence de *balling*.

Ce phénomène se traduit par la fragmentation du bain liquide qui se solidifie en gouttes de fort diamètre (cf. Figure VI-28). Si une parfaite compréhension de ce phénomène n'est pas encore connue précisément, il est généralement attribué aux instabilités de Plateau-Rayleigh, aussi appelées instabilités de Rayleigh relevant de forces capillaires s'exerçant à la surface d'un cylindre de liquide (Kruth, et al., 2007). En effet, on peut considérer le cordon fondu comme une portion d'un cylindre de liquide de longueur L et de diamètre $Ø$. Du fait des forces capillaires s'exerçant à sa surface et s'opposant à son poids, des oscillations vont se produire à la surface de la colonne de liquide et conduire ainsi à l'amincissement de sa section, à l'image de ce qui se produit au sein d'un filet d'eau coulant d'un robinet (cf. Figure VI-26). Si la longueur d'onde λ_{osc} de ces perturbations est suffisamment grande, les tensions de surface peuvent amener ce filet d'eau (ou le cordon fondu) à se fragmenter afin de minimiser sa surface et de ce fait son énergie (Simchi, et al., 2003). D'après Rayleigh, la fragmentation du cylindre liquide survient lorsque la longueur d'onde des perturbations excède la circonférence du filet liquide, donc lorsque la condition donnée par l'Eq VI-22 est satisfaite (Chandrasekhar, 1970). Dans le cas du SLM, on peut assimiler λ_{osc} à la longueur du bain L, et $Ø$ à la largeur du bain e_{app} (Childs, et al., 2004) (Kruth, et al., 2007). D'autres valeurs peuvent également être trouvées dans la littérature pour définir la condition d'instabilité du bain liquide. Ainsi, Kruth *et al.*

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

considèrent le cas où le bain liquide est assimilable à un demi-cylindre de diamètre *Ø* et de longueur *L*. Lorsque, la surface de la sphère de même volume que le demi-cylindre est supérieure à la surface supérieure de ce dernier, le bain liquide ne peut se fragmenter en gouttes de *balling*. Pour Kruth *et al.*, le rapport d'élancement du bain liquide $L / Ø$ doit donc être inférieur à 2,1 pour éviter le *balling* (Kruth, et al., 2004). Yadroitsev *et al.* proposent un cas plus général où le cordon présente une forme plus réaliste qu'un demi-cylindre parfait (Yadroitsev, et al., 2010). Le cordon, à volume constant, peut présenter des angles de mouillage différents de 90° (impliquant des angles Φ différents, cf. Figure VI-27), comme cela peut être le cas en pratique (cf. Figure VI-55). Ils arrivent donc à l'Eq VI-23, et considèrent que le *balling* apparaît lorsque le bain liquide est équivalent à un cylindre tangent au substrat (*i.e.* $\Phi = \pi$), ce qui équivaut à un rapport d'élancement du bain liquide $L / Ø > (\sqrt{(3 / 2)} * \pi)$ (soit environ 3,85). Il est donc possible de définir un domaine ou une condition de stabilité du cordon vis-à-vis du *balling* par l'utilisation du rapport d'élancement du bain liquide (cf. Figure VI-27).

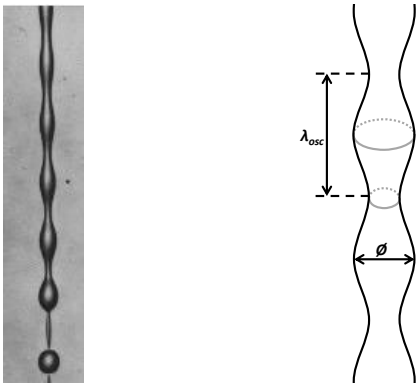


Figure VI-26 : Instabilités de Rayleigh au sein d'un écoulement liquide (d'après (Eggers, 1997))

$$\frac{\lambda_{osc}}{Ø} \geq \pi \qquad \textbf{Eq VI-22}$$

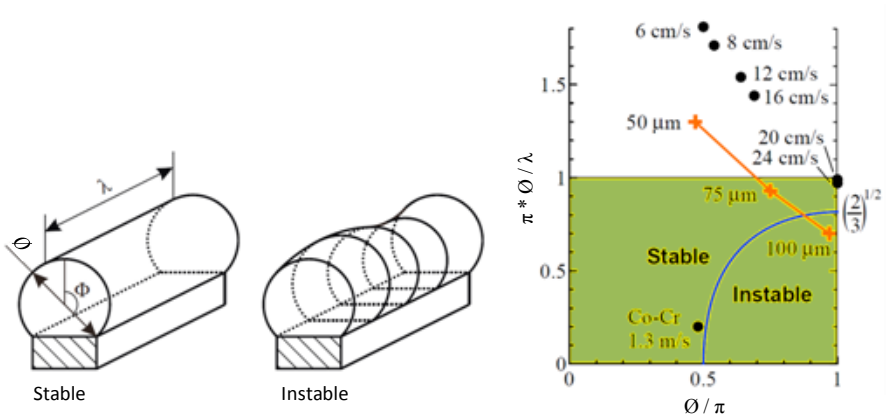


Figure VI-27 : Schématisation du bain liquide sous la forme d'une portion de cylindre mouillant plus ou moins le substrat et cartographie de stabilité du cordon suivant le rapport d'élancement du bain liquide (d'après (Gusarov, et al., 2010))

La condition de stabilité s'écrit alors comme suit dans le cas où $Ø > \pi / 2$, car pour $Ø < \pi / 2$, le bain est stable quelque soit sa longueur :

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

$$\frac{\pi * \emptyset}{L} > \sqrt{2}\sqrt{\frac{\Phi(1+\cos 2\Phi) - \sin 2\Phi}{2\Phi(2+\cos 2\Phi) - 3\sin 2\Phi}} \qquad \textbf{Eq VI-23}$$

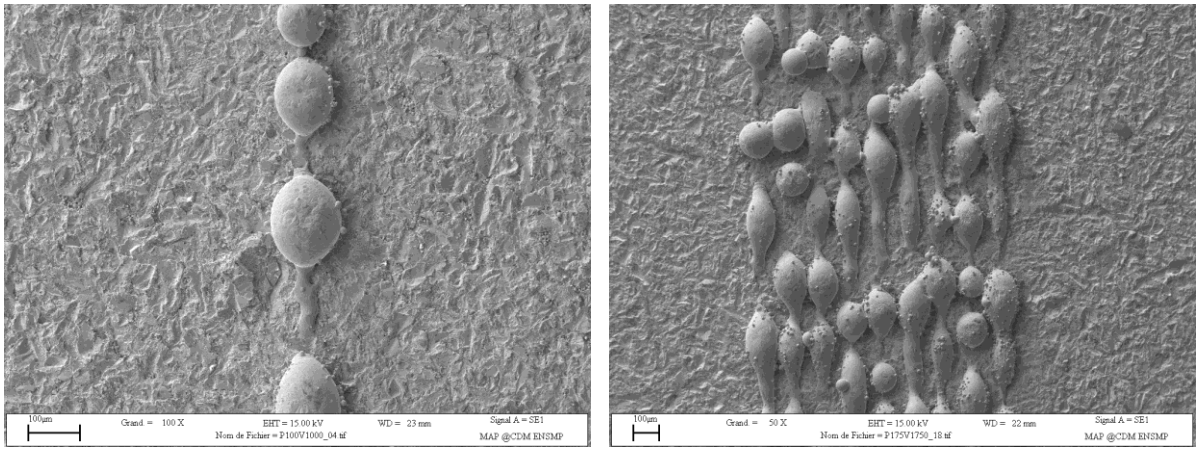


Figure VI-28 : Cordons présentant du *balling*

Dans le cas du SLM, ce type d'instabilité géométrique indépendant de la nature des matériaux considérés apparaît essentiellement aux fortes vitesses de balayage *V* comme le soulignent de nombreux auteurs (Niu, et al., 1999), (Gu, et al., 2007), (Yadroitsev, et al., 2007) et (Li, et al., 2012). Plus précisément, il ne suffit pas que la vitesse de balayage soit élevée pour générer du *balling* ; il faut que l'énergie linéique ou surfacique apportée par le laser ne permette pas de bien fondre la couche de poudre considérée avec une partie du substrat. En effet, pour une puissance laser et un diamètre du faisceau donnés, plus la vitesse de balayage augmente, plus le temps d'interaction est court (cf. Eq VI-17), donc moins il y a d'énergie apportée à la poudre. De ce fait, la poudre va moins bien monter en température et peut présenter une viscosité plus importante après sa fusion ; le cordon formé risque alors de moins bien mouiller le substrat (ou la poudre consolidée à la couche précédente). Un moins bon mouillage implique une surface de contact réduite entre le solide et le cordon liquide, ce qui va fortement limiter l'évacuation de chaleur du cordon par pompage thermique du substrat.

En travaillant sur des couches en contre-dépouille (*i.e.* non soutenues par un substrat ou une couche précédemment lasée), Craeghs *et al.* montrent que plus le pompage thermique est faible, plus la température du bain est longtemps élevée (Craeghs, et al., 2012). Cela revient à dire que si la couche de poudre à laser est trop épaisse au regard de l'énergie (linéique ou surfacique) apportée par le laser, le bain montera plus haut en température car moins de chaleur sera évacuée par conduction (qui est le mode de transfert de chaleur prépondérant dans le cordon (Vilaro, 2011)). Or, les gradients thermiques formés en surface du bain vont influer sur les gradients de tensions superficielles, qui vont impliquer des phénomènes de convection thermo-capillaire connus sous le nom de convection de Marangoni (Niu, et al., 1999), (Kruth, et al., 2007). Ces mouvements de liquide, pouvant atteindre plusieurs dizaines de centimètres par seconde, vont s'ajouter aux instabilités capillaires et influencer la fragmentation du bain, ce qui va mener au *balling*. Pour Gu et Shen, le préchauffage du lit de poudre permettrait de réduire les gradients thermiques et ainsi diminuer l'apparition des instabilités capillaires et du *balling* à la première couche (Gu, et al., 2007). Plusieurs auteurs ont par ailleurs montré que l'addition de certains éléments (comme une contamination à l'oxygène des poudres de fer) peut favoriser l'apparition du *balling* car ils modifient l'absorption du rayonnement laser par la poudre qui influe sur les gradients de température, les gradients de tension de surface et la viscosité du bain. Il s'en suit alors un accroissement des instabilités du fait des phénomènes de convection (Niu, et al., 1999), (Rombouts, et al., 2006). Körner *et al.*, observent aussi le phénomène de *balling* dans le cas de

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

l'EBM et précisent que son apparition est fortement influencée, par l'arrangement du lit de poudre et la mouillabilité du bain liquide en plus de la gravité et des forces capillaires (Körner, et al., 2011).

Le phénomène de *balling* peut s'observer sur les images thermiques seuillées à faible température (cf. Figure VI-24). Lors du *balling*, le bain liquide s'allonge jusqu'à la rupture comme il est décrit dans la Figure VI-29. Cependant, dans les films thermiques, le traitement d'images se fait à la température T_1, relativement basse, et à la température T_2, plus élevée, mais toujours dans le domaine solide. Lorsque la goutte de *balling* s'est dissociée du bain liquide, elle refroidit immédiatement. Le substrat sous-jacent entre le bain et la goutte formée peut encore être suffisamment chaud pour être détecté par la caméra sur les images seuillées à basse température. De ce fait, il est possible de voir une continuité de la ZAT entourant le bain liquide à la goutte de *balling* lorsque la température considérée pour le seuillage est suffisamment basse (cf. Figure VI-30). Il en ressort une espèce d'illusion où l'on semble voir les gouttes se former alors que la matière est déjà à l'état solide (cf. Figure VI-31). Si la température du substrat sous-jacent n'est plus assez forte pour être détectée par la caméra, mais que la goutte de *balling* est encore suffisamment chaude, on distingue alors deux gouttes : le bain et le *balling*. Si le seuil de température est trop élevé, cette illusion n'est plus possible car le substrat entre le bain et le *balling* n'est plus détecté.

Compte tenu de la manière dont le gradient *G2* est calculé, si le *balling* est observé sur une image thermique, la valeur de ce gradient doit s'accroître fortement entre l'image avant et après rupture de la traînée lumineuse du bain. Cela fait de *G2* un bon indicateur quant à la détection de ce type de défaut comparé au suivi des paramètres de la tache à un seuil de température élevé. D'autre part, il est possible de détecter les gouttes formées en aval du bain si leur refroidissement ne les amène pas trop rapidement en dessous du seuil de détection de la caméra. La Figure VI-31 présente les images thermiques acquises dans le cas du relasage (ou refusion) d'une zone ayant précédemment formé du *balling*. On y voit clairement la séparation du bain en gouttelettes (avec le substrat encore suffisamment chaud entre les deux pour apporter l'illusion de la continuité du cordon). On y distingue également des gouttes de *balling* issues d'un cordon précédent n'ayant pas refroidi. Toutefois, la visualisation précise de ce défaut par les valeurs du gradient fait face à un problème de fréquence des acquisitions, comme il en va de même avec tous les autres types de défaut. Ce point sera abordé dans les sections VI.5.2.5 et VI.6. Précisons pour finir qu'outre l'illusion de la continuité précédemment abordée, les gouttes de *balling* peuvent être difficilement observables à un trop haut seuil de température du fait de leur refroidissement après leur séparation du bain liquide. Ajoutons également que pour l'instant, il est difficile de déterminer avec précision l'isotherme de fusion du bain sur les images thermiques. Cela s'explique du fait de la faible résolution de la caméra (entraînant de faibles aires de taches lumineuses aux forts seuils de température) ainsi que de la difficulté à cerner précisément la température de luminance correspondant au domaine liquide compte-tenu de la connaissance approximative de l'émissivité du bain liquide. De ce fait, l'utilisation du rapport d'élancement du bain liquide évoqué plus tôt comme critère de détection du *balling* n'est pas possible actuellement, mais reste tout à fait envisageable dans un futur proche.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

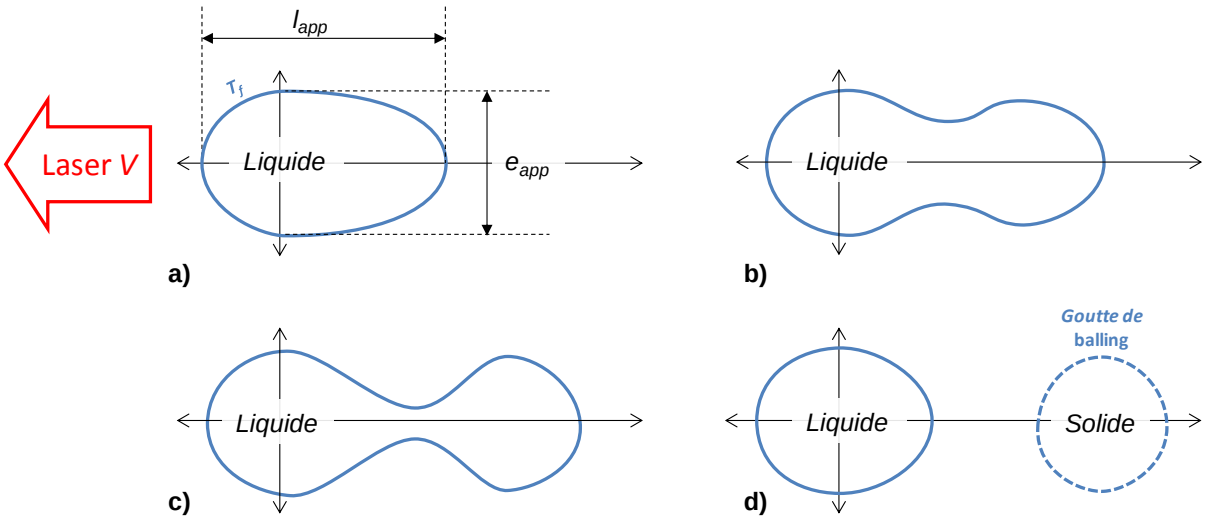


Figure VI-29 : Schématisation de l'apparition du *balling*

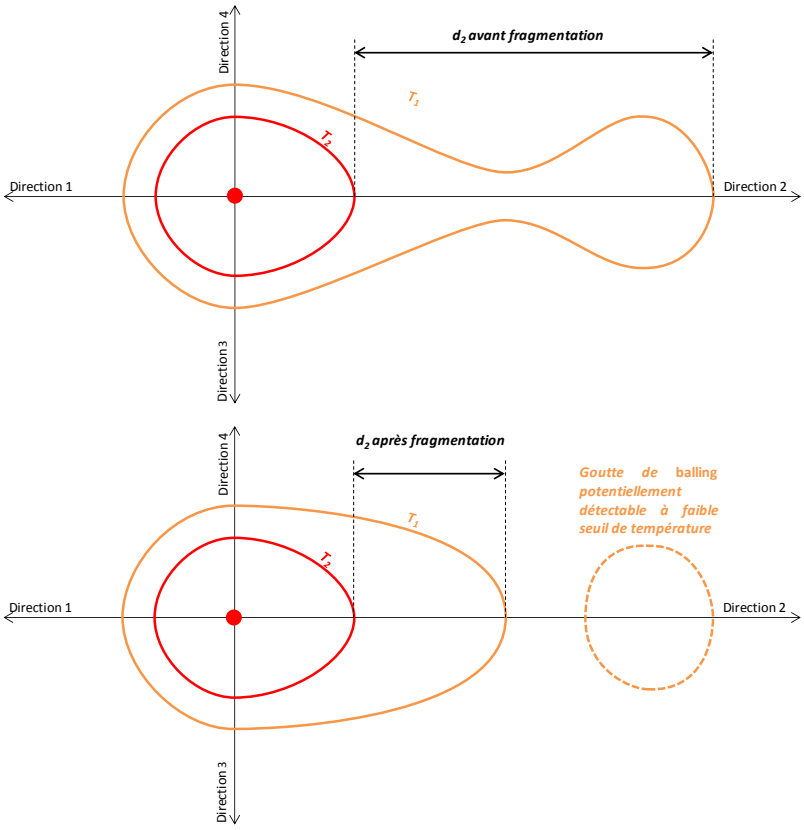


Figure VI-30 : Schématisation du *balling* entre deux *frames* d'un film thermique

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

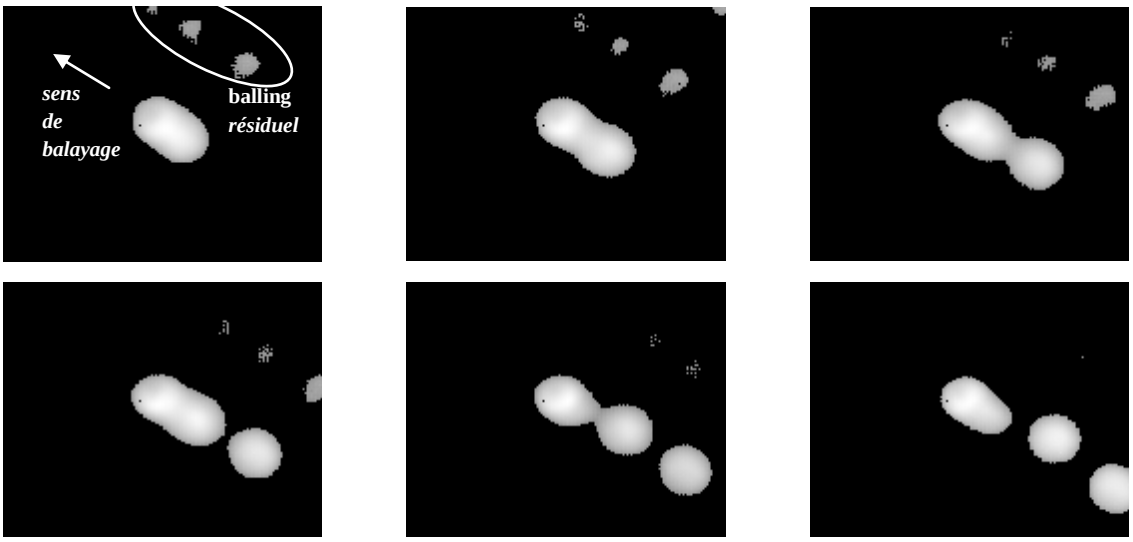


Figure VI-31 : Observation du *balling* dans le cas d'un relasage lent (P175V175) d'une zone ayant précédemment formé du *balling* (2,10 ms entre chaque image)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Chapitre VI Partie B – Résultats de l'étude paramétrique et thermique

Résumé :

Le procédé SLM est naturellement instable. Au fil de la construction d'une pièce, plusieurs types de défauts sont susceptibles d'apparaître qui risquent de fragiliser les pièces finales. Afin d'améliorer la qualité des pièces produites par SLM, il est donc nécessaire de développer des outils de contrôle procédé et donc de détection de défaut pendant le lasage.

Ce chapitre présente un moyen d'observation coaxiale du bain de fusion SLM mis en place dans le cadre de cette thèse ainsi que l'étude paramétrique et thermique qui a été menée. Cette étude paramétrique et thermique repose essentiellement sur la mise en place d'une "manip coin". En fin de ce chapitre, il est également fait mention de l'étude de la signature thermique de défauts typiques aux fabrications SLM dans l'optique de mettre en place un contrôle procédé, et plus précisément une détection et localisation de défauts dans la pièce après construction.

Sommaire :

VI.3 Bref état de l'art sur l'observation des cordons et leur stabilité en SLM 251
VI.4 Étude paramétrique 1D : essais en "manip coin" 252
VI.4.1 Présentation des essais 252
VI.4.2 Résultats obtenus 258
VI.4.2.1 Résultats généraux 258
VI.4.2.2 Stabilité de construction 261
VI.4.2.3 Zone refondue 267
VI.4.2.4 Imagerie thermique 284
VI.5 Étude paramétrique 2D : fabrication de draps 290
VI.5.1 Présentation des essais 291
VI.5.2 Résultats obtenus 297
VI.5.2.1 Résultats généraux 297
VI.5.2.2 Zone pré-génératrice 300
VI.5.2.3 Balling 301
VI.5.2.4 Projections 305
VI.5.2.5 Imagerie thermique 308
VI.6 Introduction de défauts contrôlés 310
VI.6.1 Contre-dépouille 311

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

VI.6.2 Projections 315
VI.6.3 Défauts de mise en couche 317
VI.6.3.1 Amas de poudre 318
VI.6.3.2 Manque de poudre 321
VI.6.4 Fumées 323
VI.6.5 Coupure laser 325
VI.7 Conclusion du chapitre 326

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

VI.3 Bref état de l'art sur l'observation des cordons et leur stabilité en SLM

La fabrication de pièces de qualité par fabrication additive passe par la maîtrise des paramètres de fabrication. L'élément unitaire d'une pièce étant le cordon, de nombreux auteurs se sont affairés à étudier la stabilité des monocordons. Pour la plupart, l'observation des cordons n'a lieu qu'après fabrication. Childs *et al.* ont suivi l'évolution de la morphologie des monocordons réalisés à partir de plusieurs poudres d'acier avec un laser CO_2 utilisant différentes valeurs de *P*, de *V*, d'atmosphère de travail et de granulométries (Childs, et al., 2004). Les vitesses utilisées sont loin d'être industrielles ($0{,}5 < V < 50$ mm/s) et aucune information n'est donnée quant à l'épaisseur de poudre étalée. Le diamètre des particules peut être compris entre -300 et +150 µm, -150 et +75 µm, -75 et +38 µm et inférieur à 38 µm, *i.e.* plus proche des granulométries DMD que SLM. Toutefois, les auteurs montrent qu'il existe plusieurs domaines de morphologie du cordon (cf. Figure VI-49). Les cordons, peuvent être continus, bombés ou plats, ou discontinus, présentant du *balling*, voire n'adhérant plus au substrat lorsque l'énergie linéique diminue. Les domaines de stabilité trouvés par Childs *et al.* sont du même type que ceux qui ont été obtenus durant ces travaux de thèse (cf. section VI.4.2.2).

Certains chercheurs travaillent sur la modélisation de cette instabilité (cf. section VI.2.3.2). Körner *et al.* obtiennent une bonne concordance entre la simulation et l'expérimental dans le cas de l'EBM (procédé proche du SLM) (Körner, et al., 2011). Ils ont prouvé qu'en deçà d'une certaine énergie linéique, les cordons ne sont plus continus. En diminuant encore E_l, un phénomène de *balling* apparaît. Enfin, pour des énergies linéiques encore plus faibles, le cordon n'adhère plus au substrat. Ces conclusions sont les mêmes que celles qui seront présentées dans la section VI.4.2.2. Körner *et al.* ne s'intéressent pas qu'à la continuité des cordons, mais également à leur forme. Ils montrent que le *balling* est accentué lorsque l'angle de mouillage (ou plus justement l'angle de contact) du cordon avec le substrat est mauvais (supérieur à $\pi/2$).

Yadroitsev *et al.* présentent également une analyse de la stabilité des cordons sans visualisation au cours de la fabrication (Yadroitsev, et al., 2010). Sur le même substrat, ils font évoluer la hauteur de poudre à laser, bien que le mode opératoire ne soit pas décrit (le montage expérimental semble néanmoins différent de celui de la "manip coin" présenté en section VI.4.1, (Yadroitsev, 2009)). Ils constatent l'existence de domaines de stabilité du même type que ceux qui seront présentés dans la suite de ce chapitre : pour une même hauteur de couche, l'instabilité croît avec *V* et décroît avec *P*, tandis qu'à vitesse de balayage et puissance du laser constantes, l'instabilité s'accentue avec l'augmentation de ΔZ_{poudre}. Précisons que les auteurs travaillent à une vitesse de balayage maximum de 250 mm/s, ce qui est de nouveau faible comparé à la rentabilité exigée dans le milieu industriel. Toutefois, ces résultats montrent que la stabilité du cordon est possible à forte vitesse de balayage si la puissance du laser augmente en conséquence. C'est donc bien la tendance qui est prise par les fabricants de machines. Enfin, Yadroitsev *et al.* s'intéressent également à la refusion du substrat sous-jacent au monocordon et étudient les angles de mouillage du bain. Une des poudres qu'ils utilisent est en grande majorité composée de cuivre tandis que le substrat est en acier. Du fait de la différence de conductivité thermique entre ces deux matériaux, les cordons de Yadroitsev *et al.* présentent une zone refondue beaucoup plus faible que ceux obtenus en section VI.4 (qui sont réalisés à partir d'une poudre et d'un substrat en C263). Notons cependant que si les domaines de stabilité du cordon (au regard des instabilités de Plateau-Rayleigh) obtenus par Yadroitsev *et al.* sont similaires à ceux présentés par la suite dans ce chapitre, les formes de cordons optimales que les auteurs proposent sont différentes de celles qui seront présentées en Figure VI-55. Ils arrivent en effet que les auteurs constatent l'apparition de balling alors que les angles de mouillage correspondent plutôt à ceux de cordons continus et réguliers. Cela est logique car la poudre utilisée pour ces constatations est une poudre CuNi10 alors

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

que le substrat est en acier Inox 304L. De ce fait, la zone refondue est très différente que celles qui auraient été générées si le substrat était de même nature que la poudre.

D'autres chercheurs essayent de suivre la stabilité du bain en cours de fabrication à l'aide de caméras. Alkahari *et al.* utilisent une caméra rapide pour observer le plateau de fabrication par le dessus et déportent leur laser de fusion(Alkahari, et al., 2014). Contrairement à la caméra thermique utilisée dans cette thèse, la caméra d'Alkahari *et al.* n'est pas placée en amont de la tête scanner. De ce fait, elle observe une portion fixe du lit de poudre. Afin d'améliorer la qualité des images, une source lumineuse externe éclaire la surface du lit de poudre (comme le système Cavilux qui sera présenté en Annexe A). Encore une fois, les vitesses de balayage du laser utilisées par les auteurs sont faibles au regard des vitesses industrielles, bien que les énergies linéiques mises en jeu soient de l'ordre de celles qui seront présentées dans la suite du chapitre. D'autre part, les hauteurs de poudre étalées peuvent aller jusqu'à 1 mm, ce qui est bien au-delà des 30 à 50 µm généralement utilisés. Alkahari *et al.* observent la surface du bain liquide et montrent que cette dernière augmente avec P et diminue lorsque V augmente. D'autre part, de fortes valeurs de ΔZ_{poudre} entraînent l'apparition de *balling* et l'augmentation des projections de liquide hors du bain. Leurs tendances sur la stabilité évoquées sont similaires à celles qui seront présentées par la suite.

Enfin, concernant la mesure de la température du bain proprement dite, il est important de préciser que peu d'auteurs décrivent comment ils détectent le contour du bain liquide, encore appelé l'isotherme de fusion (notamment lors de l'utilisation de caméras travaillant dans le visible (Alkahari, et al., 2014)). Il est donc possible que de mauvaises estimations de la taille du bain soient faites. Cependant, Rombouts *et al.* (qui utilisent une caméra thermique) ont mis en œuvre une méthode proche de celle utilisée dans cette thèse pour la détection de l'émissivité du C263 (cf. section VI.2.2) pour déterminer la température de luminance correspondant à la température de fusion de leur matériau (Rombouts, et al., 2006). Les auteurs arrivent donc à visualiser la formation du *balling* lors d'essais à très faible vitesse. Cependant, bien que Rombouts *et al.* utilisent une caméra thermique et obtiennent précisément le contour du bain liquide, aucun travail n'est fait sur les données thermiques (gradient ou température de luminance) contrairement aux travaux présentés dans le cadre de cette thèse. L'imagerie thermique n'est utilisée que pour pouvoir détecter la forme du bain et en tirer des critères géométriques (aire, largeur et longueur du bain). Cette approche est également utilisée par Craeghs *et al.* (Craeghs, et al., 2010).

VI.4 Étude paramétrique 1D : essais en "manip coin"

Un nouveau protocole d'essais, désigné sous le nom de "manip coin", a été mis en œuvre pour les fabrications qui permet d'économiser du temps d'utilisation machine par rapport au protocole d'essais classiques nécessitant le lasage de plusieurs plateaux de fabrication à épaisseur de couche de poudre constante.

VI.4.1 Présentation des essais

L'inconvénient d'utiliser un protocole classique est la multiplication des essais de lasage de plateaux "plans" par autant de valeur de hauteur de couche de poudre que l'on souhaite étudier. Cela est dû au fait que la machine PM100 du Centre des Matériaux n'est programmable qu'à une épaisseur de couche constante. Au mieux, il est possible de fractionner les essais en étudiant des multiples d'une hauteur de couche. Il peut être envisageable d'étaler des couches successives de 5 µm par exemple, et de laser sur une, ou plusieurs épaisseurs afin d'avoir une hauteur de couche de 5, 10, 15 ou 20 µm. Cette technique présente cependant un très fort risque d'abîmer, voire d'arracher les cordons lasés lors

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

de l'étalement de la couche suivante, ce qui ne permet pas de mener une bonne caractérisation desdits cordons. Toutefois, il est possible d'outrepasser cette limitation dans le cas d'un lasage de monocordons ou de draps (monocordons juxtaposés sur une même couche) en travaillant sur un plateau ou substrat d'altitude variable. Plusieurs possibilités sont alors envisageables :

- usiner un substrat en pente ou en forme d'escalier ;
- incliner un substrat plan en insérant une cale sous un de ses côtés.

Dans les deux cas, la surface du plateau de fabrication n'est pas plane pour la dépose de la première couche. Après étalement de la première couche de poudre, le niveau est fait : on a donc déposé plus de poudre d'un côté du plateau que de l'autre (cf. Figure VI-32). Outre la diminution d'un grand nombre de plateaux nécessaires pour étudier plusieurs hauteurs de couche, cette méthode du plateau incliné permet d'effectuer tout un lot de monocordons sous la même atmosphère protectrice, ce qui permet d'assurer une meilleure reproductibilité des essais.

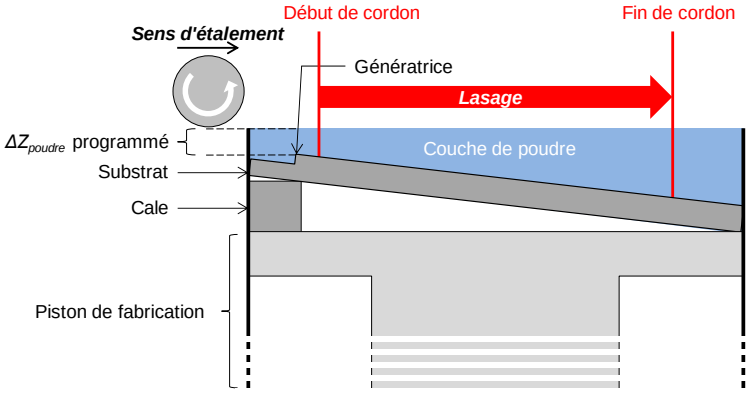


Figure VI-32 : Schématisation de la "manip coin" pour l'EP1D par insertion d'une cale sous un des côtés du plateau

L'usinage d'un plateau incliné n'est pas une technique très compliquée en soi. Elle a déjà été mise en œuvre dans la littérature (Li, et al., 2012). Il est cependant difficile de réaliser une pente douce pour ne pas augmenter trop rapidement la hauteur de couche. En effet, si le substrat mesure 100 mm de diamètre (comme dans le cas de la Phénix PM100), une épaisseur de couche évoluant de 500 µm d'un côté à l'autre nécessite la réalisation d'une pente de moins de 0,3° ! Toutefois, en connaissant précisément l'angle auquel a été usiné le substrat, il est possible de connaître la hauteur de couche déposée.

L'utilisation d'une cale sous une extrémité d'un plateau plan présente l'avantage d'être beaucoup plus simple à mettre en œuvre car elle permet l'utilisation d'un substrat conventionnel, grâce au jeu laissé entre le piston de fabrication et son cylindre. C'est cette méthode qui a été mise en œuvre dans le cas de cette étude paramétrique et qui a été baptisée "manip coin". Le principal désavantage de cette méthode est le manque de précision de l'inclinaison. En effet, pour des raisons pratiques de mise en œuvre, la cale est constituée d'un ou plusieurs feuillards d'acier inoxydable collé(s) sous le substrat. S'il est possible de connaître précisément l'épaisseur du ou des feuillards, leur maintien au substrat est assuré par un collage, or l'épaisseur de la couche de colle est une donnée inconnue. De plus, dans notre cas, le bac de fabrication est circulaire, et il est délicat de placer la cale exactement dans l'axe d'étalement (cf. Figure VI-). D'autre part, le bon maintien du substrat au piston de fabrication est assuré par un verrouillage pneumatique. Cette étape est assez brutale et peut engendrer un déplacement

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

du plateau de fabrication sur quelques millimètres dans le plan X/Y. Un décalage par rapport à l'axe d'étalement, et/ou une cale non parfaitement centrée sur cet axe, entraîneraient une variation difficilement quantifiable de la hauteur de couche. Aussi, l'utilisation de la "manip coin" semble peu propice à une connaissance précise de la hauteur de couche étalée. Toutefois, il nous est possible de remédier à ce problème en extirpant du bac de fabrication le substrat avec la poudre après lasage (très délicatement pour ne pas modifier la couche déposée) et en l'analysant au moyen d'un profilomètre laser. Après avoir scanné la surface avec la poudre, il est possible de la souffler et de rescanner le substrat et les cordons lasés sans qu'ils aient bougé. Ainsi, la différence des deux altitudes obtenues lors des scans profilométriques permet d'avoir la hauteur de couche effectivement déposée avant lasage (cf. Figure VI-33). Le profilomètre utilisé ici est un profilomètre laser AltiSurf 500 commercialisé par la société AltiMet (cf. Figure VI-34).

Ajoutons par ailleurs qu'une génératrice (marche de 1080 µm de profondeur) a été usinée sur le substrat. Cette génératrice permet d'avoir une arête sur laquelle peut se faire la détection du zéro du piston de fabrication (cf. Figure VI-32). Notons aussi que le substrat étant froid, le régime thermique n'est pas établi pour la "manip coin", à l'inverse du lasage d'une pièce sur plusieurs couches. Il est impossible de pallier ce problème en chauffant le substrat compte tenu du fait que ce préchauffage requiert un certain temps auquel il faut ajouter le temps nécessaire pour effectuer la purge de l'enceinte de fabrication. Effectuer la "manip coin" sur substrat chaud permettrait aux cordons (ainsi qu'aux images thermiques obtenues) d'être plus proches de ce qui se passe lors du lasage d'une pièce classique. Cependant, il aurait fallu apporter des modifications en profondeur à la machine PM100. Différentes voies auraient pu être envisagées telles que la conception d'un nouveau piston de fabrication de manière à ce qu'il puisse être chauffé, ou encore par l'adjonction d'un second laser préchauffant la surface du plateau de fabrication.

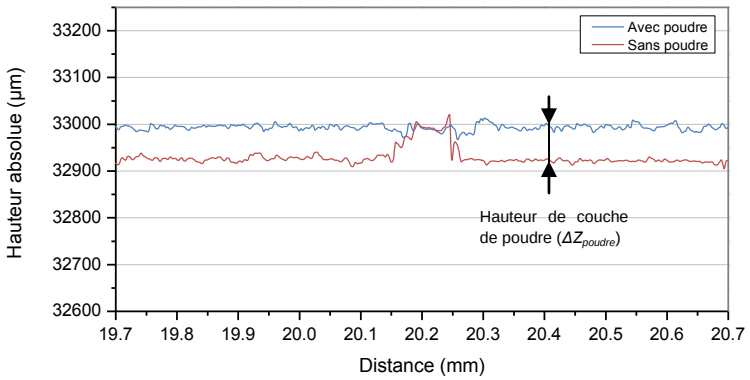


Figure VI-33 : Profils transversaux (parallèles à la génératrice) non lissés obtenus par profilométrie laser sur le substrat avec et sans poudre dans le cas de la "manip coin" mettant en évidence un cordon lasé pour une hauteur de couche de 65 µm

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

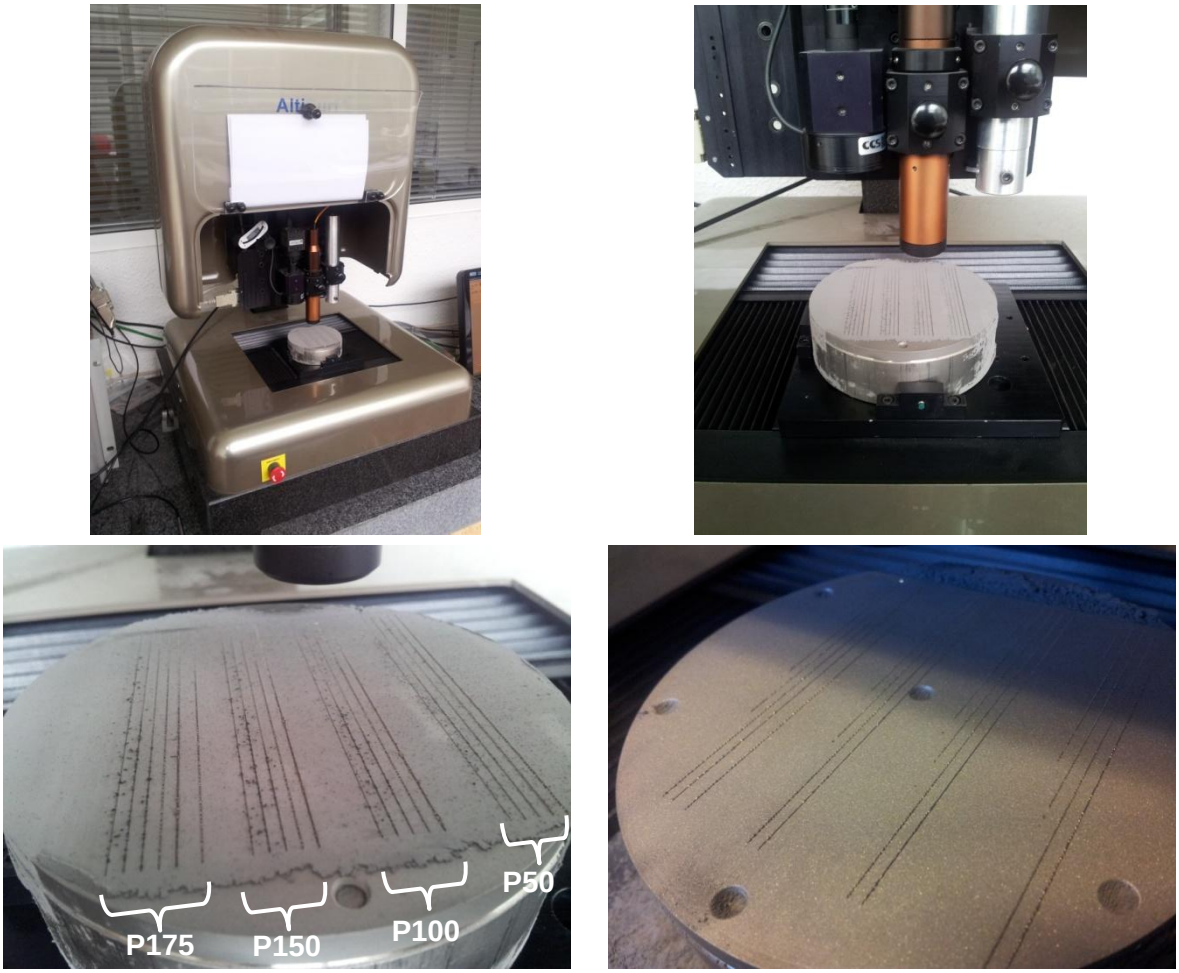


Figure VI-34 : Profilomètre laser utilisé pour la mesure de la hauteur de couche (en haut) et substrat lasé avec et sans couche de poudre (en bas)

Les fabrications réalisées pour cette EP1D consistent en des monocordons de 70 mm de long. Le lasage s'est fait dans le sens d'étalement de la poudre comme décrit dans la Figure VI-32. Les cordons ont été lasés un par un et un film thermique a été acquis à chaque fois. De ce fait, pour chaque cordon, plus la distance lasée augmente, plus le numéro de la *frame* du film thermique est élevé, et plus la hauteur de couche de poudre à laser est forte. Afin de connaître cette hauteur de couche, des profils transversaux (parallèles à la génératrice) ont été acquis par profilométrie laser avec et sans poudre à différentes distances depuis le début du cordon. On peut s'apercevoir sur la Figure VI-35 que ces hauteurs de couche varient linéairement avec la distance lasée, c'est-à-dire la distance par rapport à la génératrice. Il est donc possible de remonter par régression linéaire à la hauteur de couche en fonction de la distance lasée, et donc en fonction de la *frame* sur le film thermique.

Il est désormais possible d'observer l'influence de la hauteur de couche sur un seul film thermique. D'autres auteurs tels que Li *et al.* lasent les cordons perpendiculairement à la pente, *i.e.* parallèlement à la génératrice dans notre cas (Li, et al., 2012). Un tel mode opératoire n'aurait pas permis de visualiser l'évolution des signaux thermiques sur un seul film. De plus, l'imprécision du positionnement de la pente par rapport à la direction de lasage peut amener à effectuer le lasage sur des hauteurs de couche variables, notamment dans le cas de fortes pentes. Le dénivelé du substrat mis en œuvre par Li *et al.* est de 175 µm par millimètre ! Notre "manip coin" présente donc une pente bien plus douce car la hauteur de couche n'augmente que de 230 µm au bout d'un déplacement laser de 70 mm comme le montre la Figure VI-35. Sur cette Figure, on peut également distinguer que les

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

hauteurs de couches de poudre ne sont pas les mêmes pour les trois cordons présentés. Cela s'explique par le fait que la cale n'était pas parfaitement alignée avec l'axe d'étalement de la poudre.

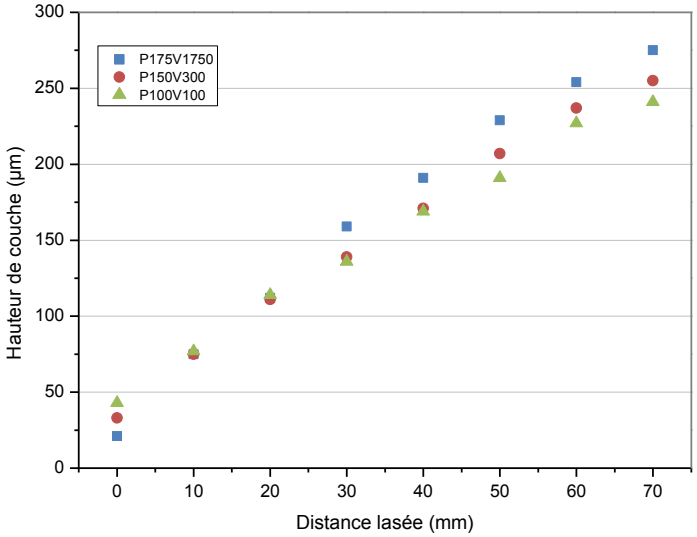


Figure VI-35 : Hauteurs de couche de poudre mesurées par profilométrie laser pour différentes conditions *P-V*

Les paramétries utilisées pour la réalisation des cordons de l'EP1D sont récapitulées dans le Tableau VI-2 ci-après. Quatre séries de cordons, chacune à des puissances laser *P* différentes ont été étudiées pour lesquelles 5 vitesses de balayages *V* différentes ont été choisies afin de se placer à 5 valeurs d'énergie linéique E_l constante entre les séries. Le diamètre du spot laser Φ_l est constant et égal à 70 µm, ce qui implique que l'énergie surfacique E_s est équivalente à l'énergie linéique à un coefficient près (cf. section VI.2.1). Les cordons ont été regroupés sur le substrat par puissance (cf. Figure VI-34 et Tableau VI-2). On parlera par la suite de série P175 pour désigner les cordons lasés à 175 W (et réciproquement pour les autres valeurs de *P*). Pour chaque série, le cordon de gauche (en considérant la génératrice placée en haut) est lasé à une énergie linéique de 0,1 J/mm. Cette énergie va croissante jusqu'au cordon le plus à droite de la série qui est lasé à $E_l = 1$ J/mm. Un problème d'acquisition a eu lieu lors du lasage du cordon P175V350 et le film thermique n'a pas pu être enregistré. Cette paramétrie a été relasée d'où la présence d'un 6ème cordon à l'extrême droite de la série P175. Par ailleurs, la Figure VI-35 et le Tableau VI-2 montrent bien que la cale n'est pas parfaitement alignée sous le substrat, car la hauteur de couche ne varie pas de la même façon suivant la position du cordon sur le plateau. En raison du temps considérable nécessaire à l'acquisition, au dépouillement et à la mise en vis-à-vis des différentes méthodes (observations au MO, au MEB, par profilométrie, par caméra thermique et traitement Matlab), compte tenu du retard avec lequel a été lancée l'étude paramétrique et thermique, et au vu de sa forte similarité avec les autres séries, la série P50 n'a pas été observée par découpe et enrobage, et n'a pas été sujette à une corrélation des données thermiques avec le reste de l'expérimentation.

Notons enfin que les fabrications de cette EP1D sont des cordons de taille conséquente. De ce fait chaque cordon présente des zones éloignées de l'axe optique (début et fin du cordon, voire son intégralité). Comme il a été dit plus haut (cf. section VI.1.1.1), la lentille F-Theta-Ronar et les miroirs galvanométriques de la tête scanner sont adaptés à la longueur d'onde du laser de fusion et non à celle utilisée par la caméra thermique. Il en découle donc des phénomènes de diffraction lorsque la zone observée est éloignée de l'axe optique. La Figure VI-36 présente les images thermiques obtenues pour le lasage du cordon P175V1750 au début et fin de cordon. Dans le cas où le chemin optique serait

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

adapté aux longueurs d'onde de l'observation, la tache lumineuse ne serait pas censée se déplacer dans le champ de la *frame*. La variation de la longueur de la tache lumineuse provient quant à elle de la différence de hauteur de couche de poudre entre le début (faible ΔZ_{poudre}) et la fin du lasage (fort ΔZ_{poudre}) où le phénomène de *balling* apparaît. Les phénomènes de distorsion des images ont été considérés comme négligeables. Rappelons également que le déplacement de la tache lumineuse durant le film thermique n'influe pas sur le traitement effectué par le programme Matlab, car ce dernier calcule les gradients à partir de la position du point chaud et non d'un pixel fixe.

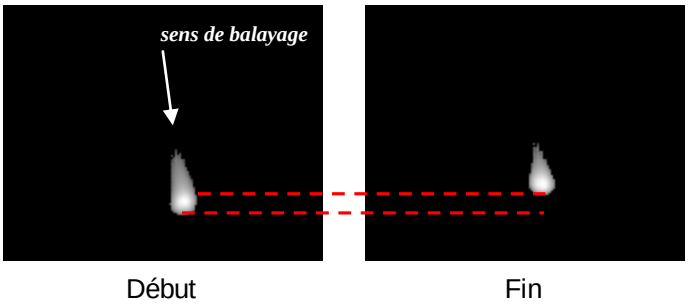


Figure VI-36 : Déplacement de la tache lumineuse au cours du lasage d'un cordon de grande dimension à cause des phénomènes de diffraction

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Nom	P	V	Φ_l	E_l	E_s	ΔZ_{poudre} minimum	ΔZ_{poudre} maximum
	W	*mm/s*	*µm*	*J/mm*	*J/mm²*	*µm*	*µm*
P175V1750	175	1750	70	0,1	1,819	44	275
P175V875	175	875	70	0,2	3,638	46	274
P175V700	175	700	70	0,25	4,547	38	260
P175V350	175	350	70	0,5	9,095	40	254
P175V175	175	175	70	1	18,189	40	259
P150V1500	150	1500	70	0,1	1,819	28	250
P150V750	150	750	70	0,2	3,638	32	254
P150V600	150	600	70	0,25	4,547	34	252
P150V300	150	300	70	0,5	9,095	33	255
P150V150	150	150	70	1	18,189	34	262
P100V1000	100	1000	70	0,1	1,819	56	245
P100V500	100	500	70	0,2	3,638	54	247
P100V400	100	400	70	0,25	4,547	50	244
P100V200	100	200	70	0,5	9,095	53	243
P100V100	100	100	70	1	18,189	54	241
P50V500	50	500	70	0,1	1,819	41	242
P50V250	50	250	70	0,2	3,638	44	245
P50V200	50	200	70	0,25	4,547	43	247
P50V100	50	100	70	0,5	9,095	44	243
P50V50	50	50	70	1	18,189	45	247

Tableau VI-2 : Récapitulatif des paramétries utilisées pour l'EP1D

VI.4.2 Résultats obtenus

VI.4.2.1 Résultats généraux

Le premier constat à faire après avoir soufflé la poudre du substrat est que certains cordons sont tout d'abord rectilignes et continus aux faibles épaisseurs de couche, puis deviennent discontinus à mesure que l'épaisseur de poudre augmente pour enfin ne plus adhérer au substrat (cf. Figure VI-37). L'impact du laser sur le lit de poudre et l'absence de matière consolidée sur le substrat est clairement visible sur les données profilométriques pour les lasages à forte épaisseur de poudre et pour certaines

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

paramétries (cf. Figure VI-38). L'absence de matière consolidée sur le substrat provient non pas d'un manque de puissance laser, mais du fait que la couche de poudre est trop importante vis-à-vis de l'énergie linéique disponible. Il n'y a donc pas d'ancrage mécanique du cordon sur le plateau à l'image de ce qui se passe lors du lasage en contre-dépouille. Cependant, dans la majorité des cas industriels, les cordons en contre-dépouille sont soudés à d'autres cordons de la couche en cours du fait du recouvrement, ce qui permet de conserver la poudre fondue dans la pièce au lieu qu'elle soit soufflée avec le lit de poudre comme pour les cordons de l'EP1D. Dans notre cas, il n'y a pas d'ancrage (*i.e.* pas de fusion du plateau) car le cordon est déjà discontinu et partiellement lié au plateau avant que l'épaisseur de couche soit trop importante. Du coup, le maintien de la portion en contre-dépouille à la portion du cordon ayant adhéré au substrat n'a pas lieu et les billes de *balling* alors formées "flottent" en surface du lit de poudre. On peut voir sur la Figure VI-39 que ces billes de *balling* peuvent se combiner à celles provenant des micro-explosions du bain générées par une détente brutale du gaz piégé dans le bain (cf. section VI.2.3.1). Cela montre donc que le lasage d'une contre-dépouille sans accroche avec un cordon relié au substrat peut entraîner des irrégularités géométriques dans la pièce car les portions ainsi lasées peuvent être expédiées au loin et atterrir sur une portion déjà lasée, ce qui peut induire un défaut aux couches suivantes.

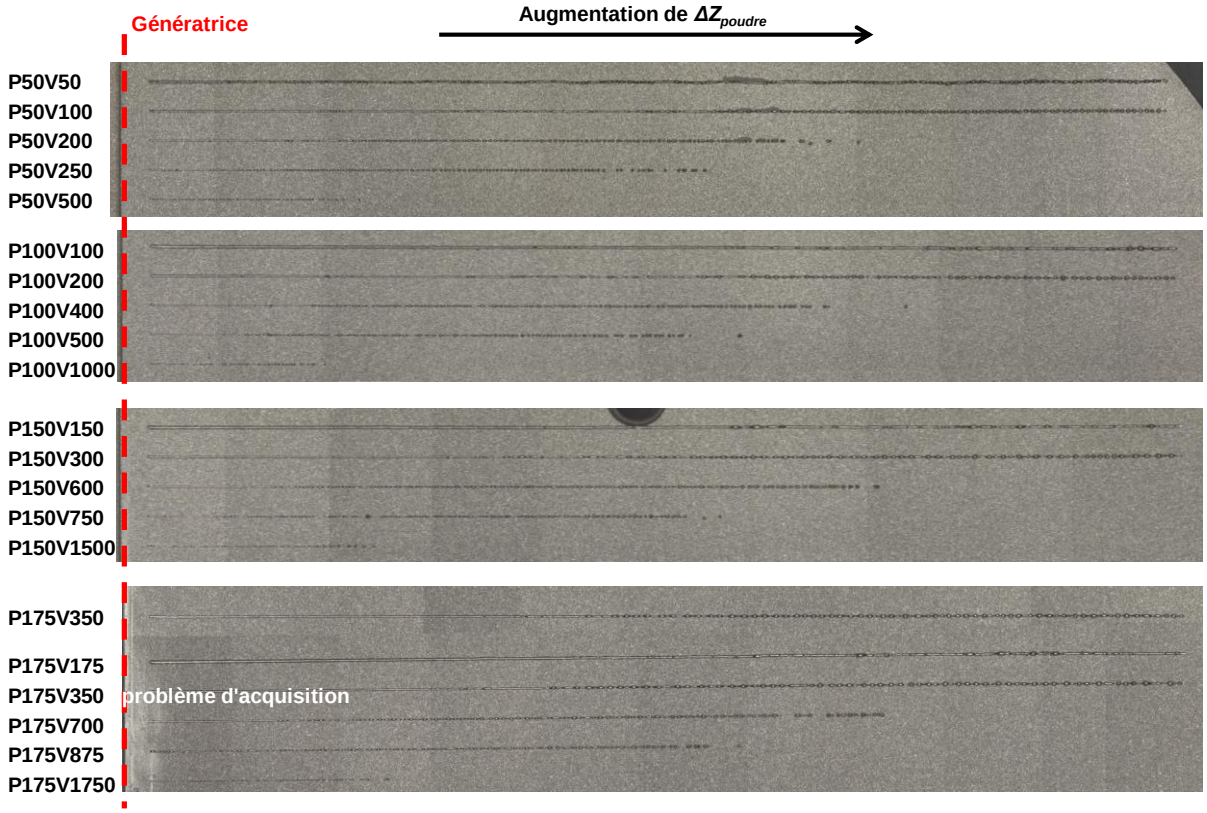


Figure VI-37 : Vue d'ensemble des monocordons obtenus pour l'EP1D après soufflage de la poudre

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

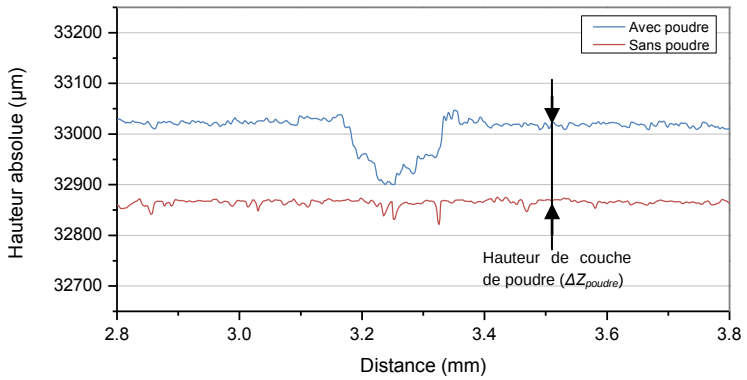


Figure VI-38 : Profils transversaux (parallèles à la génératrice) non lissés obtenus par profilométrie sur le substrat avec et sans poudre dans le cas de la "manip coin" mettant en évidence la non adhérence d'un cordon lasé à P175V1750ΔZ151 ou la fusion incomplète de la hauteur de poudre

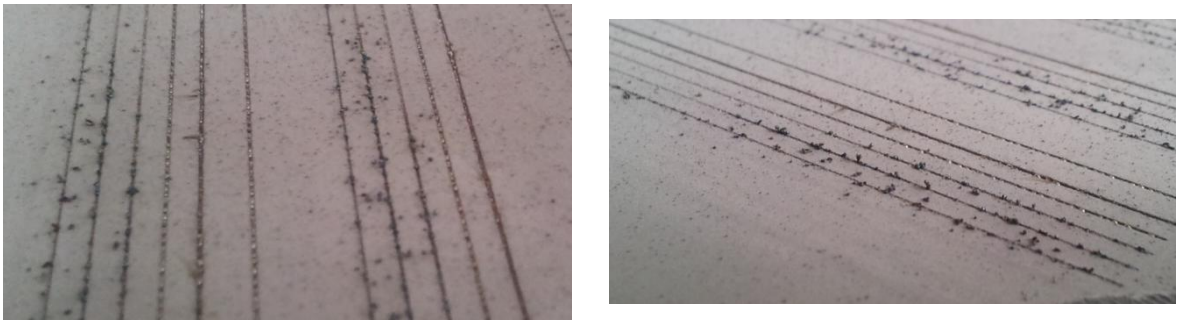


Figure VI-39 : Projections de billes et de billes de *balling* n'ayant pas adhéré au substrat et se retrouvant à la surface du lit de poudre (l'ensemble de ces billes peut être soufflé du substrat)

À première vue, la Figure VI-37 laisse à penser qu'à énergie linéique égale, la hauteur de couche maximale pour laquelle il y a tout juste adhérence au substrat est la même. On appellera également ces valeurs "hauteur maximale de poudre fondue". Toutefois, comme la cale n'a pas été parfaitement positionnée sous le substrat, l'épaisseur du lit de poudre varie légèrement d'un cordon à l'autre et les parallèles à la génératrice ne sont pas très exactement à iso-hauteur de couche. Les hauteurs de couche maximales pour lesquelles il y a eu tout juste adhérence ont été obtenues en couplant les analyses profilométriques et l'observation des cordons et sont présentées en Figure VI-40. On peut y voir que, contrairement à ce que laissait supposer la Figure VI-37, les valeurs maximales de hauteur de poudre fondue ne sont pas constantes pour une énergie linéique donnée. Elles restent cependant proches car seulement 22 µm au maximum séparent une série d'une autre, ce qui est inférieur aux hauteurs de couche conventionnellement utilisées. Dans cette fenêtre, la hauteur maximale de poudre fondue augmente avec la puissance. Notons également que ces hauteurs ne semblent pas varier linéairement avec l'énergie linéique dans la gamme de 0,1 à 1,0 J/mm. En effet, pour toutes les séries, dans le cas où $E_l \geq 0{,}5$ J/mm, le cordon, qu'il forme du *balling* ou non, a adhéré au substrat jusqu'au bout des 70 mm de lasage, soit jusqu'à la hauteur maximale de poudre lasée pour ces cordons (d'où un palier des valeurs). Toutefois, il est possible qu'on ne puisse pas extrapoler la linéarité du début de la courbe aux lasages à fortes énergies linéiques car si trop d'énergie est apportée à la poudre, des phénomènes d'évaporation peuvent avoir lieu diminuant de fait le volume de matière passé à l'état liquide et donc la hauteur maximale de poudre fondue. Rappelons que les hauteurs de couche maximales mises en jeu ici sont bien supérieures aux hauteurs utilisées pour la fabrication des pièces.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

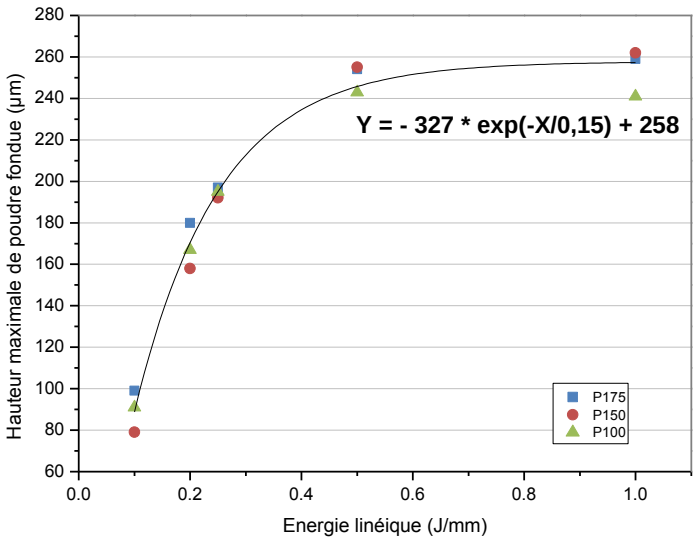


Figure VI-40 : Hauteur de couche maximale pour laquelle il y a tout juste adhérence au substrat

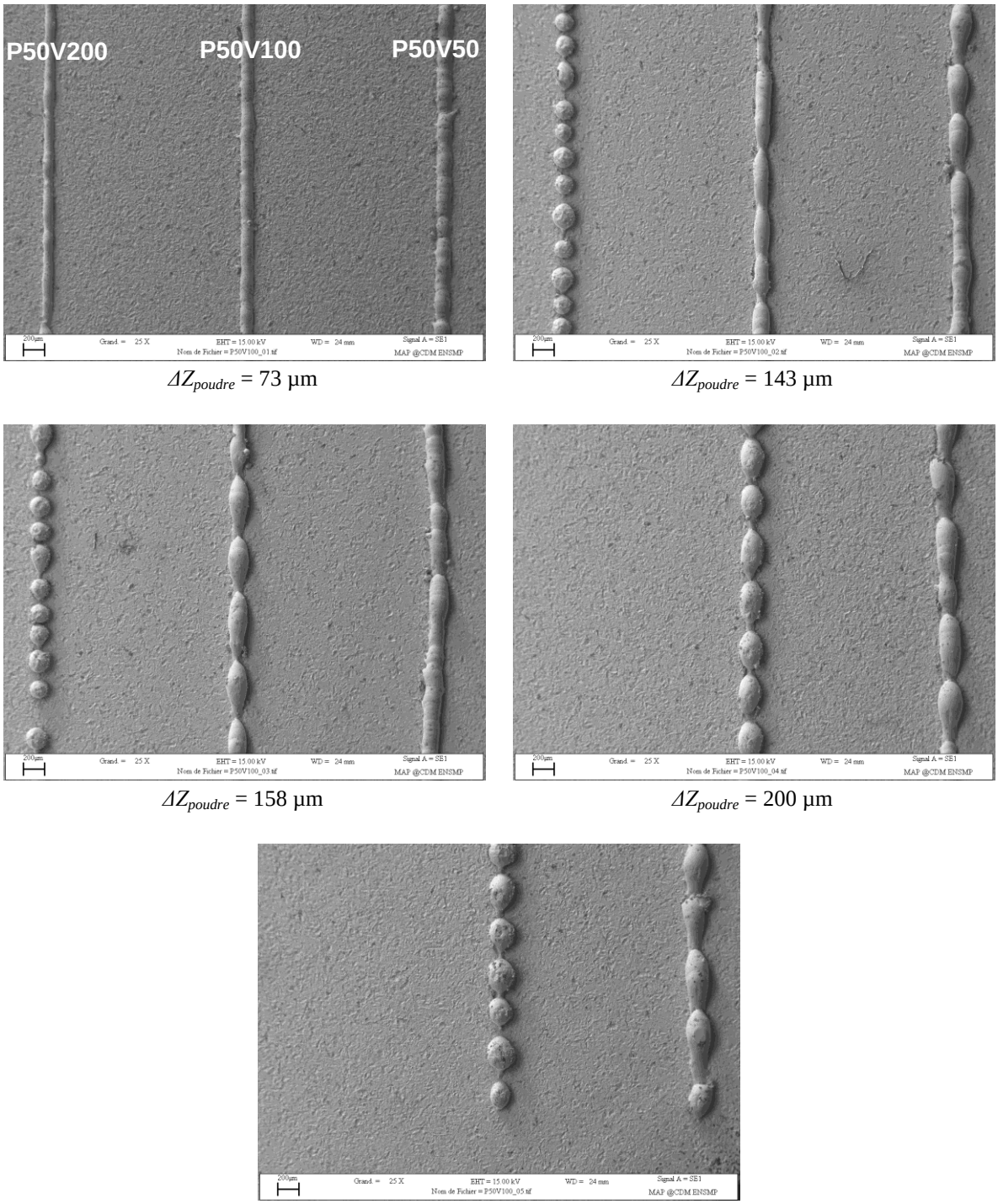
VI.4.2.2 Stabilité de construction

Dans la littérature, l'étude de l'influence de la hauteur de couche sur la géométrie et la stabilité des cordons ne se fait qu'en comparant des fabrications réalisées à des ΔZ_{poudre} constants. Cela peut se comprendre car le procédé SLM travaille normalement à hauteur de couche constante. Or, dans la "manip coin", la hauteur de couche de poudre varie pour un même cordon à *P* et *V* donnés. Un tel essai permet d'observer une apparition graduelle des instabilités. Les clichés MEB observés sur la Figure VI-41 montrent clairement le passage d'un cordon rectiligne stable à un cordon perturbé par les instabilités de Rayleigh jusqu'à ce que celles-ci le fracturent en billes sphériques (*i.e.* jusqu'au *balling*) et enfin jusqu'au-delà de la hauteur maximale de poudre fondue (*i.e.* non adhérence du cordon au substrat). Notons la similitude flagrante de ces photos avec les instabilités de Rayleigh survenant lors d'un écoulement liquide présentées en Figure VI-26. On constate par ailleurs sur la figure ci-après que les gouttes de *balling* affichent un diamètre de plus de 200 µm, ce qui est bien supérieur à la largeur du cordon stable et est de loin supérieur à la taille de la poudre dont le d_{90} est donné à 20 µm.

Il est possible d'observer des instabilités du bain survenant lors de lasages à faible puissance et à assez fortes énergies linéiques (*i.e.* faibles vitesses) se caractérisant par un manque de continuité, de régularité et de rectitude du cordon. Yadroitsev *et al.* ont constaté ce phénomène sur les aciers inox 316L et 904L (Yadroitsev, et al., 2007), (Yadroitsev, et al., 2010). Plus l'énergie linéique apportée au lit de poudre augmente, plus le bain liquide devient large et plus sa viscosité diminue. De ce fait, les phénomènes hydrodynamiques tels que la convection de Marangoni s'accentuent au point d'entraîner des perturbations à la surface du bain liquide. Vilaro observe aussi ce phénomène sur le C263 pour une énergie linéique de 4 J/mm et une énergie surfacique de 20,37 J/mm^2 (Vilaro, 2011). Notons que son étude a été réalisée sur une machine différente de la PM100 (une Trumpf LF 250 en l'occurrence) sur laquelle il est entre autre possible de faire facilement varier le diamètre du faisceau laser en cours de fabrication. Des fortes instabilités (*balling*) n'ont pas été observées à faible vitesse de balayage dans le cadre de l'EP1D, car leur domaine d'existence se situe pour des temps d'interaction laser t_{int} (cf. Eq VI-17) supérieurs à ceux mis en œuvre. Les lasages à faible vitesse, bien qu'ils puissent être source d'instabilité modérée, ne sont pas particulièrement recherchés car ils ne permettent pas d'obtenir une haute productivité du procédé. La tendance actuelle est de monter plus haut en puissance et en vitesse

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

afin de diminuer les temps de fabrication, car c'est le temps de lasage qui est le facteur prépondérant quant au temps de fabrication d'une pièce (cf. Chapitre V).



ΔZ_{poudre} = 73 µm

ΔZ_{poudre} = 143 µm

ΔZ_{poudre} = 158 µm

ΔZ_{poudre} = 200 µm

ΔZ_{poudre} = 233 µm

Figure VI-41 : Naissance et croissance des instabilités au sein de cordons de paramétries P50V200, P50V100 et P50V50, observées au MEB en mode SE

Au vu de la "manip coin", il est possible de définir une limite de stabilité du cordon en fonction de la hauteur de poudre à laser. On considèrera que le cordon est instable et que la construction d'une pièce est impossible s'il affiche, de manière répétée, des amincissements sur plus de

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

la moitié de sa largeur. Si l'épaisseur de la couche à laser se situe en deçà de cette limite, le cordon sera considéré comme stable. Les éventuelles petites oscillations qu'il peut présenter sur son contour peuvent être supprimées par recouvrement comme nous le verrons dans le cas de l'étude paramétrique à deux dimensions (cf. section VI.5), et notamment dans la Figure VI-78. Précisons que dans cette définition de la stabilité, il est possible que des cordons soient considérés stables (car rectilignes et réguliers) sans toutefois qu'ils se prêtent bien à la construction de pièces. C'est notamment le cas de cordons présentant du *keyhole* qui sont sujets aux porosités et à l'évaporation (cf. Figure VI-56). Au-delà de la hauteur maximale de poudre fondue, le cordon se situe dans la zone de non adhérence au substrat (ou à la couche précédemment lasée dans le cas d'une construction de plusieurs couches). Trois domaines sont clairement visibles sur chacun des graphiques présentés en Figure VI-42 et Figure VI-44. Le domaine n°1 correspond à des cordons stables présentant un bon mouillage du substrat. Le domaine n°2 correspond à des cordons présentant des instabilités fortes ou du *balling* associé de ce fait à un mouillage imparfait du substrat. Enfin, le domaine n°3 correspond à la non adhérence des cordons sur le substrat, donc à l'absence de mouillage du cordon sur ce dernier. Précisons que Yadroitsev et Smurov obtiennent des domaines de stabilité similaires pour le lasage de l'Inox 316L sur substrat usiné (Yadroitsev, et al., 2010). La représentation de ces domaines en fonction de E_s n'a pas été entreprise dans la mesure où l'énergie surfacique est directement proportionnelle à l'énergie linéique E_l, la campagne d'essais s'étant déroulée à Φ_l constant. Qui plus est, le temps d'interaction t_{int} est inversement proportionnel à la vitesse et à ce titre, on peut se dispenser d'une de ces deux représentations. On parlera de paramètres combinés pour les grandeurs définies dans les équations Eq VI-15, Eq VI-16 et Eq VI-17, car elles dépendent de plusieurs paramètres opératoires.

Il pourrait être intéressant de mener des essais en "manip coin" sur une autre machine qui permette de modifier le diamètre du faisceau laser afin notamment de voir la pertinence d'un paramètre combiné impliquant Φ_l vis-à-vis de la stabilité des cordons. Cela permettrait par exemple de définir s'il est plus avisé de parler d'énergie surfacique que d'énergie linéique pour décrire les bornes des domaines de stabilité. Au vu de la Figure VI-42, on peut noter que V est un paramètre prépondérant quant à la stabilité des cordons et qu'il est possible de clairement définir des domaines distincts de stabilité, contrairement à la puissance laser P. On peut toutefois noter qu'il existe un domaine pour lesquels les cordons sont stables indépendamment de la puissance laser (domaine n°1 sur le graphe de gauche de la Figure VI-42).

La prépondérance de V sur la stabilité des cordons est également visible sur la Figure VI-44 pour les paramètres combinés. En effet, comme Φ_l est constant, E_l est égal, à un facteur près, au produit de t_{int} et de P. Or, les domaines de stabilité sont mieux définis dans le graphique en fonction du temps d'interaction laser que celui en fonction de l'énergie linéique. La vitesse de balayage est donc un paramètre du premier ordre pour définir la stabilité du procédé SLM. Il s'avère aussi que le temps de réponse de la tête scanner est plus rapide que celui de la baie laser ou du dispositif de réglage du diamètre du faisceau. C'est pourquoi la vitesse de balayage constitue le paramètre de choix pour entreprendre le contrôle procédé.

Précisons qu'ici, ΔZ_{poudre} correspond à la hauteur de couche étalée. Il a été vu au Chapitre V que ΔZ_{poudre} ne correspond à ΔZ_{piston} que pour la première couche, et que la hauteur alors consolidée (H_{app}) est égale à environ la moitié de la hauteur de poudre étalée. Au bout de quelques couches, un régime permanent s'établit et la hauteur consolidée se stabilise pour correspondre à l'abaissement du piston qui avait été programmé (ΔZ_{piston}, qui correspond également au *slicing* de la pièce). Cela revient à dire que si l'on programme la fabrication d'une pièce avec des couches de 40 µm d'épaisseur à un couple (P ; V) donné, il conviendra de regarder la stabilité des monocordons réalisés dans l'EP1D pour le même couple (P ; V), mais à une épaisseur de 80 µm. Notons enfin que la Figure VI-42 montre que les cordons sont stables, indépendamment de P, pour les épaisseurs de poudre ΔZ_{poudre} inférieures à

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

60 µm (ce qui correspond à un *slicing* de la pièce à 30 µm puisqu'en première approximation, la porosité totale du lit de poudre est d'environ 50 %).

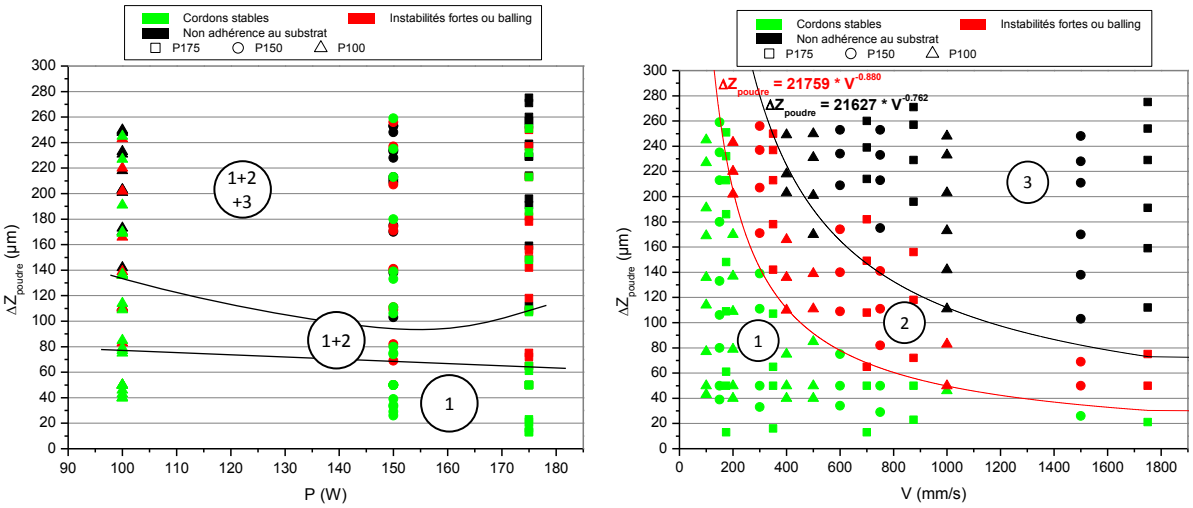


Figure VI-42 : Stabilité des monocordons en fonction des paramètres opératoires

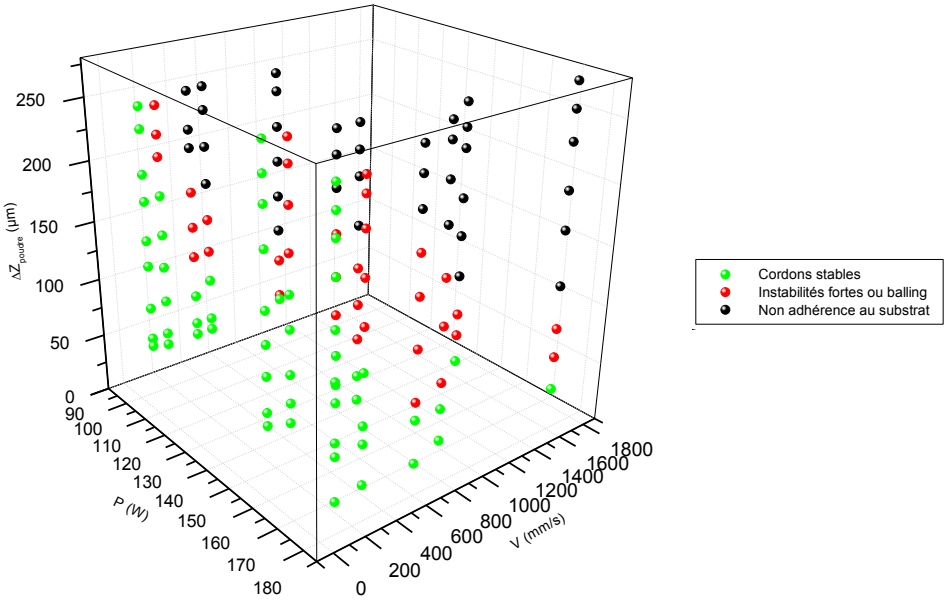


Figure VI-43 : Représentation en 3 dimensions de la stabilité des monocordons en fonction des paramètres opératoires

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

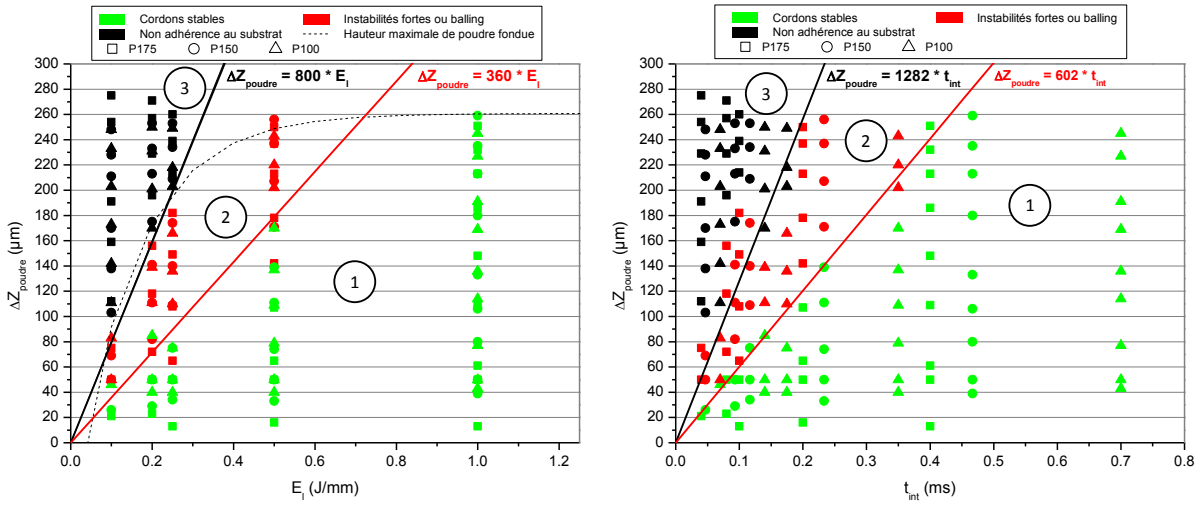


Figure VI-44 : Domaines de stabilité des monocordons en fonction des paramètres combinés : énergie linéique (à gauche) et temps d'interaction laser (à droite)

Le graphique de gauche de la Figure VI-44 montre qu'il existe des domaines de stabilité distincts en fonction de l'énergie linéique. Considérons qu'un cordon sur la frontière entre le domaine d'instabilité ou de *balling* et le domaine de non adhérence correspond à l'élévation de la température du volume de poudre sous le faisceau laser (pour la hauteur de poudre considérée) de la température ambiante T_{amb} à la température de fusion T_f, et à la fusion de la masse de poudre concernée. Si l'énergie apportée à la poudre n'est pas suffisante, le volume de poudre considéré ne sera pas fondu et ne pourra pas adhérer au substrat (domaine n°3 correspondant à la non adhérence). Considérons que l'absorptivité moyenne du lit de poudre est définie par Abs^{poudre} (en %, et dont la valeur est inconnue), on peut alors écrire le bilan énergétique suivant où P_t est la porosité du lit de poudre, P la puissance laser, V la vitesse de balayage, et Φ_l le diamètre du faisceau laser :

$$\left(1-\frac{P_t}{2}\right) * \Delta Z_{poudre} * \Phi_l * V * \rho * \left[Cp_s \cdot \left(T_f - T_{amb}\right) + \Delta H_f\right] = Abs^{poudre} * P \qquad \textbf{Eq VI-24}$$

Il est possible de réécrire cette équation sous la forme suivante :

$$\Delta Z_{poudre} = \frac{Abs^{poudre}}{\left(1-\frac{P_t}{2}\right) * \Phi_l * \rho * \left[Cp_s \cdot \left(T_f - T_{amb}\right) + \Delta H_f\right]} * E_l \qquad \textbf{Eq VI-25}$$

En traçant cette relation en fonction de E_l grâce aux valeurs données dans le Tableau II-8, en considérant T_{amb} = 20°C et P_t = 50 % et en ajustant la droite de manière à ce qu'elle corresponde à la frontière entre le domaine d'instabilité ou de *balling* et celui de non adhérence (cf. Figure VI-44), on obtient une absorptivité de la poudre Abs^{poudre} de 30 %. Il s'agit d'une absorptivité minimale car l'Eq VI-24 représente l'égalité entre la puissance absorbée par le lit de poudre et celle qui a servi à former le cordon dont la forme est une bille en l'absence de zone diluée. Glardon *et al.* indiquent que l'absorbance d'un lit de poudre (d_{50} = 20 µm) d'un alliage base nickel est de 64 % à la longueur d'onde de 1064 nm (Glardon, et al., 2001). La loi du rayonnement de Kirschhoff stipule que l'absorptivité monochromatique directionnelle d'un matériau est égale à son émissivité monochromatique directionnelle (les bons émetteurs sont de bons récepteurs). La valeur d'absorptivité avancée par Glardon *et al.* concorde bien avec la valeur d'émissivité du lit de poudre obtenue en section VI.2.2 (à savoir ε_{C263} = 0,631) et est donc supérieure à la valeur minimale trouvée ici. Comme précédemment, on peut alors considérer que l'Eq VI-26 correspond à la séparation du domaine stable et du domaine

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

d'instabilité ou de *balling*. Cette équation correspond à l'élévation de la température du volume de poudre considéré qui est présent sous le faisceau laser jusqu'à une température T_{pic} supérieure à la température de fusion du matériau.

$$\Delta Z_{poudre} = \frac{Abs^{poudre}}{\left(1-\frac{P_t}{2}\right) * \Phi_l * \rho * \left[Cp_s \cdot (T_f - T_{amb}) + \Delta H_f + Cp_l \cdot (T_{pic} - T_f)\right]} * E_l \qquad \textbf{Eq VI-26}$$

En faisant alors coïncider la droite ΔZ_{poudre} en fonction de E_l entre le domaine n°1 et le domaine n°2 (cf. Figure VI-44), tout en conservant une absorptivité de la poudre de 30 %, on obtient une température T_{pic} de 2735°C, correspondant à la température d'ébullition de l'alliage. Ce résultat rend bien compte du phénomène physique observé car on doit s'attendre à un cordon bien plus chaud que dans le cas précédent. En effet, le cordon liquide doit pouvoir restituer une partie de la puissance absorbée pour former une zone diluée dans le substrat, abaissant ainsi quelque peu la température du bain.

Il est possible de faire de même avec le graphique représentant ΔZ_{poudre} en fonction du temps d'interaction t_{int}. Grâce au Chapitre V et à l'analyse dimensionnelle, on peut concevoir l'existence d'un débit volumique de poudre affectée par le laser D_v^{poudre} tel que :

$$D_v^{poudre} = \left(1-\frac{P_t}{2}\right) * \Delta Z_{poudre} * \Phi_l * V \qquad \textbf{Eq VI-27}$$

Ce qui, d'après l'Eq VI-17, peut également s'écrire :

$$\Delta Z_{poudre} = \frac{D_v^{poudre}}{\left(1-\frac{P_t}{2}\right) * \Phi_l^2} * t_{int} \qquad \textbf{Eq VI-28}$$

On trouve alors un débit volumique de poudre de 4,712 mm^3/s (soit 16,9 cm^3/h) pour la frontière entre les domaines n°2 et n°3 et un D_v^{poudre} = 2,212 mm^3/s (soit 8,0 cm^3/h) pour la frontière entre les domaines n°1 et n°2. Ces débits volumiques correspondent au volume de cordon engendré par le laser au cours du temps. On pourra donc parler de débit volumique théorique de cordon consolidé $D_v^{cordon,théo}$ (cf. Eq VI-27). Dans le cas où leur valeur est trop importante, le volume de poudre est vraisemblablement trop grand (*i.e.* la couche de poudre est trop épaisse) au regard du temps d'interaction laser/lit de poudre, et l'énergie apportée ne permet pas de fondre convenablement la poudre. Le bain n'est alors pas porté assez haut en température et sa forte viscosité implique un moins bon mouillage avec le substrat résultant en des cordons instables. Si les valeurs du débit volumique de poudre augmentent encore, l'énergie communiquée à la poudre pendant le temps d'interaction n'est plus suffisante pour fondre l'intégralité du volume de poudre, entraînant la non adhérence des cordons au substrat.

On peut considérer que la surface transversale S_c du cordon est équivalente à l'aire d'un segment circulaire de corde e_{app} et de hauteur H_{app} (comme décrit dans la Figure VI-55). Sa valeur est fonction du rapport d'élancement du cordon et sa dimension est donnée par le terme e_{app}^2 (dernière relation de l'Eq VI-34). Cette relation de la surface transversale du cordon consolidé est plus pertinente que de l'assimiler au produit $H_{app} * e_{app}$ comme le montre la Figure VI-45. Sur cette dernière, on peut voir que l'on fait près de 20 % d'erreur sur la section consolidée du cordon lorsque son angle de mouillage est égal à 0,5 π, et près de 30 % lorsqu'il est égal à 0,3 π. On peut noter aussi que l'erreur que l'on fait augmente avec l'énergie volumique $E_{vol,1}$. Il est ainsi possible de définir un débit volumique expérimental de cordon consolidé $D_v^{cordon,exp}$ (cf. Eq VI-29). La Figure VI-46 montre que le

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

débit volumique théorique calculé grâce à l'Eq VI-27 a tendance à sous-estimer la valeur du débit volumique effectivement consolidé.

$$D_v^{cordon,exp} = S_c * V \qquad \textbf{Eq VI-29}$$

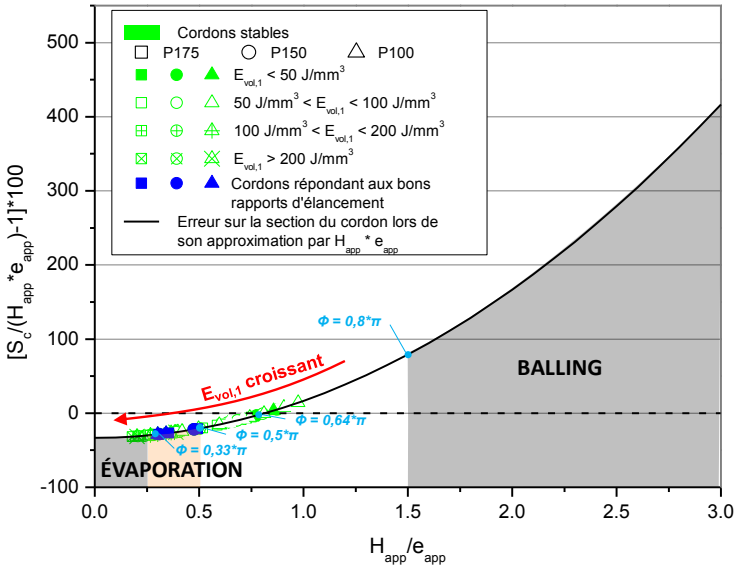


Figure VI-45 : Erreur faite sur l'approximation de la surface consolidée du cordon par le produit e_{app} * H_{app} au lieu de la surface S_c d'un segment circulaire de corde e_{app} et de hauteur H_{app}

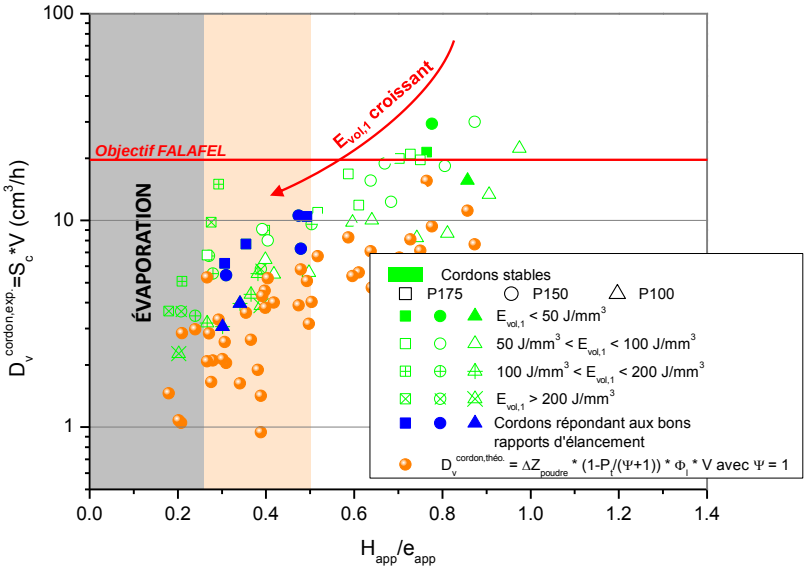


Figure VI-46 : Comparaison des débits volumiques de cordon consolidé théorique et expérimental en fonction du rapport d'élancement du cordon

VI.4.2.3 Zone refondue

Si la stabilité d'un cordon est un paramètre important à suivre pour prévoir la stabilité d'une construction, il est également important d'observer la profondeur de la zone refondue H_{ZR}, de même que sa hauteur H_{app} et sa largeur apparente e_{app} (cf. Figure V-4). La profondeur de la zone refondue est une donnée importante, car elle permet de déterminer dans quelle mesure le cordon est ancré au substrat ou aux couches sous-jacentes. Il est important de viser une forte profondeur car cela permet

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

d'une part d'assurer un bon ancrage mécanique, et d'autre part, de refondre plusieurs couches précédemment solidifiées. Il s'ensuit alors une meilleure homogénéisation du matériau, et la possibilité de diminuer la porosité de la pièce. En effet, il n'est pas rare de retrouver du gaz occlu dans les pièces lasées, c'est-à-dire une porosité de forme sphérique constituée de fines poches de gaz qui auraient été piégées dans le liquide et qui n'auraient pas eu le temps de remonter à l'aide de forces hydrodynamiques pour s'évacuer en surface libre du bain avant sa complète solidification. C'est un phénomène bien connu de la fabrication additive qui ne se limite pas au SLM (Maisonneuve, 2008), (Vilaro, 2011). L'origine de cette poche de gaz peut provenir du lit de poudre dont la compacité est en moyenne de 50 %, mais aussi du gaz occlu déjà présent dans les particules de poudre (cf. Chapitre III). Toutefois, les poudres de SLM étant de petite taille, la porosité intraparticulaire reste faible et l'origine de la porosité de gaz occlu provient alors plus de la compacité du lit de poudre. Notons que le travail sous dépression ou vide partiel permet, en plus de limiter les projections, de favoriser l'évacuation de ces gaz occlus car ils remonteront plus facilement à la surface du bain liquide.

Il est opportun de définir un rapport d'élancement du cordon qui sera un indice quant à la qualité de ce dernier (cf. Figure VI-56). Ce rapport r_e^{cordon} est défini par l'équation suivante :

$$\boldsymbol{r_e^{cordon} = \frac{H_{app}}{e_{app}}} \qquad \textbf{Eq VI-30}$$

De la même manière, on peut définir un rapport d'élancement de la zone refondue r_e^{ZR} par l'équation suivante :

$$\boldsymbol{r_e^{ZR} = \frac{H_{ZR}}{e_{app}}} \qquad \textbf{Eq VI-31}$$

Il est parfois utile d'additionner ces deux rapports d'élancement pour rendre compte d'un facteur de forme du bain r_e^{bain}, parfois encore appelé *aspect ratio of melt pool* (certains auteurs définissent le rapport inverse) :

$$\boldsymbol{r_e^{bain} = \frac{H_{app} + H_{ZR}}{e_{app}} = \frac{H_{bain}}{e_{app}}} \qquad \textbf{Eq VI-32}$$

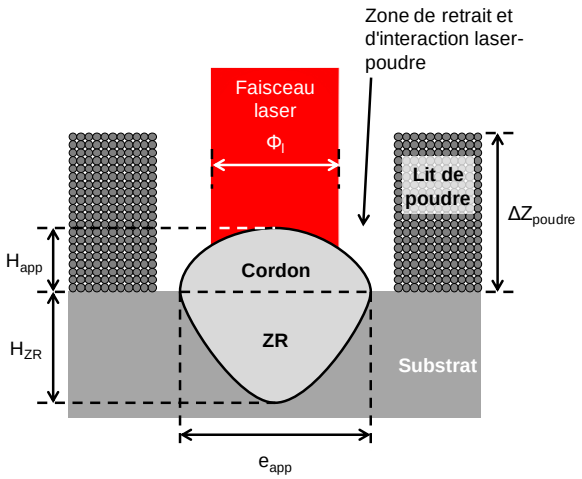


Figure VI-47 : Grandeurs géométriques relatives à un cordon ancré sur un substrat

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

À ce stade, il est également intéressant d'introduire la notion de dilution (*Dil*) traduisant l'amplitude de la zone refondue entre cordon et substrat qui peut s'exprimer par la relation suivante :

$$\boldsymbol{Dil = \frac{H_{ZR}}{H_{ZR} + H_{app}} = \left[1 + \left(\frac{H_{app}}{H_{ZR}}\right)\right]^{-1}} \qquad \textbf{Eq VI-33}$$

La connaissance de H_{ZR} n'est cependant accessible qu'après découpe, enrobage, polissage et attaque chimique des cordons. Comme dans notre cas les cordons sont regroupés par puissance laser et comme la hauteur de couche varie, quoique légèrement, d'un cordon à l'autre, il aurait été très fastidieux de les découper chacun à une hauteur de couche spécifique. Pour des raisons de simplification et de rapidité, plusieurs échantillons ont été découpés parallèlement à la génératrice. Cela implique que les observations des sections transverses de cordon n'ont pas été faites exactement à iso-hauteur de couche. Toutefois, ces hauteurs de poudre restent dans une fenêtre assez restreinte (10 µm d'écart maximum au sein d'une même série à P constant et 25 µm entre les séries à E_l constant). Les échantillons ont été attaqués au Kalling (5 g $CuCl_2$, 100 mℓ HCl, 100 mℓ éthanol) durant une vingtaine de secondes. Il est alors possible de mesurer les grandeurs géométriques relatives aux cordons en fonction de leur paramétrie (cf. Figure VI-48). On retrouve les mêmes formes de domaines de stabilité que d'autres auteurs de la littérature lors d'essais sur substrat plan, et non sur substrat incliné comme en "manip coin" (cf. Figure VI-49). Précisons à nouveau que Vilaro travaillait également sur le Nimonic 263 et qu'il a pu étudier l'influence du diamètre du faisceau laser Φ_l (Vilaro, 2011).

Notons que Körner *et al.* observent des domaines de stabilité proches en EBM (fusion par faisceau d'électrons), que ce soit expérimentalement ou par simulation (Körner, et al., 2011). Ils observent que la stabilité des cordons n'est pas sujette à variation lors de changement des paramètres P et V, tant que l'énergie linéique est gardée constante. Ils constatent également ce phénomène pour différents arrangements du lit de poudre, ce qui permet de dire que le phénomène de *balling* est indépendant de l'étalement du lit de poudre (à l'inverse du phénomène de projections de gouttelettes qui dépend de la quantité de gaz piégé au sein du lit de poudre, *ergo* de la porosité de ce dernier). Cela permet d'affirmer que pour les procédés lits de poudre, à hauteur de couche et diamètre de faisceau constants, c'est l'énergie linéique qui est le critère principal de stabilité du cordon. Bien entendu, la stabilité du cordon est également liée à la hauteur de couche utilisée ainsi qu'au diamètre du faisceau laser qui définit une portion plus ou moins grande du lit de poudre sur laquelle la puissance du laser est répartie. Il serait intéressant de compléter la présente étude par la détermination de l'influence du diamètre de faisceau. En effet, l'EP1D a montré que l'énergie linéique permettait de bien décrire les domaines de stabilité des cordons (cf. Figure VI-44 et Figure VI-48). Réaliser une étude paramétrique en faisant varier Φ_l permettrait de savoir si ces tendances sont les mêmes lorsque l'on raisonne en énergie surfacique E_s (cf. Eq VI-16). Vilaro avait étudié différentes valeurs de P et V, à hauteur de couche constante et avait pu utiliser 3 valeurs de Φ_l différentes. Il obtenait des domaines de stabilité du même type pour toutes les valeurs de diamètre de faisceau, mais a toutefois constaté l'apparition pour les fortes valeurs de Φ_l d'une puissance laser seuil en-deçà de laquelle les cordons sont instables (Vilaro, 2011).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

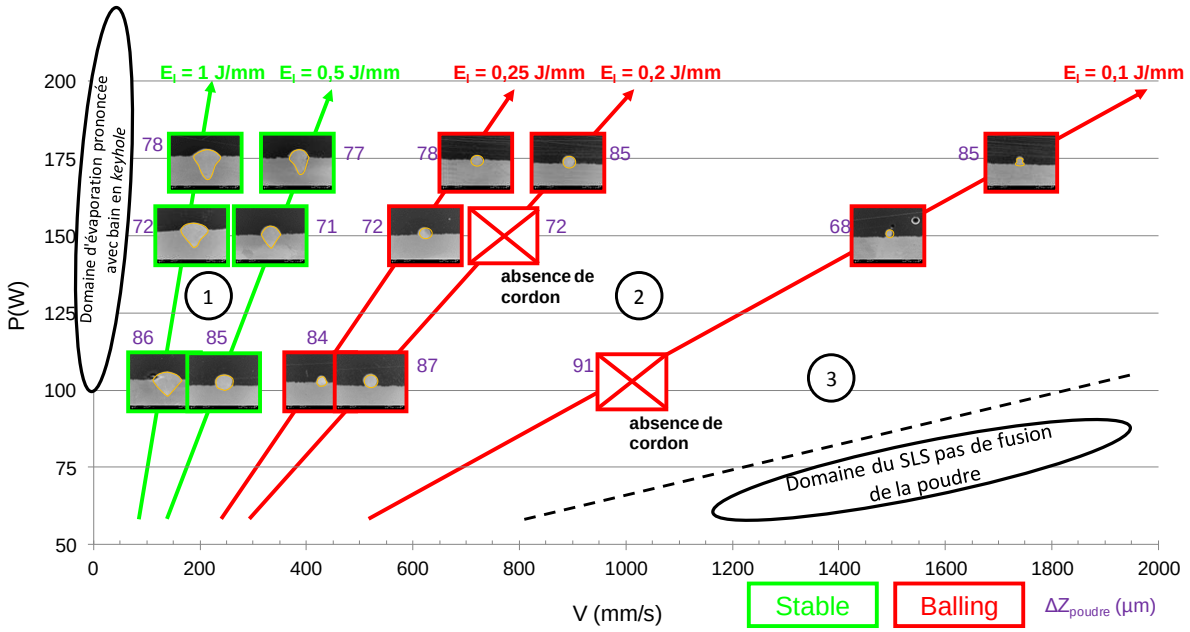
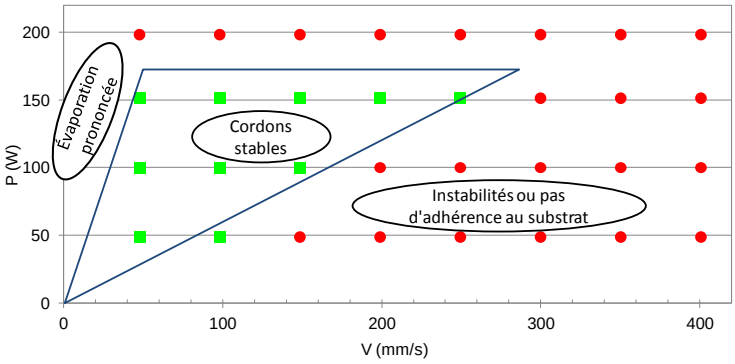
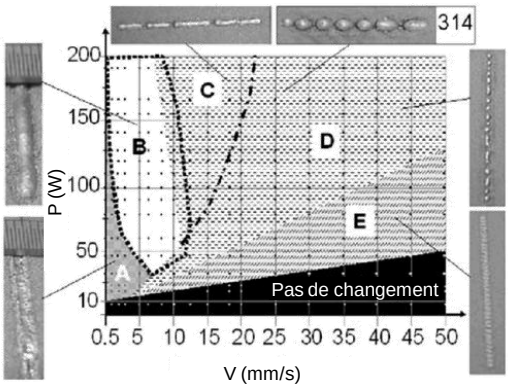


Figure VI-48 : Morphologie et stabilité des cordons observés au même grossissement en fonction de leur paramétrie (*P* ; *V*) pour une découpe à une distance de 43 mm de la génératrice affichant une épaisseur moyenne de poudre de 80 µm



C263 sous argon
Laser Nd:YAG
ΔZ_{poudre} = 50 µm
Φ_l = 150 µm



Domaines :
A : évaporation prononcée (cordons plats et continus)
B : cordons stables (arrondis et continus)
C : cordons légèrement instables (discontinus)
D : *balling*
E : cordons partiellement fondus

Acier outil de type M2 sous argon
Laser CO_2
ΔZ_{poudre} inconnu
Φ_l = 1100 µm

Figure VI-49 : Cartographie de stabilité des cordons pour un lasage à hauteur de poudre constante (d'après (Vilaro, 2011) en haut, et (Childs, et al., 2004) en bas)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Comme on peut le constater sur la Figure VI-48, il est possible de distinguer plusieurs formes de cordon selon la forme de la zone refondue. On peut distinguer 3 à 4 cas en ce qui concerne la forme de la zone refondue :

- La zone refondue est en forme de ménisque plus ou moins allongé ou de calotte sphérique (cf. Figure VI-50 a). Ce mode de fusion du substrat est qualifié de "limité par conduction" (Royer, 2014). La densité de puissance apportée au substrat après avoir fondu la poudre est insuffisante pour vaporiser le métal. La forme de la zone refondue dépend principalement de la convection de Marangoni dans le bain qui engendre des déplacements de fluide des zones à faibles tensions de surface vers les zones à fortes tensions de surface (Kruth, et al., 2007). Suivant le signe du gradient de tension de surface entre le centre et les bords du bain, le sens des mouvements convectifs va soit élargir le bain et peu le creuser, soit faire l'inverse suite à l'addition d'éléments tensioactifs dans le bain ou aux changements d'amplitude des gradients thermiques (cf. Figure VI-51). Vilaro a montré lors de lasages sur substrat massif dense sans poudre en Inconel 718 que plus le volume du bain est important (ce qui arrive lors de lasages à *P* élevé), plus les gradients thermiques dans le bain étaient faibles. Ces mouvements convectifs sont importants dans le cas de matériaux alliés car ils permettent d'homogénéiser l'alliage (Gladush, et al., 2011).

- La zone refondue est profonde et élancée (cf. Figure VI-50 b). Cette morphologie "en trou de serrure" (ou *keyhole* en anglais) est un phénomène connu des soudeurs par faisceau de haute énergie. Ce mode apparaît pour les fortes densités de puissance où l'énergie apportée au matériau massif est suffisante pour en partie le vaporiser. Il se crée donc une forte pression de vapeur qui repousse un film de matière liquide sur les bords du bain. Une petite cavité plasma apparaît alors en surface du bain, qui sera empruntée par le laser et facilitera sa descente plus profondément dans le bain. Ainsi, de proche en proche, la cavité plasma s'agrandit jusqu'à former un puits de vapeurs de diamètre légèrement supérieur à celui du faisceau laser (cf. Figure VI-52). Ce capillaire gazeux, parfois appelé "plume de vapeurs métalliques" par les soudeurs, permet au laser de descendre plus profondément dans la matière. Toutefois, son passage au travers des vapeurs métalliques atténue sa puissance jusqu'à ce que le phénomène se stabilise, atteignant ainsi une limite de pénétration du faisceau laser dans la matière (Cazes, 1994). Ce mode de fusion amène généralement à une très bonne homogénéité du matériau (Gladush, et al., 2011). On peut noter qu'on distingue la plupart du temps un évasement sur le haut du trou de serrure. On parle alors de forme en "tête de clou" (ou *nail-head* en anglais). Cette forme vient du fait que la puissance laser est peu affectée par les vapeurs au début de la formation du capillaire gazeux et que l'énergie apportée à la poudre est suffisante pour entraîner une fusion plus large de la matière déjà consolidée. D'autre part, des mouvements de convection ont lieu au sein du liquide repoussé sur les bords du capillaire et peuvent tendre à évaser le haut de la zone refondue (Xu, et al., 2007). On peut également observer cette forme de zone refondue lors du lasage de substrats massifs (sans poudre) en IN718 pour de fortes énergies linéiques (Vilaro, 2011).

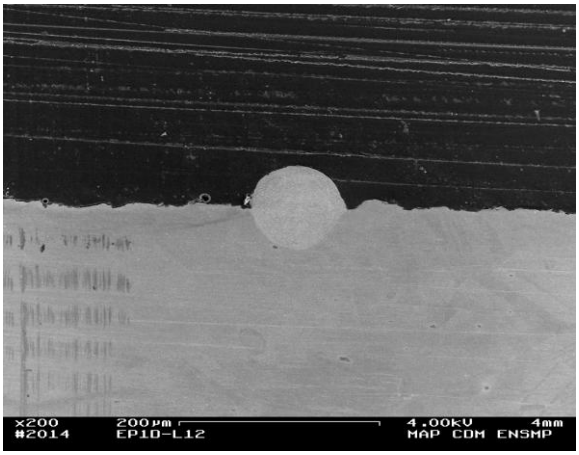
- La zone refondue est très fine (Figure VI-50 c), voire inexistante (Figure VI-50 d). Cette morphologie apparait lorsque l'énergie apportée par le faisceau laser n'est plus suffisante pour fondre le substrat après avoir traversé la couche de poudre. Généralement, ce cas de figure implique des instabilités capillaires de Plateau-Rayleigh (*balling*) auxquelles vont s'adjoindre des instabilités de Rayleigh-Taylor entre le bain liquide et le lit de poudre dans le champ gravitationnel qui amènent à des structures en contre-dépouille de rugosité

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

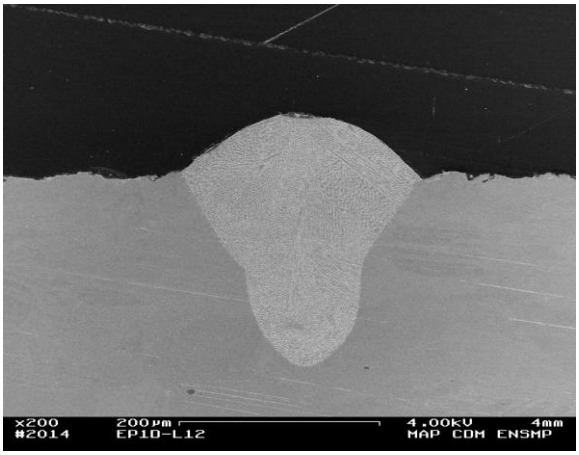
importante. Le contact entre les billes formées et le substrat est, s'il a lieu, très limité. Comme le substrat n'est pas fondu par le laser, la seule source de dissipation de la chaleur "disponible" reste la conduction depuis le cordon. Cependant du fait du contact limité, l'énergie apportée par le cordon ne permet qu'une refusion très légère du substrat. Notons que même un contact léger avec le substrat présente une influence sur la microstructure du cordon (ou plus précisément du *balling*) : s'il n'y a pas de contact, elle s'apparente à celle qu'exhibe la poudre atomisée et présente des dendrites orientées vers l'intérieur de la particule (cf. Figure VI-53), bien que l'espacement interdendritique révèle un refroidissement nettement plus rapide pour le *balling*. Avec contact, un pompage thermique a lieu et amène à un refroidissement plus rapide et à une microstructure plus fine et orientée en direction du contact avec le substrat (Figure VI-54).

La partie supérieure du cordon (en contact avec l'atmosphère) est généralement en forme de calotte sphérique plutôt qu'ellipsoïdale du fait des tensions de surface à l'interface liquide/gaz. Globalement, l'EP1D a montré que plus la zone refondue est profonde, plus la calotte sphérique sera affaissée, tandis que plus la hauteur refondue est faible plus le cordon sera de forme sphérique (cf. Figure VI-48 et Figure VI-50). Childs *et al.* ont obtenu un domaine de fabrication à faible puissance et très faible vitesse où les cordons présentent une surface plate, comme si aucune matière n'avait été déposée (Childs, et al., 2004). Ces résultats sont obtenus sur une poudre d'acier fondue par un laser CO_2 et correspondent au domaine d'instabilité à faible vitesse abordé plus haut. De par les fortes énergies linéiques apportées à la poudre, la viscosité du bain diminue et ce dernier a donc plus tendance à s'étaler, ce qui, ajouté à de plus amples phénomènes d'évaporation (du fait d'une forte puissance laser) amène à avoir l'impression qu'aucune matière ne s'est consolidée. Précisons encore que les cordons présentant un peu d'évaporation ont été considérés comme des cordons stables compte-tenu de la définition de la stabilité donnée en section VI.4.2.2, mais qu'ils ne sont toutefois pas souhaitables pour la fabrication d'une pièce. En effet, le phénomène de *keyhole* rend les cordons sujets à deux défauts : tout d'abord, l'évaporation de la matière peut entraîner la diminution de la teneur en certains éléments dans le matériau (perte de composition chimique). D'autre part, lors de son apparition, le *keyhole* se caractérise par la formation d'un capillaire gazeux descendant profondément dans le substrat (ou dans les couches préalablement consolidées de la pièce). Il arrive que ce capillaire s'effondre sur lui-même et que le liquide enveloppe le gaz qui se retrouve piégé, entraînant alors des porosités (cf. Figure VI-56).

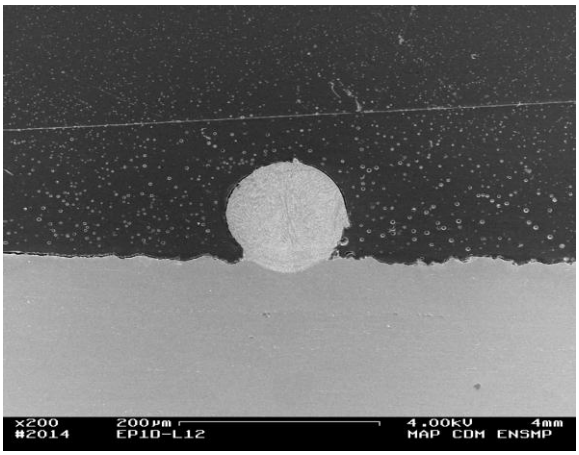
CONFIDENTIEL INDUSTRIE



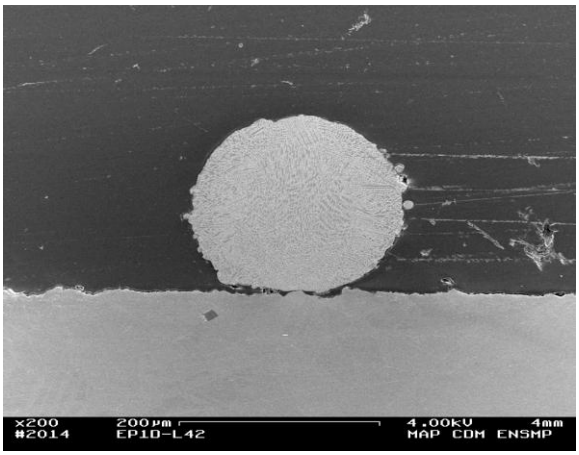
P175V700ΔZ78
(a)



P175V175ΔZ78
(b)



P100V500ΔZ87
(c)



P150V600ΔZ167
(d)

Figure VI-50 : Morphologie des cordons observés au MEB en mode SE au même grossissement après attaque chimique

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

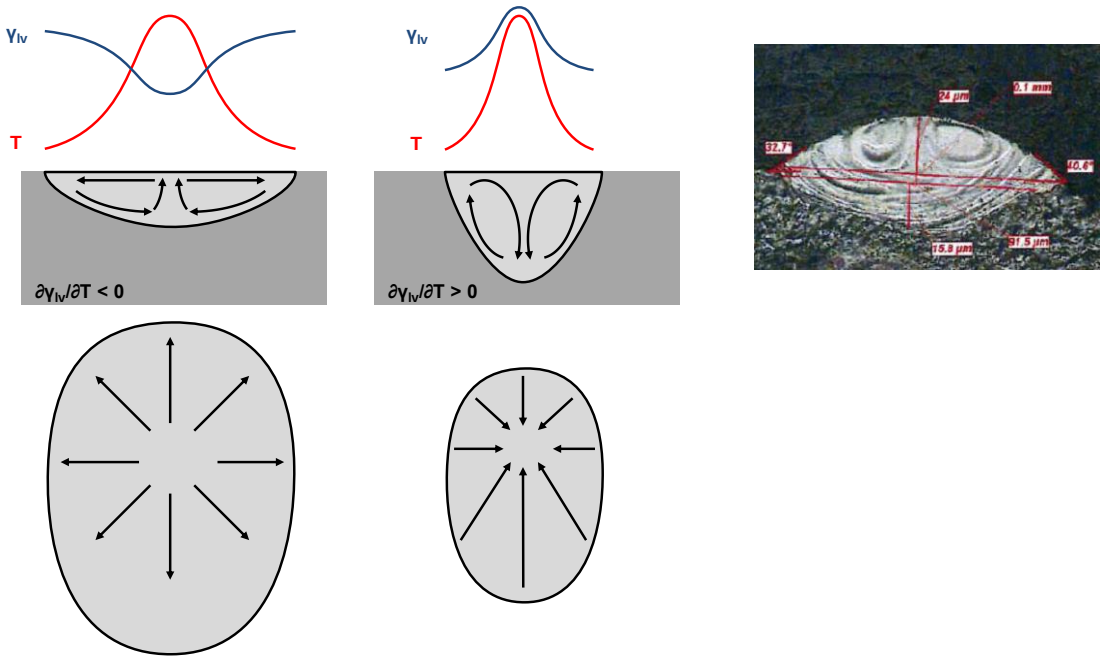


Figure VI-51 : Schématisation des effets de la convection de Marangoni (courants de convection dans le liquide à la suite d'un gradient de tension de surface du bain $\partial\gamma_{lv}/\partial T$ sur la forme du bain (d'après (Rombouts, et al., 2006)) (vue en coupe en haut, et vue de dessus en bas) et mouvements convectifs observables dans un cordon acier en SLM enrobé, poli et attaqué (Averyanova, 2011)

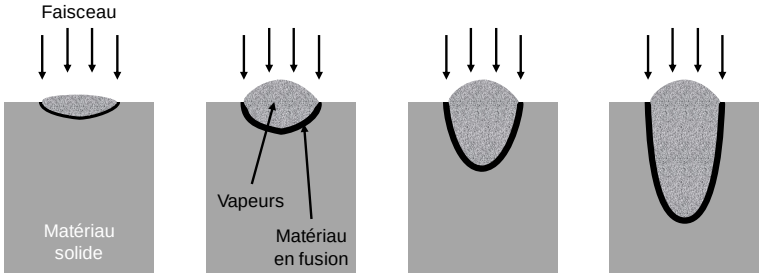
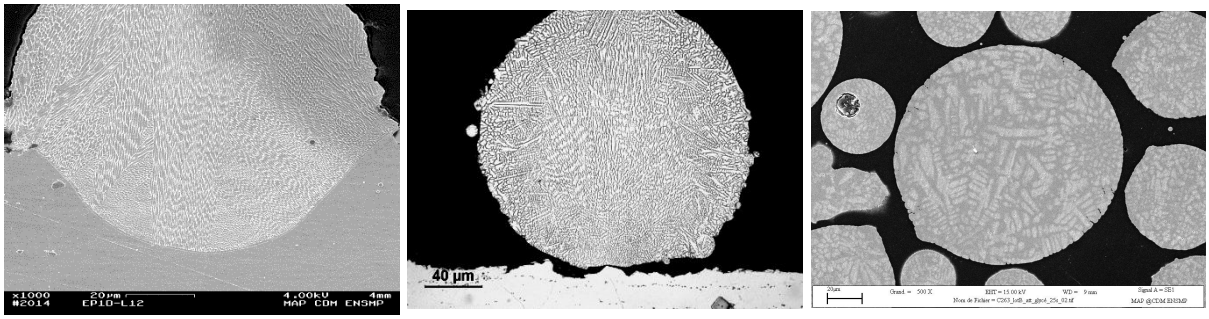


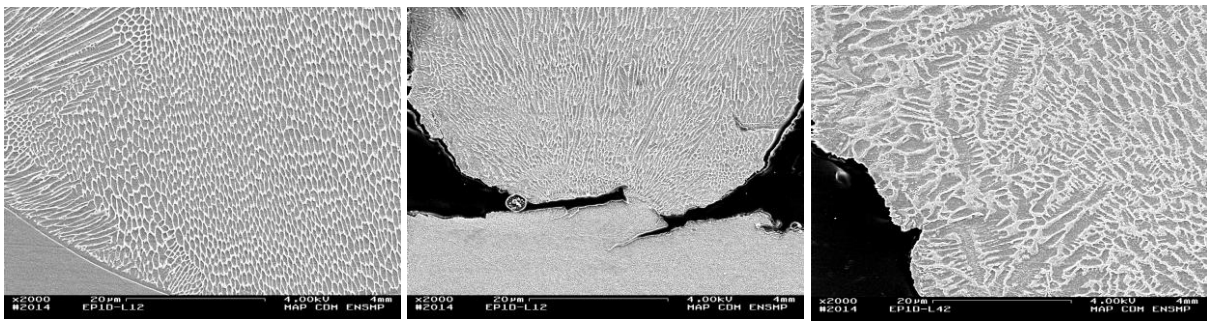
Figure VI-52 : Schématisation de la formation du capillaire dans le cadre du soudage par faisceau de haute énergie (d'après (Cazes, 1994))



ΔZ_{poudre} = 72 µm ΔZ_{poudre} = 167 µm Poudre libre

Figure VI-53 : Microstructure d'un cordon lasé à P150V600 dans le cas d'une refusion du substrat (à gauche), d'un *balling* (au centre) et microstructure d'une poudre atomisée issue du lot B de taille avoisinant celle du *balling* (à droite)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE



P100V200ΔZ85 P150V1500ΔZ68 P150V600ΔZ167

Figure VI-54 : Détail de la microstructure d'un cordon dans le cas d'un contact établi avec le substrat (à gauche), d'un contact ponctuel (au centre) et sans contact (à droite) observée au même grossissement par MEB en mode SE après attaque chimique

Dans le cas du modèle de la sphère, les trois relations suivantes permettent de calculer les facteurs d'élancement du cordon et de la zone refondue, ainsi que le facteur permettant d'évaluer la dilution en fonction de l'angle Φ (cf. Figure VI-55 et Figure VI-56) qui s'apparente à l'angle de mouillage et qu'il convient plutôt d'appeler ici angle de contact.

$$\begin{cases} r_e^{cordon} = \dfrac{H_{app}}{e_{app}} = \dfrac{(1-\cos\Phi)}{2*\sin\Phi} \\ r_e^{ZR} = \dfrac{H_{ZR}}{e_{app}} = \dfrac{(1+\cos\Phi)}{2*\sin\Phi} \\ r_e^{bain} = \dfrac{H_{app}+H_{ZR}}{e_{app}} = \dfrac{1}{\sin\Phi} \\ \dfrac{H_{ZR}}{H_{app}} = \dfrac{(1+\cos\Phi)}{(1-\cos\Phi)} \\ Dil = \left[1+\left(\dfrac{H_{app}}{H_{ZR}}\right)\right]^{-1} = \left[1+\left(\dfrac{(1-\cos\Phi)}{(1+\cos\Phi)}\right)\right]^{-1} \\ S_c = \dfrac{r_e^{cordon}}{6}\cdot\left[3\left(r_e^{cordon}\right)^2+4\right]\cdot e_{app}^{\,2} \text{ soit } \dfrac{S_c}{H_{app}\cdot e_{app}} = \dfrac{1}{6}\cdot\left[3\left(r_e^{cordon}\right)^2+4\right] \end{cases} \qquad \textbf{Eq VI-34}$$

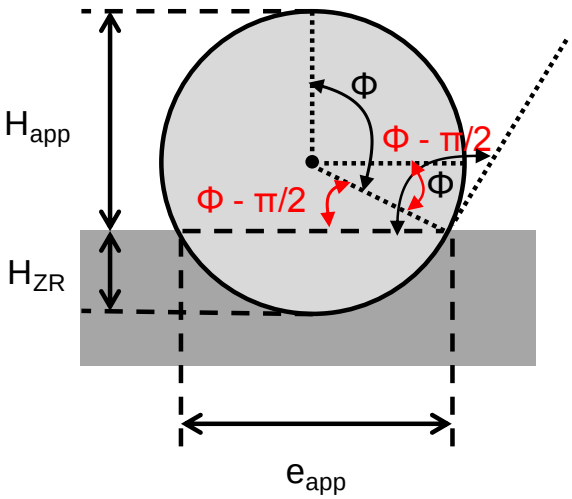


Figure VI-55 : Schématisation de la forme d'un cordon et de l'angle de mouillage, dans le cas du modèle de la sphère

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

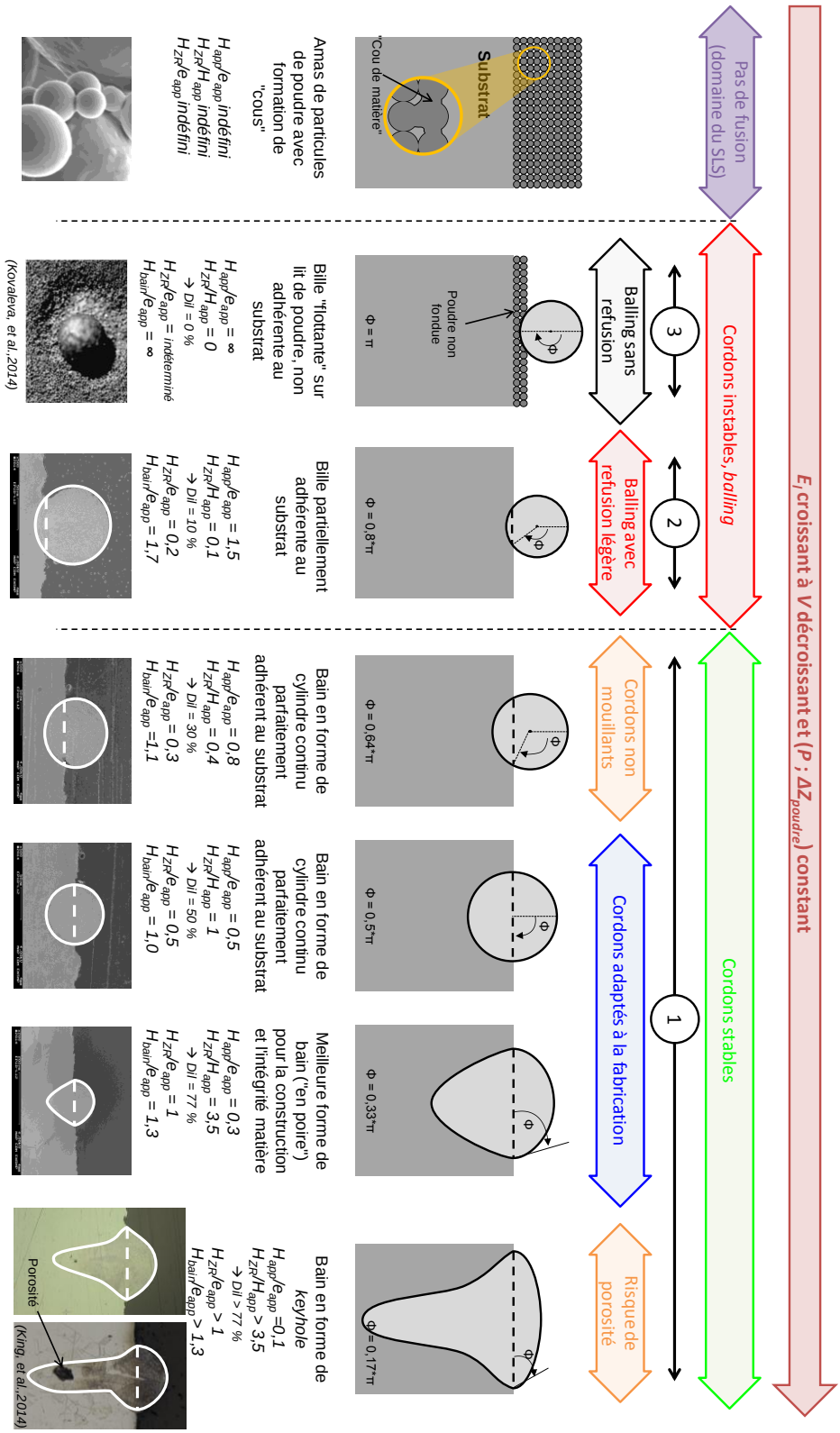


Figure VI-56 : Représentation schématique de la forme des bains (cordon et zone refondue)

Les coupes métallographiques rendent possible la mesure des valeurs de H_{app}, e_{app} et H_{ZR} pour les cordons stables, qui sont tracées dans la Figure VI-57 en fonction de la vitesse de balayage du laser pour trois puissances imposées. Il est bien connu que l'augmentation de la puissance laser accroît la largeur du bain. Ceci est vrai aussi bien pour le C263 (Vilaro, 2011), que pour d'autres alliages base

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

nickel (Royer, 2014), ou tout autre alliage (Yadroitsev, et al., 2007). Ces tendances sont décrites dans le Tableau VI-3. De même, une augmentation de la vitesse de balayage amène à des cordons moins larges et moins hauts et à des profondeurs de zones refondues plus faibles du fait que moins d'énergie est apportée au lit de poudre. Cela s'observe sur la Figure VI-57 où les cordons présentent une valeur de H_{app} élevée lors des lasages à faible vitesse de balayage et forte épaisseur de poudre. On peut également constater qu'il y a des cas pour lesquels la hauteur consolidée H_{app} est plus importante que la couche de poudre étalée initialement ΔZ_{poudre} (il s'agit des points situés au dessus de la courbe rouge). Cela sous-entend que dans certains cas, le cordon ressemble plus à une portion de cylindre ancrée sur le substrat, et que le coefficient d'anisotropie Ψ défini par l'Eq V-1 au Chapitre V est inférieur à -1 (cf. schéma du bas de la Figure V-5). On peut voir aussi que les valeurs élevées de e_{app} peuvent être obtenues pour de faibles épaisseurs de poudre, alors que ce n'est pas le cas pour les fortes valeurs de H_{app} qui n'apparaissent qu'aux forts ΔZ_{poudre} (cf. Figure VI-58). Cela s'explique par le fait que lors des lasages à forte puissance et faible vitesse de balayage, les cordons sont en forme de *keyhole* (cf. Figure VI-56). La forte température du bain diminuant la viscosité du liquide, ce dernier s'étale mieux à la surface du substrat, aboutissant à des bains plus larges. De plus, les phénomènes d'évaporation diminuent la hauteur apparente du cordon.

	H_{app}	e_{app}	e_{int}	H_{ZR}	$D_v^{ZR} = V * S_{ZR}$	Surface du bain $= l_{app} * e_{app}$	Température du bain	$e_{app} / H_{bain} = 1 / r_e^{cordon}$
P ↗	↗	↗	↗	↗	↗	↗	↗	↘ à V et ΔZ_{poudre} constants
V ↗	↘	↘	↘	↘	↗	↘		↗ à P et ΔZ_{poudre} constants
E_l ↗	↗	↗	↗	↗	↘	↗		
ΔZ_{poudre} ↗	↗ à P et V constants	↘ à P et V constants		↘ à P et V constants			↗	
$N_{couches}$ ↗		↗ (puis se stabilise après 10 couches)						

Sources : **(Alkahari, et al., 2014), (Chivel, et al., 2010), (Ilin, et al., 2014), (Krauss, et al., 2013), (Kruth, et al., 1998), (Pavlov, et al., 2010), (Royer, 2014), (Verhaeghe, et al., 2009), (Vilaro, 2011), (Yadroitsev, et al., 2007), (Yadroitsev, et al., 2010)**

Tableau VI-3 : Évolution qualitative des paramètres géométriques du cordon en fonction des paramètres opératoires

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

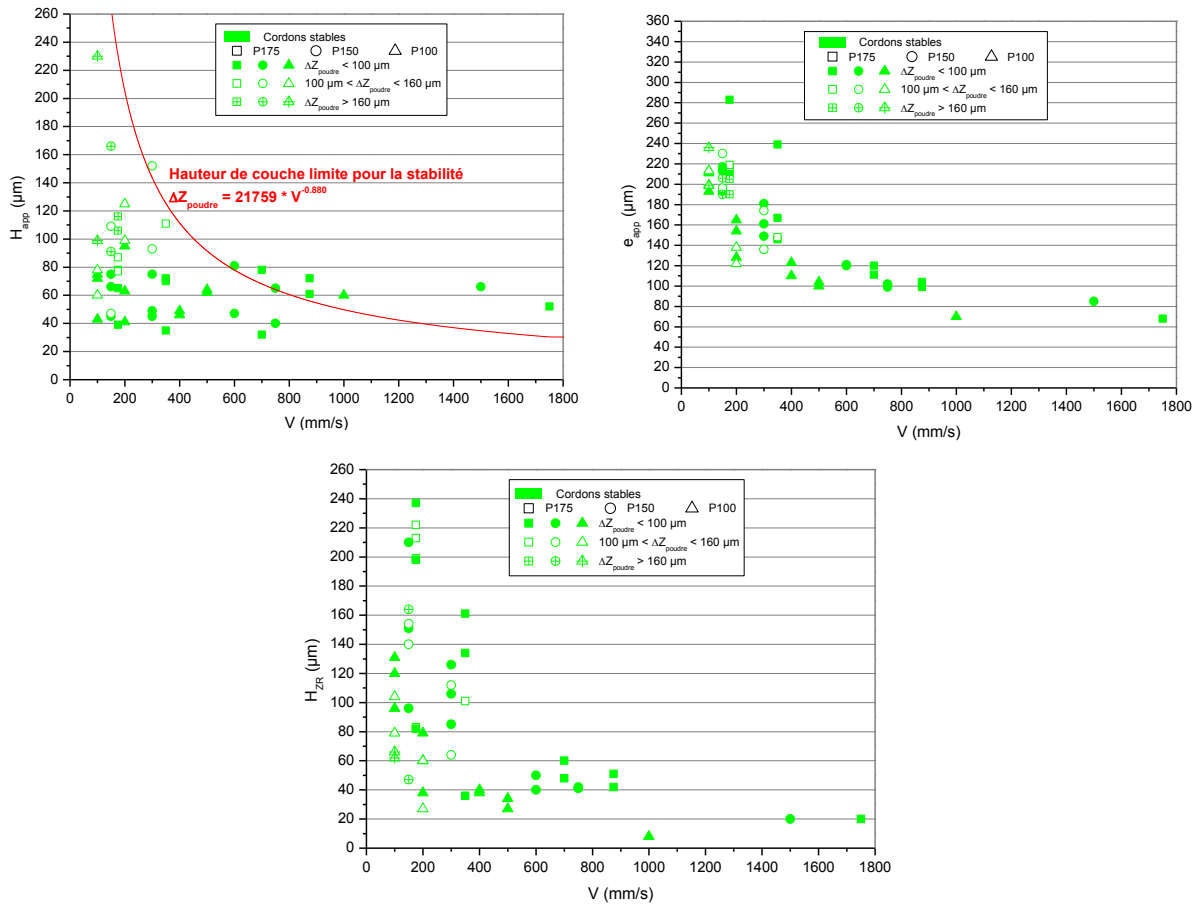


Figure VI-57 : Dimensions du cordon et de la zone refondue pour les paramétries stables en fonction de la vitesse de balayage du laser

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

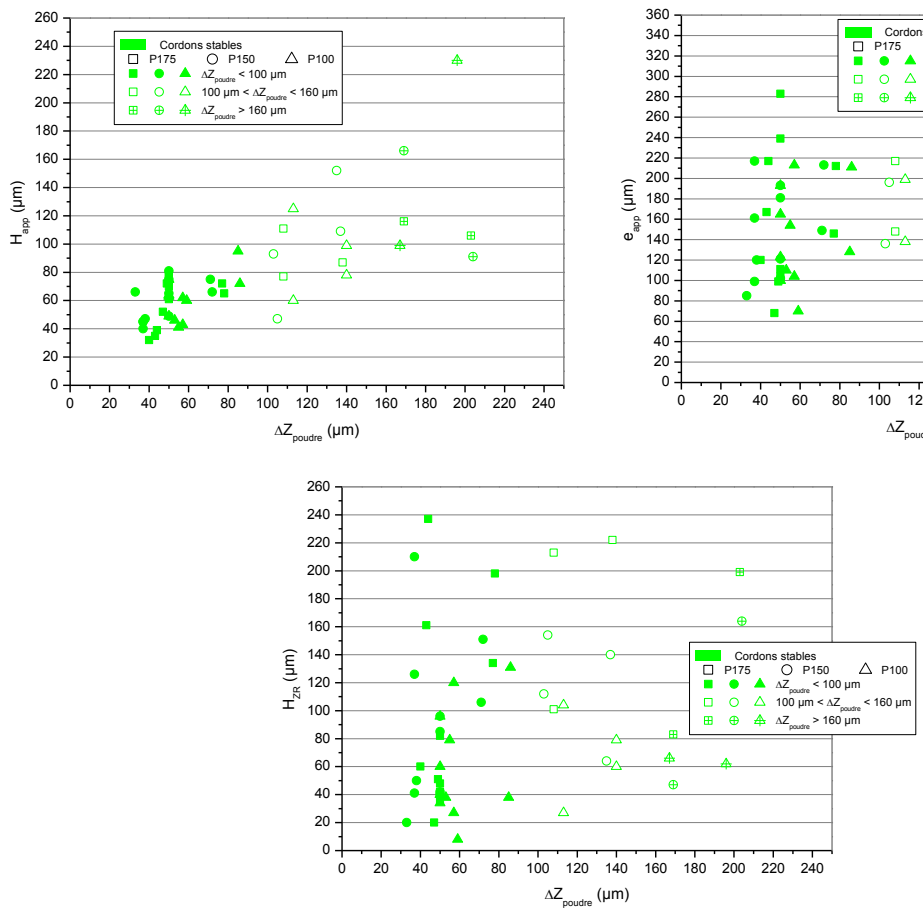


Figure VI-58 : Dimensions du cordon et de la zone refondue pour les paramétries stables en fonction de la hauteur de couche de poudre

Contrairement à Vilaro (Vilaro, 2011), le plan d'expérience sur Nimonic 263 n'a pas été mené à puissance constante et vitesses de balayage variables, mais plutôt à plusieurs couples (P ; V) correspondant à une énergie linéique constante. La Figure VI-59 représente les valeurs de H_{app}, e_{app} et H_{ZR} en fonction de l'énergie linéique E_l, mais notons que les points sont associés à différentes hauteurs de couche de poudre du fait de la "manip coin". On peut toutefois observer sur cette figure que, indépendamment de ΔZ_{poudre}, la largeur e_{app} du bain (ou du cordon) augmente avec l'énergie linéique E_l. Cet effet est également visible sur les valeurs de la profondeur de la zone refondue H_{ZR}, bien que l'influence de la hauteur de couche ΔZ_{poudre} se fasse ressentir. Toutefois, c'est beaucoup moins vrai pour la hauteur apparente du cordon. En effet, l'énergie linéique seule ne permet pas d'augmenter H_{app}, il faut également que la hauteur de poudre ΔZ_{poudre} augmente. Cela est clairement visible sur la Figure VI-59. On peut également constater que la largeur apparente minimale obtenue pour les cordons est de 70 µm, ce qui correspond au diamètre du faisceau laser Φ_l.

Rappelons qu'il a été dit plus haut que la vitesse de balayage V pouvait être plus facilement utilisée que P comme actionneur dans le cas de la mise en place d'un contrôle procédé. C'est bien la tendance que démontrent la Figure VI-57 et la Figure VI-42. Ainsi, si des instabilités (*balling*) sont détectées, il conviendra de baisser la vitesse de balayage pour se replacer dans des conditions stables correspondant à un domaine d'énergies linéiques plus fortes, en évitant le phénomène d'évaporation. Cela aura inévitablement pour effet d'augmenter la largeur du cordon. Toutefois, il n'est pas possible de changer l'écart-vecteur Ev (distance séparant deux traits laser) sans repasser par la case CFAO pour contrebalancer l'augmentation de la largeur du bain. Un contrôle procédé qui diminuerait la vitesse de balayage du laser amènerait donc à de plus forts taux de recouvrement τ_r (cf. section VI.5) que ceux

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

prévus initialement. Ceci est moins dommageable pour la qualité de la surface lasée qu'une diminution de ce taux de recouvrement qui peut amener à des manques de fusion entre cordons.

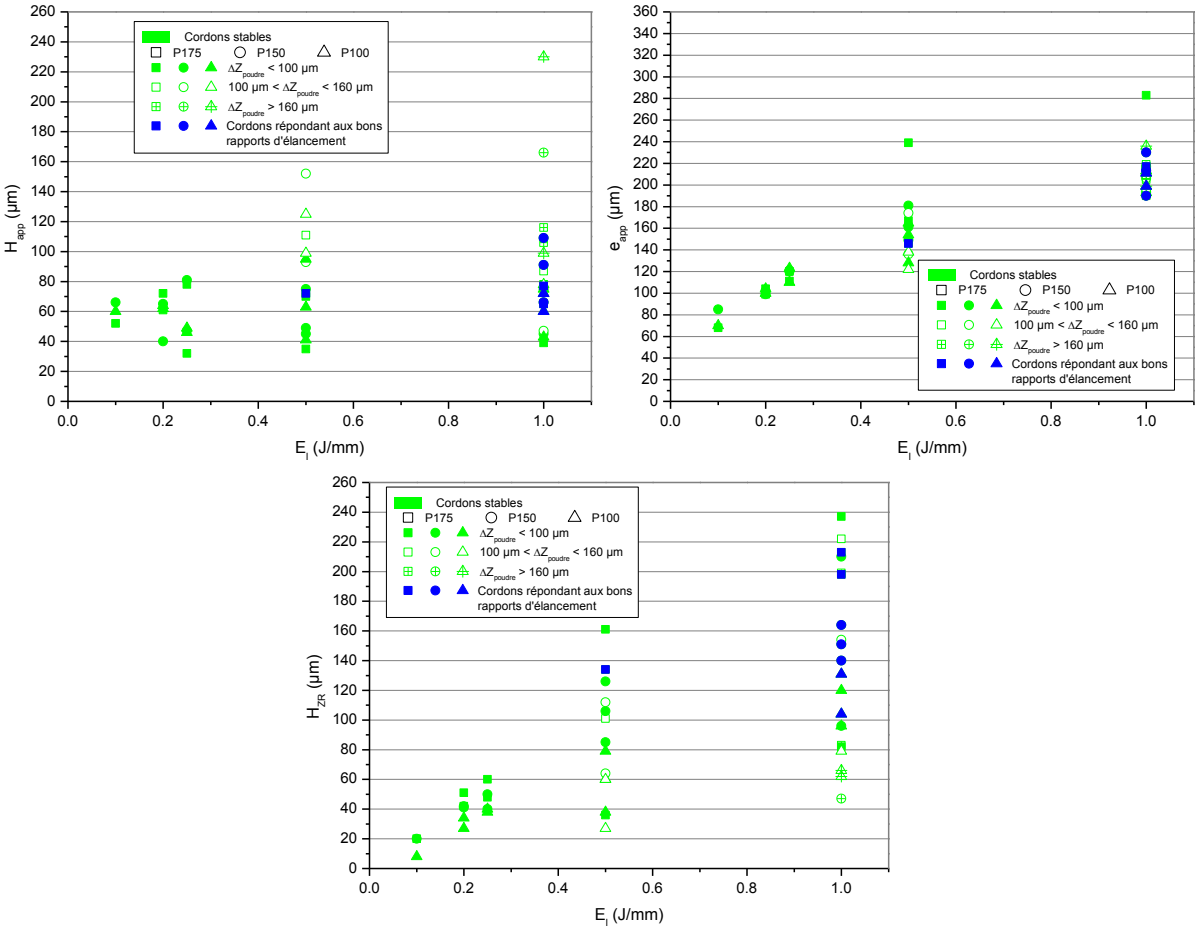


Figure VI-59 : Dimensions du cordon et de la zone refondue pour les paramétries stables en fonction de l'énergie linéique

Il est possible de définir un nouveau paramètre combiné, à savoir l'énergie volumique $E_{vol,1}$ définie par l'Eq VI-35 ci-dessous, qui prend en compte la hauteur de couche :

$$E_{vol,1} = \frac{P}{V \cdot \Delta Z_{poudre} \cdot \Phi_l} \qquad \textbf{Eq VI-35}$$

Du fait que l'EP1D a été menée à Φ_l constant, l'énergie volumique $E_{vol,1}$ est égale à un facteur près au rapport de l'énergie linéique sur la hauteur de poudre lasée. Les constatations faites sur la Figure VI-59 sont également valables pour la Figure VI-60. La profondeur de la zone refondue ainsi que la largeur des cordons augmentent avec l'énergie volumique.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

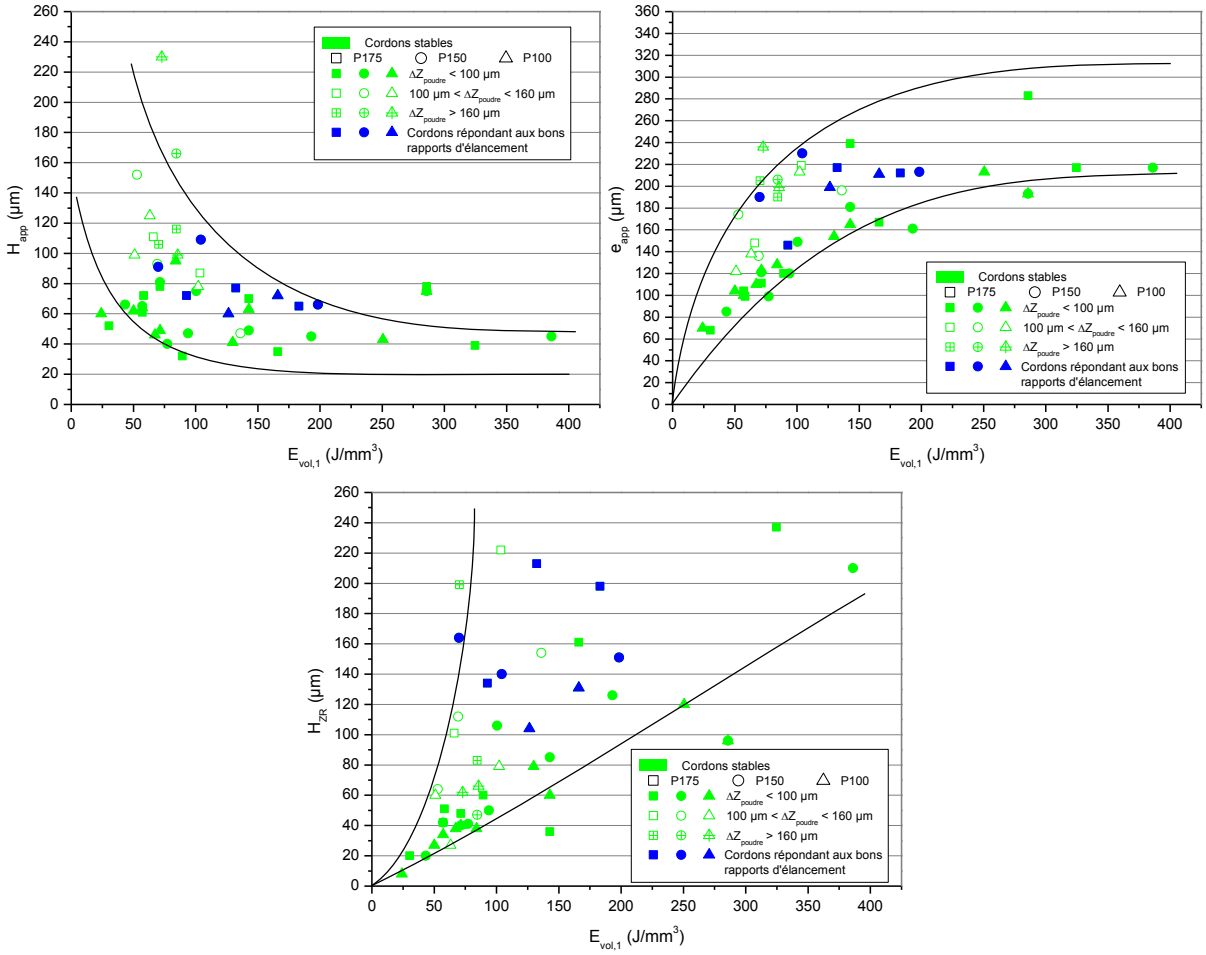


Figure VI-60 : Dimensions du cordon et de la zone refondue pour les paramétries stables en fonction de l'énergie volumique

La Figure VI-61 montre que le rapport profondeur de zone refondue sur hauteur du cordon (H_{ZR} / H_{app}) augmente avec l'énergie volumique apportée à la poudre tandis que le rapport hauteur sur largeur du cordon (H_{app} / e_{app}) diminue. Le phénomène de *keyhole* abordé plus haut amène à des profondeurs refondues très importantes, ce qui engendre un rapport H_{ZR} / H_{app} important. Les fortes valeurs de ce rapport sont obtenues aux fortes énergies volumiques ($E_{vol,1} \geq 150$ J/mm^3), c'est-à-dire dans les cas où l'énergie linéique est suffisamment forte pour la couche de poudre considérée, de façon à permettre la fusion du substrat sans trop d'évaporation. La meilleure forme du cordon et de la zone refondue pour une construction stable est définie pour les critères définis dans l'Eq VI-36, où l_{app} est la longueur apparente du bain liquide. Ces critères de rapport d'élancement du cordon idéal ont été obtenus grâce à la Figure VI-62 et la Figure VI-56 : on souhaite avoir un angle de contact compris entre 0,5*π et de 0,3*π afin d'obtenir des cordons adaptés à la construction. Bien qu'un angle de contact de 0,64*π soit constaté sur des cordons rectilignes, continus et ne présentant pas d'évaporation, de tels cordons ne sont pas adaptés à la fabrication de pièces car ils risquent de présenter des défauts (porosités) lors du recouvrement. L'angle de contact maximum communément admis pour des cordons aptes à la fabrication de pièces sur plusieurs couches est de 0,5*π. Les critères de l'Eq VI-36 sont également représentés par les zones orangées sur la Figure VI-61, sauf pour le rapport l_{app} / e_{app} qui décrit les instabilités de Plateau-Rayleigh (cf. section VI.2.3.2). On peut voir que ces critères de forme souhaités définissent un domaine d'énergie volumique allant de 55 à 305 J/mm^3.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

$$\begin{cases} 0,3 \leq r_e^{cordon} = \dfrac{H_{app}}{e_{app}} \leq 0,5 \\ 50\,\% \leq Dil \leq 77\,\% \Leftrightarrow 1,0 \leq \dfrac{H_{ZR}}{H_{app}} \leq 3,5 \\ 0,5 \leq r_e^{ZR} = \dfrac{H_{ZR}}{e_{app}} \leq 1,0 \\ \dfrac{l_{app}}{e_{app}} < 3,85 \end{cases} \qquad \textbf{Eq VI-36}$$

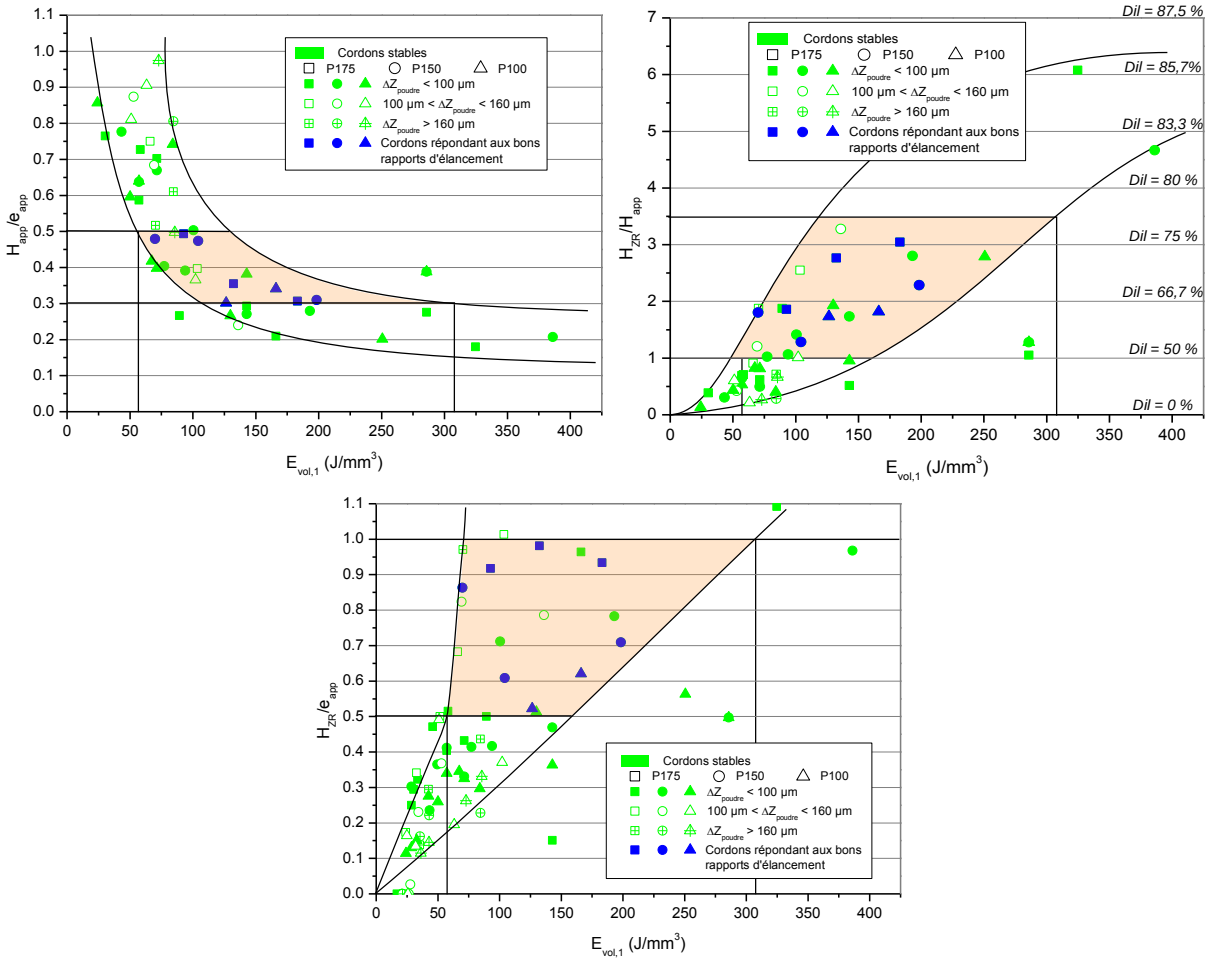


Figure VI-61 : Critères géométriques du cordon et de la zone refondue pour les paramétries stables en fonction de l'énergie volumique

La Figure VI-62 présente les abaques des rapports d'élancement dans le cas du modèle de la sphère. La courbe d'élancement idéale de la forme du bain est obtenue en fittant les points correspondant aux géométries de cordon donnés dans la Figure VI-56. L'équation de cette courbe est donnée dans l'Eq VI-37.

$$r_e^{ZR} = \frac{0,25}{r_e^{cordon}} \qquad \textbf{Eq VI-37}$$

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

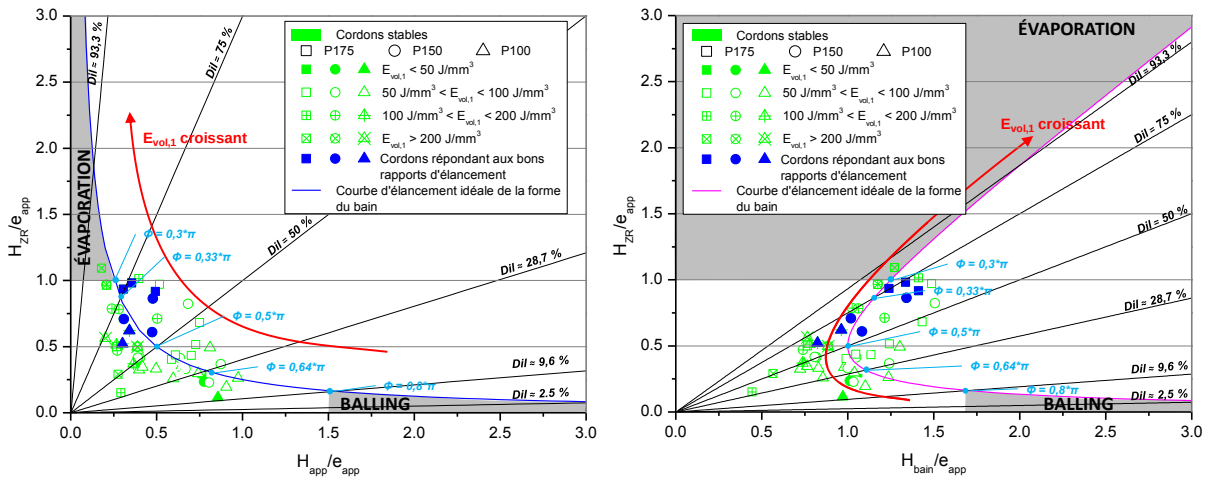


Figure VI-62 : Cartographie des rapports d'élancement et de dilution idéaux sur lesquelles figurent les points expérimentaux obtenus durant l'EP1D

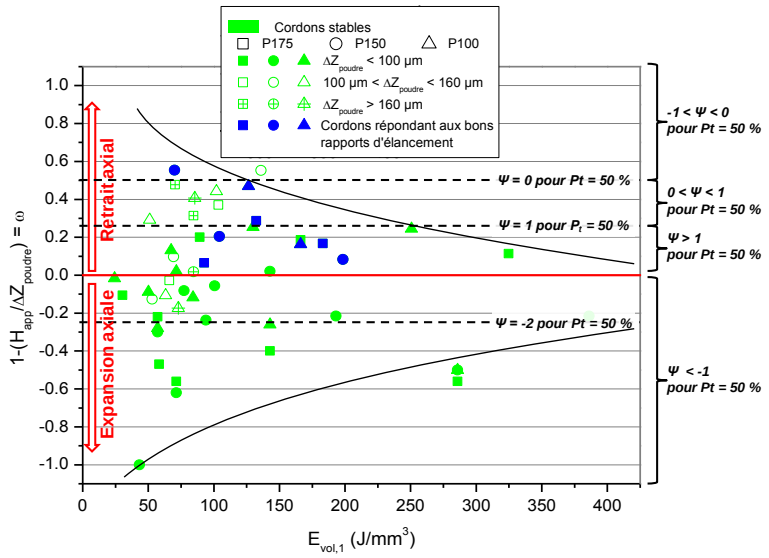


Figure VI-63 : Retrait axial ω pour les paramétries considérées stables en fonction de l'énergie volumique où figurent les limites des domaines d'anisotropie du modèle de consolidation du monocordon

La Figure VI-64 montre une cartographie représentant $\omega * \Psi$ en fonction de ω, qui sont respectivement le retrait radial et le retrait axial présentés au Chapitre V (cf. Eq V-4). Sur ce graphe figurent aussi les points expérimentaux obtenus au cours de l'EP1D. Toutefois, contrairement à ce qui a été présenté au chapitre précédent, le retrait radial n'est ici pas mesuré directement à partir de la valeur de e_{int} (Eq V-4 a) du fait des erreurs engendrées par l'affaissement du lit de poudre (cf. Figure V-10) rendant difficile la mesure de la largeur du volume d'interaction. Le retrait radial est donc calculé grâce à l'Eq V-2 b en considérant la porosité du lit de poudre P_t égale à 50 %. Cela explique donc que tous les points présentés en Figure VI-64 soient alignés sur une même droite de pente -1 et d'ordonnée à l'origine correspondant à P_t = 0,5. Précisons par ailleurs que la stabilité des cordons n'est considérée que du point de vue du balling, ce qui explique que, comme sur la Figure VI-63, des cordons puissent exhiber un retrait axial ω négatif (*i.e.* un gonflement axial) alors que ce cas est généralement néfaste pour la stabilité de construction des pièces sur plusieurs couches (le cordon

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

dépassant la hauteur de poudre étalée). La portion du graphe de la Figure VI-64 dans laquelle se trouvent les cordons correspondant aux bons rapports d'élancement est le cadran supérieur droit ($\omega > 0$ et $\omega * \Psi > 0$). Précisons par ailleurs que le cadran inférieur gauche ($\omega < 0$ et $\omega * \Psi < 0$) n'a pas de réalité physique car cela voudrait dire que le cordon est à la fois plus haut que la couche de poudre étalée, et plus large que le volume d'interaction laser-lit de poudre. Notons enfin que l'énergie volumique $E_{vol,1}$ n'a aucune influence sur les valeurs de ω ou de Ψ, contrairement à ce qui avait été vu sur le rapport d'élancement du cordon (cf. Figure VI-61).

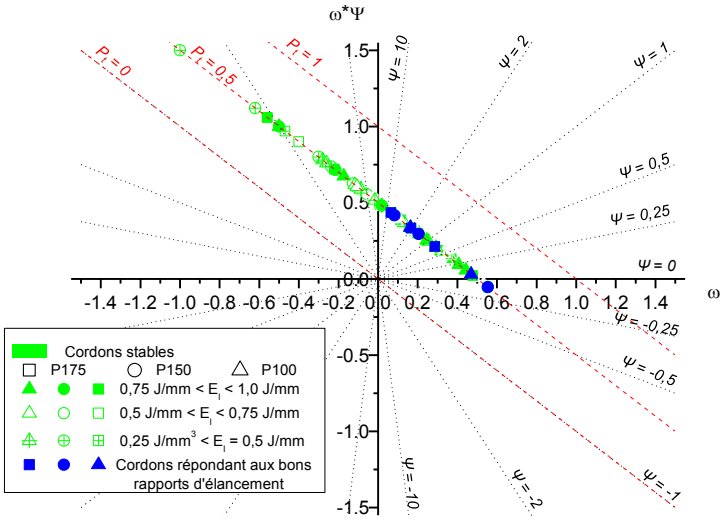


Figure VI-64 : Cartographie de $\omega * \Psi$ (valeurs calculées) en fonction de ω (valeurs mesurées) pour une porosité du lit de poudre estimée à 0,5

L'influence du diamètre du faisceau laser n'ayant pas été étudiée ici, il peut être intéressant de voir dans quelle mesure il impacte ces valeurs. Toutefois, les résultats induits par sa modification devraient être en accord avec les observations faites jusqu'ici. En effet, une augmentation de la taille du faisceau laser d'un facteur 2 diminuera l'intensité laser I (cf. Eq VI-38) d'un facteur 4. De ce fait, il sera plus difficile de faire fondre la poudre et de refondre le substrat : une plus forte valeur de Φ_l, et donc une plus faible énergie volumique, entraînerait une plus faible profondeur refondue et par voie de conséquence un plus faible rapport H_{ZR} / H_{app}. De même un plus faible apport d'énergie volumique à la poudre devrait amener à des bains moins larges et donc à des rapports e_{app}/H_{app} plus faibles.

$$I = \frac{4 * P}{\pi \cdot \Phi_l^2} \qquad \textbf{Eq VI-38}$$

Précisons que les figures ci-avant présentant les dimensions des cordons et de leurs zones refondues ne concernent que les paramétries stables. Les cas de *balling*, eux, induisent des rapports H_{app} / e_{app} tendant vers l'infini du fait de la fragmentation du bain en gouttelettes sphériques, tandis que la profondeur refondue est quasiment nulle à cause du mauvais mouillage des gouttes de liquide sur le substrat.

VI.4.2.4 Imagerie thermique

Il est possible, grâce au traitement Matlab des images thermiques et au recoupement des observations microscopiques et profilométriques, de ressortir des paramètres issus des images thermiques en fonction des paramétries utilisées, y compris de ΔZ_{poudre}. Deux paramètres intéressants sont l'aire de la tache lumineuse délimitée par une isotherme équivalente platine et le gradient thermique *G2* calculé qui sont présentés respectivement en Figure VI-65 et Figure VI-66. Les

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

premières images des films thermiques, correspondant aux débuts de lasages des cordons et donc aux zones de faibles épaisseurs de couche n'ont pas été prises en compte dans les observations thermiques car elles correspondent à un régime transitoire qui amène à une surestimation du gradient *G2* du fait de l'absence de traînée lumineuse (cf. section VI.1.1.1). On distingue sur la Figure VI-65 que l'aire de la tache seuillée à 800 et 1400°$C_{eq\ Pt}$ a tendance à augmenter avec l'énergie linéique, de la même manière que e_{app}. En effet, plus d'énergie apportée à la poudre implique plus de multiples réflexions du laser dans le lit de poudre ainsi qu'un bain liquide et une zone chaude rayonnante plus larges. Pour cette même raison, les aires les plus larges sont obtenues aux fortes énergies linéiques. Précisons qu'il est logique de trouver une aire lumineuse plus grande sur les images seuillées à 800°$C_{eq\ Pt}$ que sur les images seuillées à 1400°$C_{eq\ Pt}$. Des tendances claires ne sont cependant pas visibles sur les valeurs du gradient thermique *G2*. Les valeurs de ce dernier sont comprises entre 1000 et 5150°$C_{eq\ Pt}$/mm pour les paramétries stables (et peuvent varier de 3500 à 500°$C_{eq\ Pt}$/mm dans les domaines d'instabilité ou de non adhérence). Il parait donc logique que ces gradients occasionnent des chocs thermiques dans le matériau qui peuvent se traduire par de fortes contraintes résiduelles du fait des différences de coefficient de dilatation entre deux zones de température différentes. Ceci peut amener à la fissuration dans le cas de matériaux fragiles ou de superalliages fortement chargés (Royer, 2014).

On peut s'apercevoir sur la Figure VI-65 et la Figure VI-66 qu'aucun domaine clair de stabilité des cordons ne se dégage en traçant ces données issues des images thermiques en fonction de l'épaisseur de couche, ou de l'énergie linéique. Toutefois, en faisant la cartographie de ces données thermiques en fonction de l'énergie volumique, des domaines bien distincts apparaissent relatifs à la non adhérence au substrat (fusion incomplète du lit de poudre), au *balling*, et à la stabilité des cordons. L'énergie volumique telle que définie par l'Eq VI-35 a l'avantage de prendre en compte les quatres paramètres opératoires de premier ordre à savoir P, V, ΔZ_{poudre} et Φ_l. Rappelons que seuls les trois premiers ont été variés dans ces travaux de thèse. De ce fait, ce paramètre combiné présente l'avantage de regrouper trois des leviers sur lesquels peut se baser un contrôle procédé afin de replacer dans un domaine de stabilité une fabrication qui serait devenue instable. Si la vitesse est l'actionneur le plus réactif, il reste néanmoins possible de modifier la puissance et le diamètre du spot laser de manière automatisée et sans recourir à un quelconque changement de la CFAO, contrairement au paramètre ΔZ_{poudre}, qui figure dans l'expression de $E_{vol,1}$. La Figure VI-65 montre donc que lorsque l'énergie volumique $E_{vol,1}$ est inférieure à 25 J/mm^3, la couche de poudre n'est pas fondue dans son intégralité et les cordons n'adhèrent donc pas au substrat. Si l'énergie volumique est comprise entre 25 et 50 J/mm^3, les cordons seront instables et présenteront du *balling*. Le domaine de stabilité des cordons est quant à lui obtenu pour des énergies volumiques comprises entre 50 et 300 J/mm^3.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

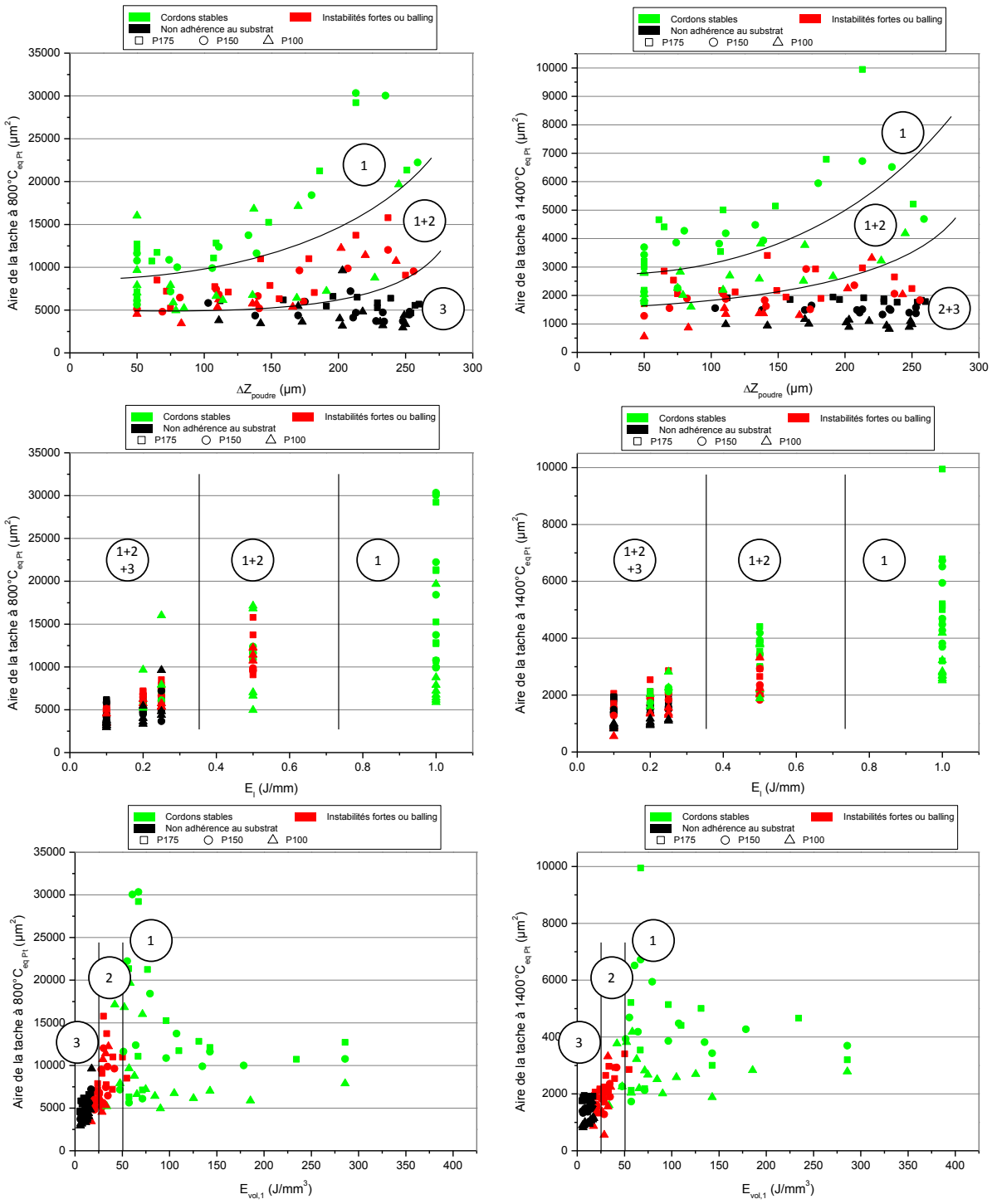


Figure VI-65 : Aire de la tache lumineuse seuillée à 800°C$_{eq\ Pt}$ (à gauche) et à 1400°C$_{eq\ Pt}$ (à droite) en fonction de ΔZ_{poudre}, de E_l et de $E_{vol,1}$

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

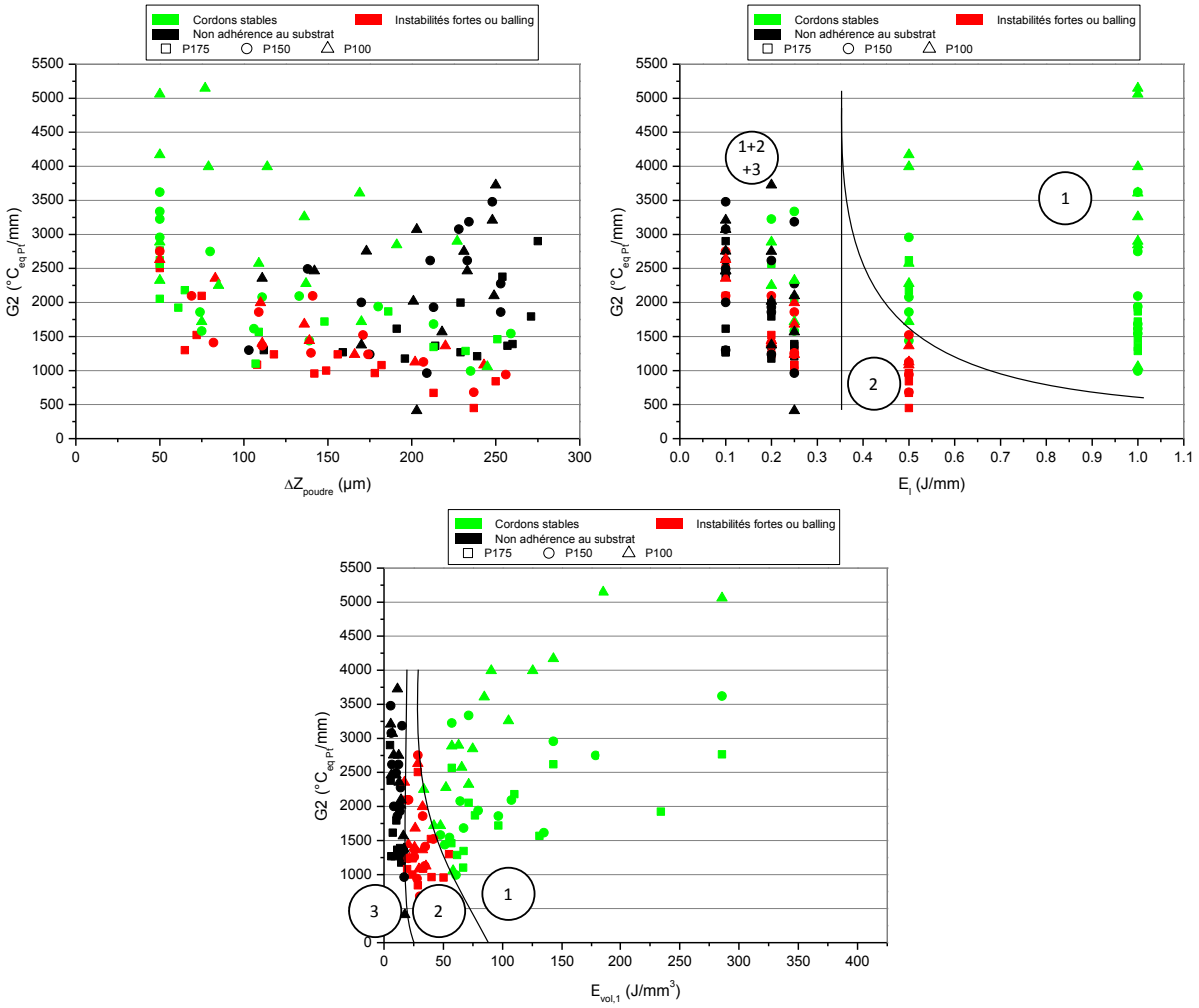


Figure VI-66 : Gradient thermique *G2* en fonction de ΔZ_{poudre}, de E_l et de $E_{vol,1}$

La connaissance du gradient thermique dans le domaine solide du cordon en aval du bain liquide (*i.e.* en cours de refroidissement) nous renseigne donc sur l'éventuelle fissuration "à froid" du matériau. Toutefois, en améliorant la résolution de la caméra et sa calibration, il devrait être possible de déterminer les gradients thermiques dans le bain liquide (au lieu des gradients dans le domaine solide mesurés ici). En connaissant le gradient thermique G à l'arrière du bain liquide et la vitesse de solidification du bain V_s (*i.e.* la vitesse de déplacement de l'isotherme de fusion), il serait possible d'avoir des informations sur le type de solidification (grâce au rapport G / V_s) et sur la microstructure du matériau (par le produit $G * V_s$, cf. Eq VI-39) en utilisant une cartographie de solidification du type de celle présentée en Figure VI-67 ou en Figure II-8 pour le TA6V. La visualisation coaxiale du bain liquide ne permet toutefois pas de connaître la vitesse de refroidissement V_r du bain liquide. Cependant, Vilaro a mesuré des ordres de grandeurs pour les gradients thermiques similaires à ceux obtenus dans cette EP1D, et propose également des vitesses de refroidissement de l'ordre de 10^4°C/s (Vilaro, 2011).

$$G * V_s = V_r \qquad \textbf{Eq VI-39}$$

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

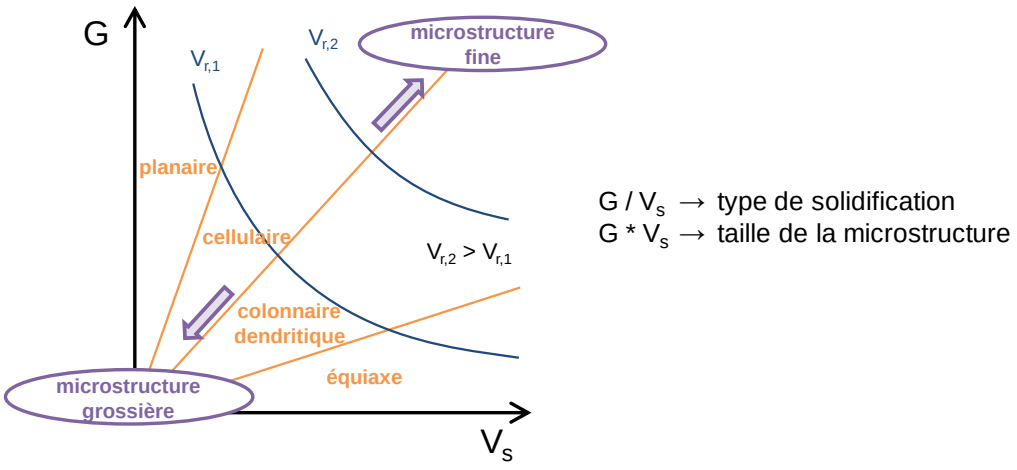


Figure VI-67 : Cartographie de solidification pour un superalliage base nickel

Comme il a été abordé en section VI.2.3.2, la présence de *balling* devrait être révélée sur l'évolution du gradient au cours du temps par une augmentation soudaine du gradient *G2* après la fragmentation en gouttes. La Figure VI-68 montre l'évolution du gradient thermique pour la paramétrie P175V1750 (les domaines de stabilité ayant été déterminés grâce aux études par microscopie), mais il n'est pas possible de détecter ces hausses censées être caractéristiques d'un régime de *balling*. L'examen des images thermiques pour les *frames* correspondantes aux régions instables révèle une traînée lumineuse à l'arrière de la tache principale qui s'avère plus longue que celle obtenue pour une paramétrie stable. Toutefois, l'intensité de la grande majorité de cette traînée est comprise dans le bruit de fond caméra. L'augmentation de la traînée n'entraîne donc pas une diminution de *G2* calculé sur les images seuillées après suppression du bruit de fond. Aucune image présentant clairement la fragmentation du bain, type de celle présentée en Figure VI-30 ou en Figure VI-31, n'est visible. Ceci peut s'expliquer de manière très simple par la vitesse de balayage du laser. En effet, cette dernière conditionne la vitesse à laquelle se déplace le champ de la caméra. Concrètement, et c'est un avantage de la visualisation coaxiale, la caméra est fixe. Cependant, la zone observée est liée aux mouvements des miroirs galvanométriques de la tête scanner destinés tout d'abord à permettre le balayage du faisceau laser. Pour rappel, les acquisitions de l'étude thermique ont toutes été menées avec le même réglage caméra, soit f = 950 Hz et TI = 1000 µs. De ce fait, comme la fréquence d'acquisition est la même pour toutes les paramétries visualisées, plus les vitesses de balayage sont élevées, plus grande est la distance parcourue entre deux images (cf. Tableau VI-4). À l'image de ce qui se passe lorsque l'on prend une photo depuis une voiture en mouvement, il est difficile d'avoir une image nette en ayant un long temps d'exposition, car du fait du déplacement, la lumière reçue est moyennée sur la distance parcourue, ce qui gomme les détails (la fragmentation du cordon dans notre cas). D'autre part, comme les cordons lasés pour la "manip coin" sont de taille identique, il en résulte un nombre moins important d'images pour les films à forte vitesse de balayage, ce qui est clairement visible en comparant le nombre de points de mesure, *ergo* de *frames* analysées entre la Figure VI-68 et la Figure VI-69. La Figure VI-68 ne présente même que deux images dans des conditions de stabilité (la première étant faussée par le régime transitoire en début de cordon). Sur la Figure VI-69, il est possible d'observer des pics de *G2* apparaissant de manière régulière dans la zone correspondant au *balling*. Dans les conditions mises en œuvre pour cette acquisition, la distance séparant 2 images successives du film thermique est de 211 µm, ce qui est de l'ordre de grandeur des billes de *balling*. Il devient alors possible de visualiser la formation du *balling*. Rombouts *et al*. observent des images similaires à celles présentées en Figure VI-23 et Figure VI-31 dans le cas de lasages à très faible vitesse (V = 16 mm/s) où la fragmentation est nettement observable (Rombouts, et al., 2006).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

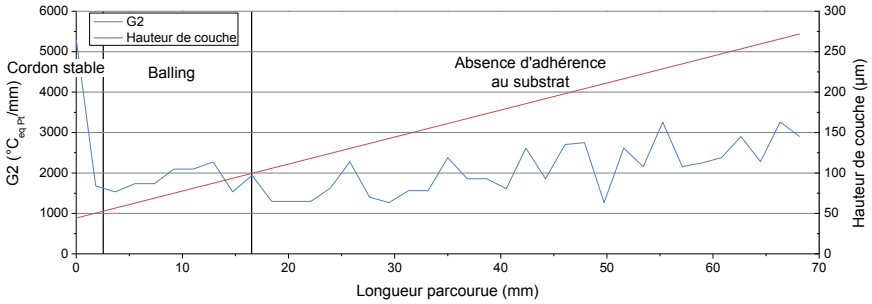


Figure VI-68 : Évolution du gradient thermique *G2* et de la hauteur de couche en fonction de la distance lasée pour la paramétrie P175V1750

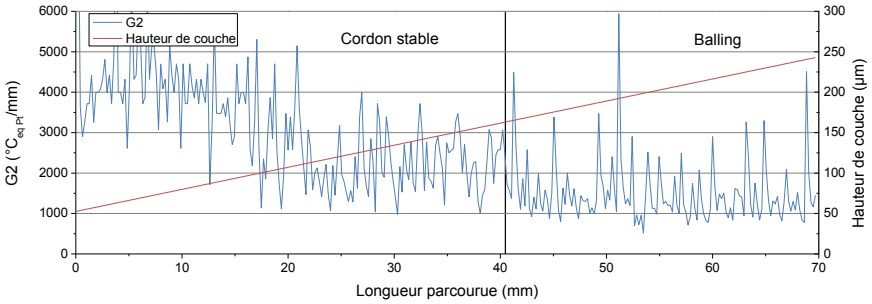


Figure VI-69 : Évolution du gradient thermique *G2* et de la hauteur de couche en fonction de la distance lasée pour la paramétrie P100V200

V	***f***	**Distance parcourue par le laser entre deux images**
mm/s	Hz	µm
200	950	211
1750	950	1842

Tableau VI-4 : Distance parcourue entre deux images du film thermique en fonction de la vitesse de balayage

La visualisation de défauts de petite taille est donc conditionnée par le couple fréquence de la caméra-vitesse de balayage du laser. Idéalement, pour observer un défaut de taille *d*, il faut que la distance parcourue par le laser durant l'acquisition d'une image (définie par l'Eq VI-40) n'excède pas *d* / 2 afin d'acquérir de manière sûre une image complète du défaut : par exemple une image du cordon avant fragmentation puis une juste après. Le Tableau VI-5 présente les valeurs minimum de *f* (et donc maximum de *TI*) pour observer un défaut en fonction de sa taille et de la vitesse de balayage. Dans le cas de nos paramétries à faible vitesse, la distance parcourue entre deux *frames* correspond tout juste à l'ordre de grandeur des gouttes ; de ce fait, la séparation des gouttes n'est pas visible de manière systématique, ce qui implique que la Figure VI-69 ne présente pas des pics pour chacune des gouttes du *balling*.

On comprend alors très clairement l'intérêt de se placer à de fortes fréquences d'acquisition pour pouvoir détecter des défauts de petite taille tels que le *balling* lors de lasages à des paramétries industrielles (*V* de l'ordre de quelques mètres seconde). Craeghs *et al*. présentent un système d'observation coaxiale capable d'observer et d'effectuer un traitement en *live* des images à une

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

fréquence de 10 kHz (Craeghs, et al., 2011). Cette solution s'oriente vers l'utilisation d'une électronique embarquant un réseau de portes programmables *in situ* (puce FPGA pour *Field-Programmable Gate Array*) qui permet de traiter les images immédiatement après leur acquisition et avec des vitesses de calcul très rapides. Toutefois, leur traitement d'images ne concerne qu'un seuillage à une température de luminance unique et à la détection des axes d'inertie de la tache lumineuse ainsi que ses dimensions (longueur et largeur). Aucun calcul d'aire, d'orientation de la tache pour déceler l'amont de l'aval du bain, ou des gradients n'est effectué. De plus, leur manière de détecter l'orientation de la tache lumineuse présente des failles qui seront explicitées et remédiées en section VI.5.

Comme notre caméra est utilisée à la même fréquence d'acquisition et au même temps d'intégration, l'observation de défauts de petite taille est conditionnée uniquement par *V*. Ce point sera réabordé dans la section VI.6.

$$\textbf{distance parcourue entre deux images} = \frac{V}{f} \qquad \textbf{Eq VI-40}$$

d	*V*	*f*	*TI*
mm	mm/s	Hz	µs
0,2	100	1000	1000
1	100	200	5000
0,2	2000	20000	50
1	2000	4000	250

Tableau VI-5 : Fréquence d'acquisition *f* et temps d'intégration *TI* maximum permettant de visualiser un défaut d'une taille *d* donnée à une vitesse de balayage *V* donnée

Nous avons vu qu'il était possible d'acquérir des images thermiques des cordons de manière coaxiale avec le faisceau laser. Toutefois, le développement d'une solution de *monitoring* ou de contrôle procédé ne peut pas se cantonner à observer des monocordons isolés ; il est nécessaire d'observer la fabrication de cordons juxtaposés.

VI.5 Étude paramétrique 2D : fabrication de draps

L'observation par caméra thermique coaxiale du lasage d'un monocordon amène, comme nous l'avons vu dans la section précédente, à des taches lumineuses en forme de comètes dont la traînée est dans la direction opposée au sens de balayage. Ce cas correspond à un passage du laser dans un environnement totalement constitué du lit de poudre. Si le monocordon est l'élément de base du lasage d'une couche (elle-même étant l'élément de base de la pièce finale), il est rare qu'une pièce soit totalement lasée sans qu'il n'y ait de recouvrement entre cordons. Ce qu'on entend par recouvrement est la juxtaposition d'un cordon sur son voisin direct. Il est possible de définir l'écart-vecteur *Ev* comme la distance séparant deux trajectoires laser parallèles, ce qui correspond à la distance entre le centre de deux cordons juxtaposés (cf. Figure VI-70). On est donc en mesure de définir un taux de recouvrement τ_r défini comme étant le pourcentage de la largeur d'un cordon qui sera relasée lors du passage du laser au cordon suivant (distant de *Ev*). Ce taux de recouvrement est défini au Chapitre précédente par l'Eq V-16.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

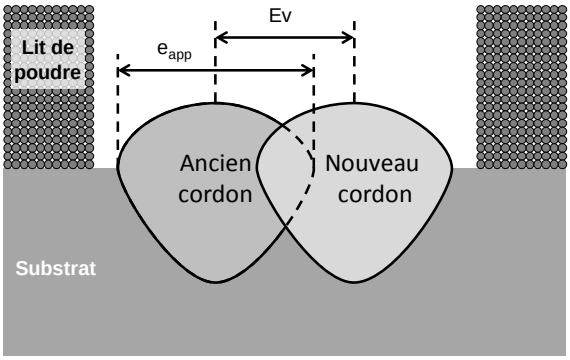


Figure VI-70 : Schématisation du taux de recouvrement entre deux cordons

Les études thermiques que l'on peut trouver actuellement dans la littérature s'attardent surtout à la visualisation du lasage de monocordons sur des images seuillées de manière à ne représenter que le bain liquide (*i.e.* à une température supérieure à 1400°$C_{eq\ Pt}$ dans notre cas). La méthode des gradients exposée ici présente l'avantage de mener les observations sur deux températures équivalentes platine dans le domaine solide du cordon (et donc plus pertinentes quant à sa sensibilité à la fissuration à froid). En utilisant une caméra présentant une meilleure résolution, il devrait être possible de calculer des gradients thermiques dans le bain liquide (donc à des températures équivalentes platine supérieures à 1593°$C_{eq\ Pt}$, cf. section VI.2.2). Cela permettrait, en calculant le gradient dans le domaine liquide en aval du bain, de pouvoir obtenir des informations sur le type de solidification du cordon et ainsi sur la taille de sa microstructure. Un autre caractère innovant du travail présenté ici est l'étude paramétrique en deux dimensions (ou EP2D) qui s'intéressera à caractériser l'effet du recouvrement sur les images thermiques obtenues. Lors du lasage d'un cordon recouvrant partiellement un autre, l'environnement direct du bain fondu n'est pas le même à sa gauche et à sa droite : d'un côté il y a le lit de poudre, et de l'autre, il y a le cordon précédemment solidifié sur lequel repasse le faisceau laser. On est alors en droit de s'attendre à des images thermiques différentes de celles obtenues dans l'EP1D.

VI.5.1 Présentation des essais

Outre des monocordons, les fabrications de l'EP2D ont consisté en des draps à écart-vecteur variables. Les draps considérés sont des successions sur une seule couche de 9 cordons côte à côte séparés d'une distance *Ev*. Neuf des paramétries utilisées dans l'EP1D ont été reprises pour laser un monocordon et deux draps (à deux écarts-vecteurs différents). Les paramétries choisies se sont orientées vers les fortes vitesses afin de se rapprocher des paramétries industrielles (avec des vitesses de l'ordre du mètre par seconde). Les faibles énergies linéiques ont été privilégiées également afin de permettre d'étudier le phénomène de *balling* par microscopie à défaut de pouvoir le faire par l'imagerie thermique du fait des vitesses de balayage trop importantes (cf. section VI.4.2.4). Ces paramétries sont récapitulées dans le Tableau VI-6. Le principe de la "manip coin" a également été repris afin de permettre la visualisation des défauts sur différentes hauteurs de couche sans multiplier les essais de manière trop conséquente. Toutefois, quelques petites différences sont à faire entre la "manip coin" de l'EP1D et celle de l'EP2D :

- La cale introduite sous le substrat est constituée d'un seul feuillard collé au lieu de trois. Ceci permet d'offrir une pente plus douce que celle qui avait été utilisée dans le cadre de l'EP1D (la hauteur maximum de couche étant de 109 µm au lieu des 275 µm précédemment obtenus). Le travail à des épaisseurs de couche restreintes est plus cohérent avec l'approche industrielle, car l'épaisseur de couche conditionne la résolution

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

géométrique de la pièce selon l'axe de construction. Les pièces de géométrie très complexe requièrent généralement des épaisseurs de couche fines.

- Les cordons, tant pour les monocordons que pour les draps, ont été rallongés afin que le début du lasage se fasse avant la génératrice (cf. Figure VI-71). Ainsi, le régime thermique transitoire du début du lasage a lieu dans une zone à très forte épaisseur de couche (avant la génératrice), et lorsque le laser passe de cette zone en contre-dépouille à la zone post-génératrice, une discontinuité devrait être observable sur les films.

La moyenne des valeurs de e_{app} obtenues pour l'EP1D, toutes paramétries confondues, se situe aux alentours de 120 µm. Les écarts-vecteurs des draps ont été choisis à 60 et 120 µm, ce qui amène à des taux de recouvrement théoriques de respectivement 50 % (refusion de la moitié du cordon) et 0 % (cordons contigus). On parlera de la paramétrie P175V1750Ev60 pour qualifier les draps réalisés à une puissance laser de 175 W, à une vitesse de balayage de 1750 mm/s et à un écart-vecteur de 60 µm. Les monocordons lasés dans les mêmes conditions seront éventuellement référencés par la suite en tant que P175V1750Mono. Par extension, on pourra également parler de drap à Ev60 pour désigner les draps présentant un écart-vecteur de 60 µm toutes paramétries confondues. La stratégie utilisée pour le lasage des draps est un balayage par allers simples (et non par allers-retours comme fréquemment utilisée en SLM) afin que la trajectoire du laser aille toujours vers les hauteurs de couche croissantes (discontinuité de la génératrice mise à part). En observant le plateau de fabrication avec la génératrice placée en haut (donc avec ΔZ_{poudre} croissant en allant vers le bas), tous les draps ont été fabriqués en lasant les cordons de droite à gauche. Cela se voit distinctement sur la Figure VI-78 et la Figure VI-79 où le premier cordon lasé est instable et non les suivants (cf. section VI.5.2). On notera que les images thermiques sont inversées par rapport à cette orientation : la Figure VI-72 montre que les cordons précédemment lasés se trouvent sur la gauche du cordon en cours de lasage tandis que le lit de poudre se trouve sur la droite. Cette inversion est due au passage de la lumière par le chemin optique qui comprend les miroirs galvanométriques ainsi qu'un microscope.

La détermination des hauteurs de couche a été réalisée par profilométrie de manière analogue à ce qui avait été présenté pour l'EP1D.

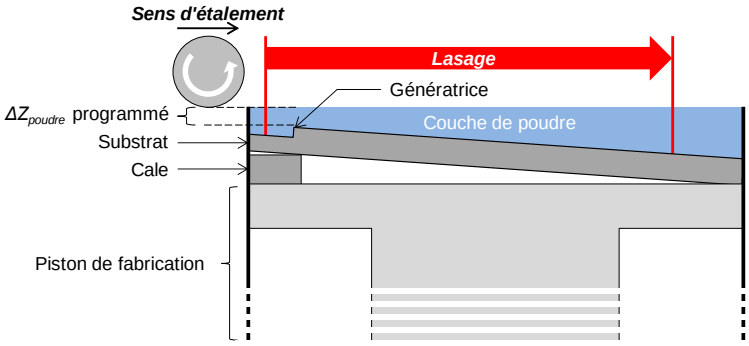


Figure VI-71 : Schématisation de la "manip coin" mise en œuvre dans l'EP2D

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Nom	P	V	Φ_l	Ev	E_l	E_s	ΔZ_{poudre} minimum	ΔZ_{poudre} maximum
	W	*mm/s*	*µm*	*µm*	*J/mm*	*J/mm²*	*µm*	*µm*
P175V1750	175	1750	70	Mono	0,1	1,819	11	109
P175V1750	175	1750	70	60	0,1	1,819	20	108
P175V1750	175	1750	70	120	0,1	1,819	17	101
P175V875	175	875	70	Mono	0,2	3,638	11	95
P175V875	175	875	70	60	0,2	3,638	17	95
P175V875	175	875	70	120	0,2	3,638	10	101
P175V700	175	700	70	Mono	0,25	4,547	13	89
P175V700	175	700	70	60	0,25	4,547	16	90
P175V700	175	700	70	120	0,25	4,547	12	93
P150V1500	150	1500	70	Mono	0,1	1,819	15	90
P150V1500	150	1500	70	60	0,1	1,819	23	89
P150V1500	150	1500	70	120	0,1	1,819	25	93
P150V750	150	750	70	Mono	0,2	3,638	15	86
P150V750	150	750	70	60	0,2	3,638	20	91
P150V750	150	750	70	120	0,2	3,638	23	90
P150V600	150	600	70	Mono	0,25	4,547	17	88
P150V600	150	600	70	60	0,25	4,547	19	90
P150V600	150	600	70	120	0,25	4,547	18	89
P100V1000	100	1000	70	Mono	0,1	1,819	17	83
P100V1000	100	1000	70	60	0,1	1,819	19	81
P100V1000	100	1000	70	120	0,1	1,819	18	87
P100V500	100	500	70	Mono	0,2	3,638	25	86
P100V500	100	500	70	60	0,2	3,638	19	85
P100V500	100	500	70	120	0,2	3,638	26	84
P100V400	100	400	70	Mono	0,25	4,547	17	90
P100V400	100	400	70	60	0,25	4,547	21	88
P100V400	100	400	70	120	0,25	4,547	23	87

Tableau VI-6 : Récapitulatif des paramétries utilisées pour l'EP2D

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Comme il a été dit dans la section VI.1.2, la détection des axes d'inertie servant au programme Matlab pour calculer les dimensions de la tache lumineuse et ses gradients repose sur la direction principale de l'ellipse correspondant à la tache. Au vu des premières images acquises pendant l'EP2D, la forme de comète obtenue pour le lasage d'un monocordon n'est plus d'actualité lors du lasage d'un cordon recouvrant une partie d'un autre (cf. Figure VI-72). La partie précédemment solidifiée conduit mieux la température que le lit de poudre. De ce fait, la tache lumineuse s'élargit plus vers le bord du cordon massif que du côté poudre. D'autre part, le pompage thermique est meilleur que dans le cas du lasage d'un monocordon pour les mêmes raisons que précédemment, ce qui induit un refroidissement plus rapide du cordon. La traînée chaude qui était observable derrière le bain liquide en monocordon a disparu dans le cas du recouvrement. Cela amène à des taches lumineuses plus larges que longues. L'orientation des axes d'inertie de la tache ne correspond donc plus du tout à la trajectoire balayée du fait de la non symétrie des conditions limites. Il convient donc de changer la méthode permettant la récupération de ces axes.

Figure VI-72 : Images thermiques obtenues lors du lasage d'un drap à P175V1750Ev60 : durant le premier cordon (à gauche) et durant le 7ème, avec recouvrement (à droite)

Le cas idéal que l'on souhaiterait avoir est que la position et la trajectoire du laser soit connue de manière synchrone avec la caméra. Ainsi, il serait possible de connaître le sens de balayage sur toutes les images acquises de même que les axes utiles pour le calcul des gradients sans avoir à recourir à de l'analyse d'images pour les déterminer. Une telle méthode permettrait de pouvoir traiter les images de manière automatique indépendamment de la stratégie de balayage. La Figure VI-73 présente le cas d'un lasage lent à forte puissance sur une trajectoire présentant un angle. Les images proviennent d'une ancienne version du programme Matlab qui n'indiquait pas le demi-axe blanc à l'avant du bain, ce qui explique son absence. Cet essai ne rentre pas dans le cadre de l'EP2D, mais est un bon exemple des apports que peut offrir la connaissance de la trajectoire du laser. Du fait de la forte énergie apportée au lit de poudre, la matière reste chaude longtemps ce qui résulte en une traînée longue. Sur les images présentées ici, la tache seuillée à 1400°$C_{eq\ Pt}$ a franchi l'angle de la trajectoire, preuve que le laser a fait de même. Cependant, la tache seuillée à 800°$C_{eq\ Pt}$ présente un angle (car le cordon tout juste solidifié est encore chaud). Les axes d'inertie de la tache, calculés à cette température équivalente platine, ne correspondent pas à la trajectoire réelle du balayage, amenant à des valeurs de gradient et de longueur et largeur de tache faussées. Si la relativement bonne circularité des images seuillées à 1400°$C_{eq\ Pt}$ n'implique pas forcément de grandes erreurs dans le calcul des distances du contour au point chaud (pour peu que ce dernier se situe au centre de la tache), ce n'est absolument pas le cas pour les images seuillées à 800°$C_{eq\ Pt}$, ce qui amène à des valeurs de gradient erronées. En connaissant la trajectoire du laser, il aurait été possible d'imposer les axes pour le calcul de ces valeurs.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

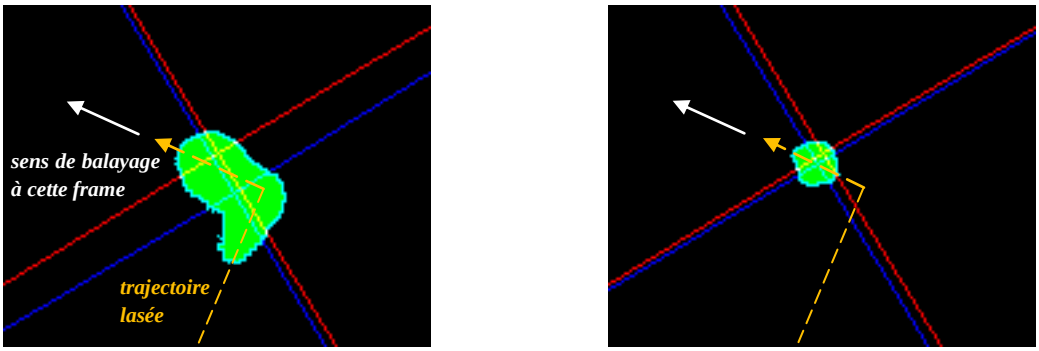


Figure VI-73 : Lasage d'un monocordon à P175V175ΔZ50 sur une trajectoire présentant un angle : image seuillée à 800°$C_{eq\ Pt}$ (à gauche) et à 1400°$C_{eq\ Pt}$ (à droite)

Tant qu'à rêver du cas idéal d'une solution de *monitoring*, il pourrait aussi être intéressant, en plus de la position du spot laser, de connaître la position selon l'axe Z de fabrication des portions lasées et observées. Ainsi, pour chaque image thermique il serait possible d'attribuer sa position précise en X/Y/Z. Couplée à un logiciel de cartographie 3D, il serait possible d'obtenir un modèle 3D de la pièce dans sa masse à l'image d'une tomographie. Chacun des voxels (pour *volumetric pixel* : pixel en 3D) de la pièce ainsi "créée" permettrait d'afficher une donnée particulière mesurée ou calculée à partir des films thermiques. Ainsi, il serait possible par exemple de voir une cartographie en 3D du gradient thermique *G2* ou de la température du point chaud pour la pièce dans son épaisseur. Cela permettrait, connaissant la signature thermique d'un défaut de remonter à sa position dans la pièce finie, ce qui présente un très fort intérêt industriel. Craeghs *et al*. se sont intéressés à une telle technique, bien qu'ils ne considèrent que l'aire des taches lumineuses observées sur la plage de longueur d'onde de 700 et 950 nm (Craeghs, et al., 2012).

Des pistes d'amélioration de la machine Phénix PM100 du Centre des Matériaux sont actuellement à l'étude afin de pouvoir établir un tel système. Les rares parties ouvertes des logiciels Phénix étant de véritables usines à gaz, la manière la plus pratique de récupérer les trajectoires du laser est d'interfacer un système afin de récupérer directement les signaux envoyés à la tête scanner. Certains aménagements devront être nécessaires, notamment en ce qui concerne le traitement car les trajectoires sont vraisemblablement définies de manière vectorielle (point de départ, point d'arrivée et vitesse). Si la trajectoire (et donc les axes à imposer à la tache) est accessible "directement", il est nécessaire de faire un calcul pour remonter à la position en X/Y. D'autre part, il a l'air impossible en l'état de se brancher sur le système pour récupérer la position du plateau de fabrication (permettant de connaître la position en Z). Ce problème peut être pallié en utilisant un capteur LVDT (pour *Linear Variable Differential* Transformer) sur le piston afin de connaître son déplacement (et donc sa position).

Une solution a toutefois été mise en œuvre pour l'EP2D afin de remédier à la mauvaise détection des axes d'inertie de la tache. Elle consiste à utiliser les images obtenues pour le premier cordon afin de détecter son axe d'inertie et de l'imposer aux autres images du film thermique. Ceci est possible car, comme dit précédemment, le lasage des draps s'est effectué en stratégie par allers simples ayant débuté en amont de la génératrice. Concrètement, le traitement des images est le même que celui mis en œuvre dans l'EP1D sur les deux premières images du film thermique où le laser peut se trouver dans la zone pré-génératrice, donc en région instable du fait de la forte couche de poudre. À partir de la 3ème *frame*, les paramètres opératoires sont repassés dans le domaine stable (faible épaisseur de couche au vu de l'énergie linéique apportée). Le traitement Matlab a toujours lieu de la même manière, mais l'orientation de la tache lumineuse seuillée à 800°$C_{eq\ Pt}$ est gardée en mémoire ; il en va de même pour les 9 images suivantes. À partir de la 13ème image, le programme définit une fenêtre

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

correspondant à la moyenne des 10 orientations conservées plus ou moins 15°. Si l'orientation des taches seuillées à 800°$C_{eq\ Pt}$ entre dans cette fenêtre, le calcul se déroule conformément à ce qui a été décrit pour l'EP1D. Si l'orientation de l'axe d'inertie de la tache sort de la fenêtre définie, un nouvel axe est imposé pour le calcul qui correspond à l'axe d'inertie moyen défini par les images 3 à 12. Le reste du calcul se déroule alors de la manière décrite dans la section VI.1.2, mais avec ce nouvel axe imposé pour le calcul des distances. Ainsi, le calcul des gradients s'effectue dans les bonnes directions par rapport à la direction de balayage. La Figure VI-74 résume de manière plus visuelle cette évolution du traitement d'images.

Figure VI-74 : Schématisation du traitement Matlab effectué pour imposer l'axe d'inertie : cas ne nécessitant pas de modifier l'axe d'inertie (à gauche) et le nécessitant (à droite)

Cette solution concernant le traitement d'images relève plus de la "bidouille" que de la panacée. Son principal avantage a été sa facilité de mise en œuvre comparée à une autre solution plus élégante, mais plus coûteuse en temps. L'évolution du traitement n'a été pensée que pour le cas de l'EP2D tout en restant toutefois applicable au lasage de monocordons rectilignes tous lasés dans la même direction. Une stratégie de balayage par allers-retours est plus fréquemment mise en œuvre dans l'industrie car elle permet une légère diminution du temps de lasage (le déplacement du laser entre la fin d'un cordon et le suivant est minimisé). Ce type de stratégie n'a pas été mis en œuvre pour le lasage des draps de l'EP2D car il aurait impliqué que les cordons n°2, 4, 6 et 8 de chaque drap débutent par une forte épaisseur de couche de poudre et se finissent par une fine (du fait du plateau incliné) à l'inverse de ce qui a été précédemment réalisé pour les monocordons. D'autre part, il aurait fallu changer la direction de l'axe d'inertie (par une rotation du demi-axe de 180°) à chaque changement de cordon. Ceci ne peut se faire de manière automatique car il est nécessaire de connaître les *frames* de début et de fin de chacun des cordons (ce qui ne peut se faire qu'en examinant le film image par image) afin de les implémenter dans le programme Matlab pour ne pas inverser les valeurs de *G1* et *G2* d'une part et de *G3* et *G4* d'autre part. Ce travail est assez fastidieux et prend déjà un certain temps dans le cas de paramétries simples : l'EP2D ne nécessite "que" l'observation de 18 films correspondant à des draps de 9 cordons sur une seule couche (en excluant les monocordons) ce qui ne représente que 180 *frames* à cibler parmi le "petit" total des 15829 images acquises. Effectuer ce travail de fourmi dans le cas du lasage d'une vraie pièce est totalement superfétatoire. D'autre part, ce type de traitement est absolument inadapté à une utilisation "en ligne" sur machine SLM car il ne peut avoir lieu qu'après l'acquisition, le rendant totalement inutile pour une solution de contrôle procédé. Un tel traitement convient toutefois au cas simple de l'EP2D. De ce fait, la recherche d'une solution automatisée de détection de la tache plus efficace n'a donc pas été plus poussée. Notons enfin que la solution mise en œuvre pour le traitement de l'EP2D n'a plus lieu d'être dans le cas où il est possible de récupérer la trajectoire du laser.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

VI.5.2 Résultats obtenus

VI.5.2.1 Résultats généraux

La Figure VI-75 présente le substrat de l'EP2D après lasage des différentes paramétries. On y distingue différentes choses :

- La zone du substrat post-génératrice, située en dessous des pointillés rouges sur la Figure VI-75, présente des bandes horizontales sombres. Il s'agit ici en fait d'un écrasement de matière survenu lors de la détection du zéro de l'axe Z du piston de fabrication. Afin d'initialiser le piston de fabrication, il est nécessaire de faire une détection du zéro. Sur la machine Phénix PM100, celle-ci se fait à l'aide du rouleau en WC-Co qui sert également à l'étalement des couches de poudre. Pour ce faire, le piston de fabrication s'abaisse d'une certaine hauteur et le rouleau effectue des va-et-vient en relevant légèrement le piston entre chaque passage. Le couple appliqué pour la translation du rouleau est mesuré et, lorsqu'il dépasse une certaine valeur (30 à 40 % du couple moteur maximal) de par le frottement sur le substrat, le rouleau s'arrête et le piston de fabrication se rabaisse légèrement. Une deuxième itération de ces allers-retours est effectuée mais avec un pas plus faible pour l'élévation du piston de fabrication. La position du piston de fabrication lorsque le rouleau frotte suffisamment à nouveau est alors considérée comme le zéro de l'axe de fabrication. Cette méthode de détection peut être assez traumatisante pour le substrat, surtout si celui-ci présente des irrégularités de surface (défaut d'usinage, de sablage, etc.). Notons que lorsque le rouleau frotte durant une fabrication (dans le cas d'un *balling*), le blocage n'a lieu que lorsque le couple moteur maximal est atteint, ce qui entraine des frottements beaucoup plus importants de la surface (et donc bien plus traumatisants) que lors de la recherche du zéro. Les substrats utilisés dans le cadre de ce chapitre sont en Nimonic 263 et ont été sablés au corindon (Al_2O_3) après leur usinage, ce qui entraîne une certaine rugosité. Cette rugosité permet à la poudre de mieux adhérer au substrat lors de l'étalement de la première couche. Un substrat trop lisse utilisé avec une poudre bien sphérique risque de voir rouler les particules sans qu'elles n'accrochent au substrat. Toutefois, dans notre cas, la rugosité du substrat (ainsi qu'un probable manque de régularité dans l'usinage) a amené à un épatement de la matière lors de l'initialisation du piston qui a gêné l'étalement de la poudre. Ceci a entraîné une hauteur de couche probablement beaucoup plus fine que celle calculée par régression linéaire à partir des données profilométriques. Les cordons alors lasés sont plus larges compte-tenu que l'énergie volumique apportée à la poudre est plus importante qu'elle n'aurait dû l'être. Ceci peut impliquer que les draps à Ev120 puissent présenter des taux de recouvrement faibles, mais non nuls dans les zones concernées (à faibles hauteurs de couche).
- On peut distinguer un point noir sous le trou central de fixation du substrat. Ce point est le résultat du réglage caméra. Afin de centrer l'image sur la caméra et d'effectuer la mise au point, on irradie le substrat en un point fixe. La tache lumineuse fixe restant visible pendant plusieurs secondes, il est possible d'effectuer les réglages en utilisant les tables micrométriques (cf. section VI.1.1.1). Afin de limiter les problèmes de déplacements de la tache lumineuse dus aux optiques inadaptées aux longueurs d'ondes observées (cf. sections VI.1.1.1 et VI.4.1), ce point fixe est situé à proximité de l'axe optique tout en restant hors de la trajectoire des cordons. L'utilisation du faisceau laser sur la même surface pendant un temps aussi long entraîne la fusion et l'évaporation locale du substrat à l'image de ce qui se produit en perçage laser (bien que les domaines de densité de puissance utilisés restent ici très loin des applications industrielles (Guinard, 2015)). Le

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

point noir observé au centre du substrat sur la Figure VI-75 correspond donc au trou percé lors du réglage caméra et aux suies dégagées qui se sont redéposées à proximité. Rappelons que ces réglages de la caméra ont lieu après la recherche du zéro de l'axe de fabrication, mais avant l'étalement de la couche de poudre.

- On peut observer que, pour chaque paramétrie, le monocordon, le drap à *Ev* = 60 µm et celui à *Ev* = 120 µm ont été regroupés côte à côte. Cependant, on peut distinguer 3 monocordons pour la paramétrie P175V1750. Lors du lasage du monocordon, un plantage du logiciel d'acquisition caméra a entraîné la perte des données acquises. Il a donc fallu laser un autre monocordon à la même paramétrie pour acquérir les données. Cette fois-ci, un problème de déclenchement du *trigger* a rendu le film inexploitable. Des essais de lasages sur de petits cordons (visibles sur la gauche du substrat) ont été effectués pour déterminer l'origine du problème et le régler. Le troisième lasage à P175V1750, situé à proximité des deux précédents a permis l'obtention d'un film thermique exploitable.
- On peut aussi constater que le monocordon lasé à P150V750 traverse le trou de fixation au centre du plateau (cf. Figure VI-85). Ceci n'est pas un choix volontaire, et est dû au fait qu'il est peu évident d'aligner avec précision le substrat sur le piston de fabrication. De ce fait, la trajectoire du laser s'est retrouvé passer dans le trou alors qu'elle devait longer sa périphérie. Ce point sera abordé dans la section VI.6.1.

On notera qu'on distingue des traces d'oxydes en surface de certains clichés MEB. Une analyse EDS révèle une composition correspondant à de l'alumine. Une observation plus poussée du substrat, et notamment des particules de sablage qui y sont restées accrochées montre que de la poudre de corindon (99,9 % Al_2O_3) s'est incrustée en surface du substrat. Lors de la fusion du lit de poudre, cette alumine piégée va fondre. De par une densité inférieure à celle du Nimonic, l'alumine liquide va remonter à la surface du cordon lasé. Elle se distingue notamment bien sur les draps à Ev60 où elle se concentre dans les creux formés entre les cordons (cf. Figure VI-78).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

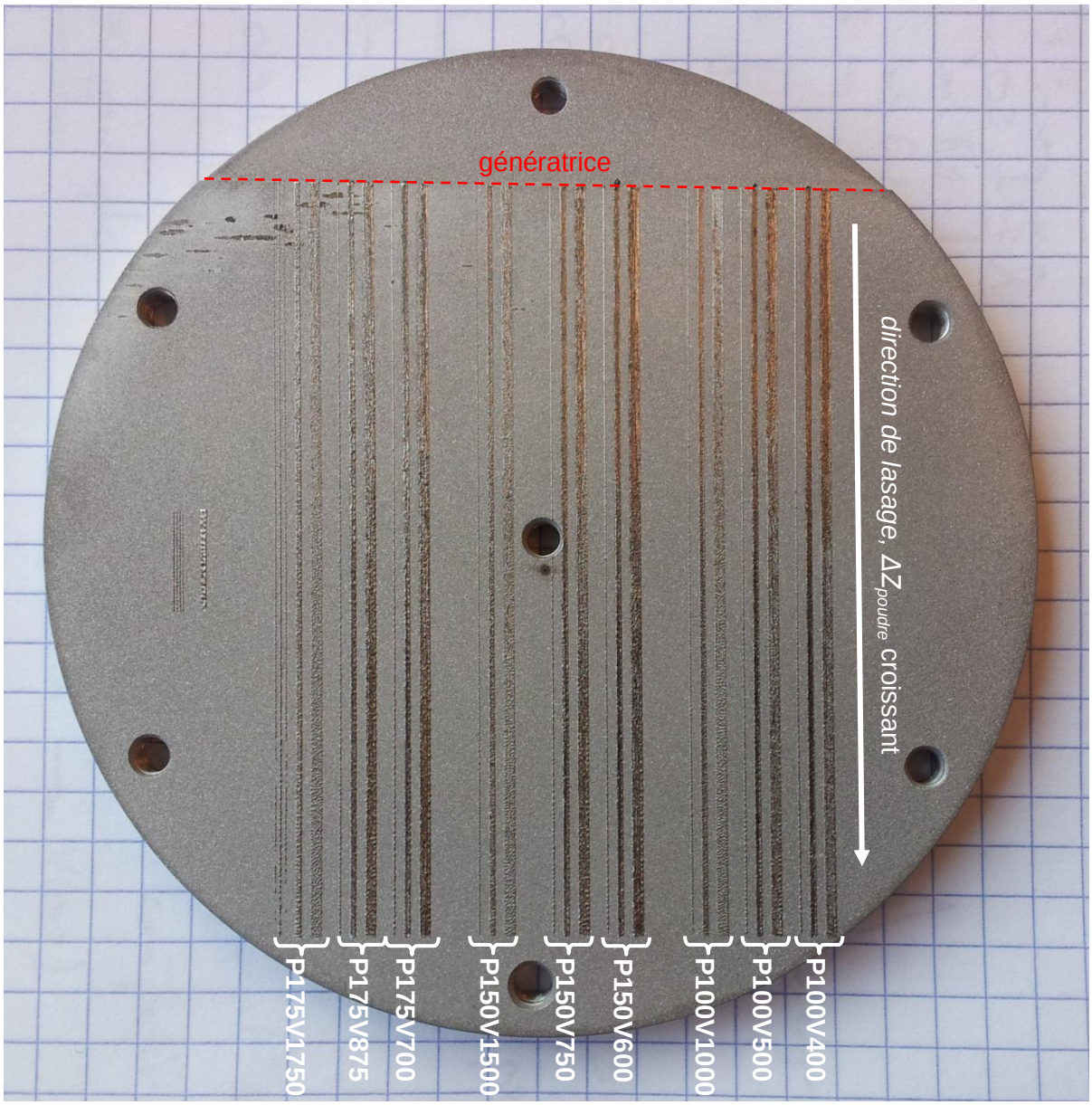


Figure VI-75 : Cordons et draps sur substrat C263 obtenus à la fin de l'EP2D en "manip coin"

Comme il a été dit précédemment, le lasage de chaque cordon (qu'il soit isolé ou au sein d'un drap) débute dans la zone pré-génératrice. Compte tenu de la marche de la génératrice, la couche de poudre lasée au-delà est supérieure au millimètre (soit vingt à trente fois plus que les hauteurs habituellement mises en œuvre en SLM). On se trouve donc dans un domaine de fortes instabilités (*balling* flottant en surface du lit de poudre). L'objectif était ici de visualiser la discontinuité engendrée par la génératrice : le passage brutal à une épaisseur de couche de l'ordre de la vingtaine de microns. Toutefois, à cause de l'imprécision du placement du substrat sur le plateau de fabrication, le laser ne balaye qu'un millimètre au maximum en zone pré-génératrice. Compte tenu des vitesses de balayage utilisées et de la fréquence de la caméra, cette zone ne s'observe que sur deux images au maximum. De surcroît, les premières images des films correspondent toujours à un régime thermique transitoire. Ajoutons à cela les éventuels problèmes de désynchronisation de la caméra dus au fonctionnement du *trigger* (cf. section VI.1.1.1), il n'est pas possible d'observer la discontinuité engendrée par la

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

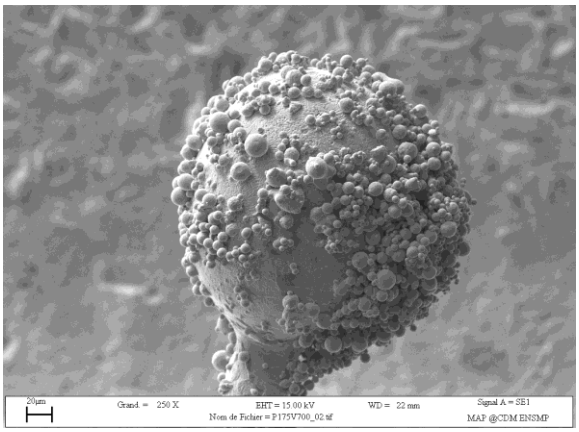
génératrice sur les films thermiques. Toutefois, l'examen des cordons dans la zone pré-génératrice montre des structures assez intéressantes.

VI.5.2.2 Zone pré-génératrice

Comme il a été dit dans la section VI.4.2.2, en cas de contre-dépouille (*i.e.* quand la hauteur maximale de poudre fondue est inférieure à la hauteur de couche étalée), le bain est discontinu et les billes de *balling* flottent librement à la surface du lit de poudre. Il est possible, mais pas systématique, qu'un ancrage de ces billes surviennent si les cordons en contre-dépouille sont proches de cordons ancrés à la pièce et donc au substrat, ce qui amène à une rugosité plus importante (Chivel, 2013). Dans notre cas, un ancrage peut survenir à proximité de la génératrice. La Figure VI-76 montre quelques uns des cas d'instabilités de contre-dépouille s'étant accrochées au niveau de la génératrice. On peut voir que ces structures sont composées de sphères de fort diamètre analogues à celles obtenues lors du *balling*. Dans le cas des draps à *Ev* = 60 µm, on peut distinguer les passages successifs du laser sur les billes, ce qui augmente leur volume par l'incorporation de la poudre fondue aux billes précédemment formées. Ces structures maintenues dans le vide peuvent être de taille conséquente : elles peuvent atteindre le millimètre de long, soit la longueur de la zone pré-génératrice lasée (cf. Figure VI-76 e et f). Les plus grands défauts ont été constatés sur les draps avec un écart-vecteur de 60 µm. Du fait du recouvrement, les billes de *balling* augmentent en diamètre et risquent nettement plus d'être jointives, alors que sans recouvrement (monocordons et draps à Ev120), il est possible qu'elles soient suffisamment dissociées pour continuer à flotter sur le lit de poudre.

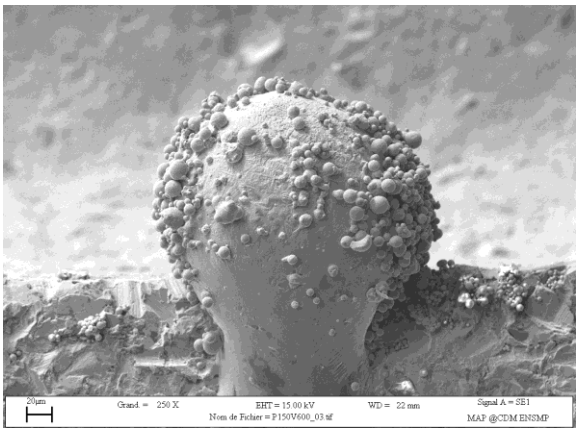
On distingue également sur la Figure VI-76 a, b, e et f que des particules du lit de poudre viennent se fritter à la surface des instabilités de contre-dépouille comme cela peut arriver également dans le cas du *balling* (cf. Figure VI-28 et Figure VI-50 d) et des projections (cf. Figure IV-32 et Figure IV-38 dans le cas du TA6V et Figure VI-81 pour le Nimonic 263). Notons également que les instabilités ancrées n'ont pas besoin d'une grande surface de contact pour être maintenues dans le vide. On peut voir que des contacts très restreints permettent à des billes de fort diamètre de se retenir les unes aux autres ou à la génératrice et d'être maintenues dans le vide (cf. Figure VI-76 c et d). Précisons qu'il n'est pas évident de savoir si l'absence d'ancrage des instabilités de contre-dépouille est due à une réelle non connexion des instabilités avec la génératrice ou à la rupture de contacts ponctuels peu résistants lors du balayage de la poudre sous le profilomètre.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE



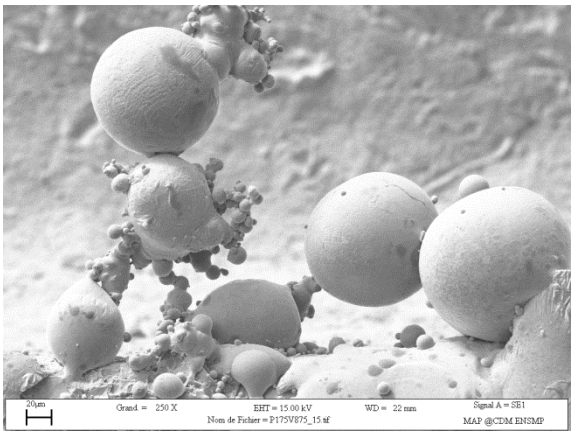
P175V700Mono

(a)



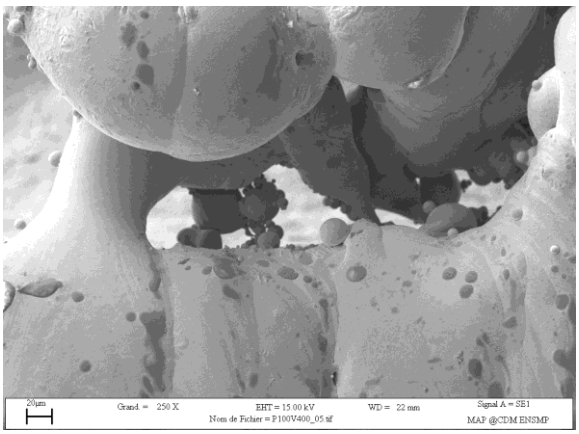
P150V600Mono

(b)



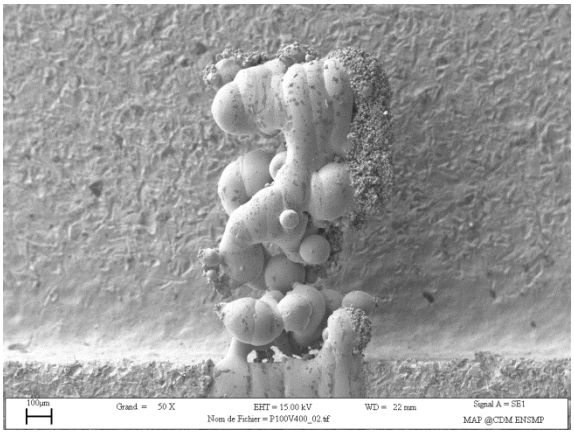
P175V875Ev120

(c)



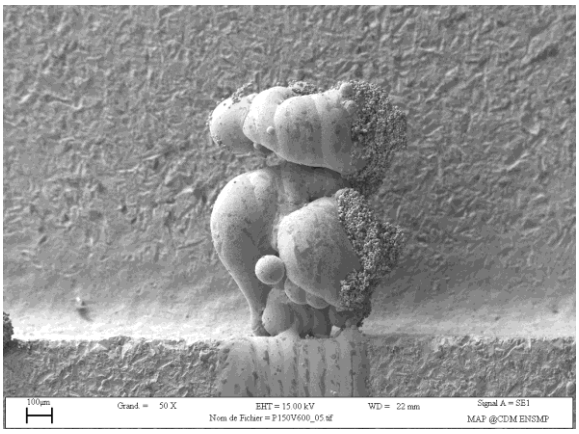
P100V400Ev60

(d)



P100V400Ev60

(e)



P150V600Ev60

(f)

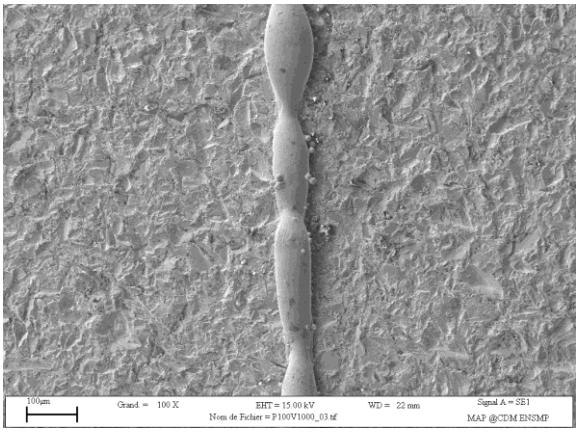
Figure VI-76 : Ancrage d'instabilités de contre-dépouille au niveau de la génératice

VI.5.2.3 Balling

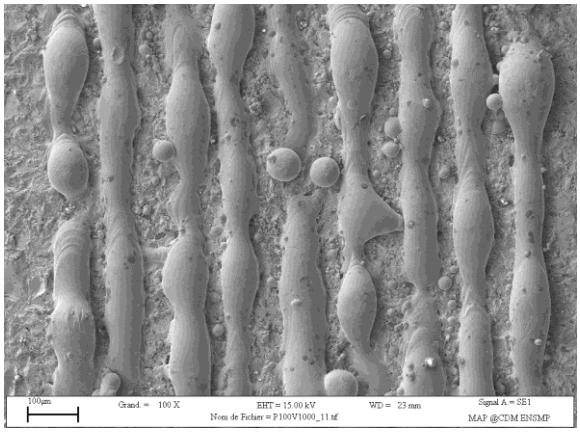
L'apparition du *balling* dans le cas du monocordon a déjà été abordée dans l'EP1D (cf. section VI.4.2.2), mais qu'en est-il des draps lorsque le lasage se situe dans des conditions d'instabilité ? Le cas des draps à Ev120 est assez intuitif : du fait du fort écart-vecteur, il n'y a pas de recouvrement

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

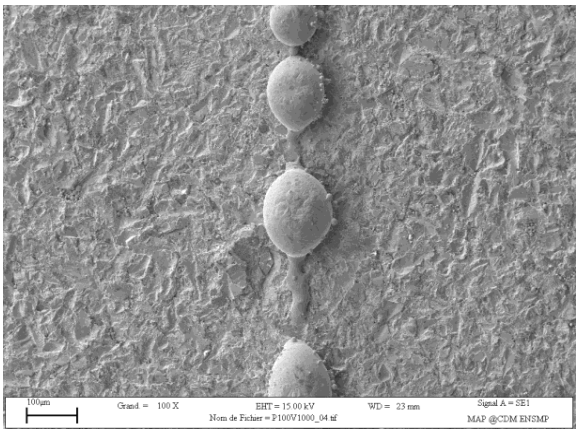
entre les cordons (ou du moins il est très minime). De ce fait, si les conditions en *P*, *V* et ΔZ_{poudre} sont dans le domaine du *balling* pour le monocordon, ce sera également le cas pour le drap présentant un écart-vecteur de 120 µm (cf. Figure VI-77). On peut noter que du fait de la proximité entre les cordons, il arrive que les instabilités d'un cordon puissent rejoindre le bord du cordon précédent et s'y coller avant de se solidifier. Cela implique des épanchements de ces instabilités d'un cordon à l'autre (cf. Figure VI-77 b) ou des gouttes ou billes de *balling* collées les unes aux autres (cf. Figure VI-28). Ceci s'opère car le liquide cherche toujours à diminuer sa tension de surface de la même manière que deux gouttes d'eau proches s'unissent pour n'en former qu'une seule plus grosse.



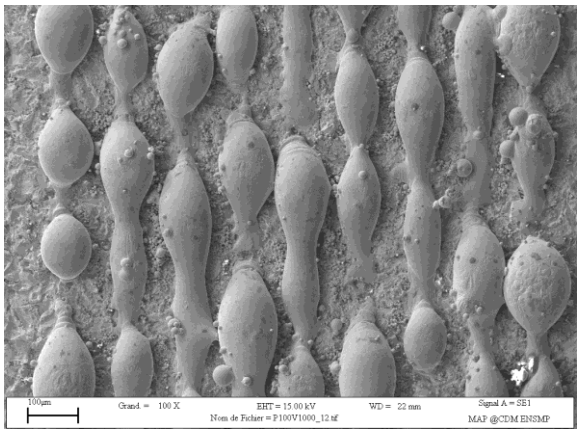
P100V1000Mono à ΔZ_{poudre} = 60 µm
(a)



P100V1000Ev120 à ΔZ_{poudre} = 60 µm
(b)



P100V1000Mono à ΔZ_{poudre} = 75 µm
(c)



P100V1000Ev120 à ΔZ_{poudre} = 75 µm
(d)

Figure VI-77 : Comparaison des instabilités entre le monocordon et le drap à Ev120

Le cas des draps avec un écart-vecteur de 60 µm est différent, car ils présentent un taux de recouvrement assez élevé (aux alentours de 50 %). Des conditions de *balling* pour le monocordon impliquent que le premier cordon du drap (situé à droite sur les photos MEB) sera également instable. Toutefois, comme on l'a abordé dans la section VI.5.1, le recouvrement a un impact sur la morphologie des cordons suivants (impact ayant nécessité une évolution du programme de traitement d'images). On peut tout d'abord constater que le laser n'apporte pas suffisamment d'énergie au deuxième cordon pour totalement refondre les instabilités ou les gouttes de *balling* formées au premier cordon. Cela se distingue assez bien sur la Figure VI-78 et particulièrement sur la Figure VI-79. On y distingue également que même si le cordon n°1 montre des instabilités, voire du *balling* conséquent, les cordons 2 à 9 sont à des niveaux d'instabilité moindres. En effet, le *balling* correspond à la

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

fragmentation du bain liquide, sous l'effet des instabilités de Plateau-Rayleigh, en gouttelettes pour des raisons de minimisation de tension surfacique liquide/gaz. Lors du lasage d'un cordon avec recouvrement, la présence d'un cordon déjà solidifié change les interfaces solide/liquide et liquide/gaz en offrant une plus grande surface solide que s'il s'agissait d'un lit de poudre (où les contacts entre particules solides sont ponctuels). De ce fait, la surface du bain liquide du cordon n°2 et des suivants est inférieure à celle du premier cordon pour la même épaisseur de couche de poudre. D'autre part, il y a moins de poudre dans le volume d'interaction du laser et à dire vrai, moins de matière que lors du lasage d'un monocordon (du fait du retrait à la solidification et de l'évaporation du cordon précédent ainsi que des projections). Qui plus est, une grande partie n'est plus sous forme pulvérulente (cordon déjà solidifié). Il en résulte que ces bains n'ont alors pas besoin de se fragmenter et qu'il n'y a donc pas de *balling* sur ces cordons. Il est probable également que le pompage thermique, plus important lorsqu'il y a recouvrement, induise une diminution des phénomènes convectifs au sein du bain liquide et par là même, contribue à la diminution des instabilités. Toutefois l'importance du pompage thermique par rapport à l'influence du changement des surfaces interfaciales et de la quantité de matière fondue sur la diminution du *balling* n'est pas évidente à déterminer. Ces deux phénomènes de stabilisation ont été observés dans le cas d'une paramétrie stable par Craeghs *et al.* lors de l'étude de "l'edge-effect" (effet d'arête en français) (Craeghs, et al., 2011). Ils constatèrent que le premier cordon des surfaces lasées est généralement plus cylindrique que les suivants du fait que son environnement est entièrement constitué de poudre. Ils attribuèrent également ces différences aux phénomènes de tension de surface ainsi qu'au pompage thermique plus faible que pour les cordons suivants. Notons cependant que le recouvrement ne permet pas de faire disparaître totalement les instabilités. Si la Figure VI-78 montre un drap relativement lisse hormis la portion du premier cordon qui n'a pas été relasée, la Figure VI-79 montre qu'à forte épaisseur de couche, il est possible que les draps avec recouvrement présentent une surface irrégulière, preuve de la présence d'instabilités de Plateau-Rayleigh.

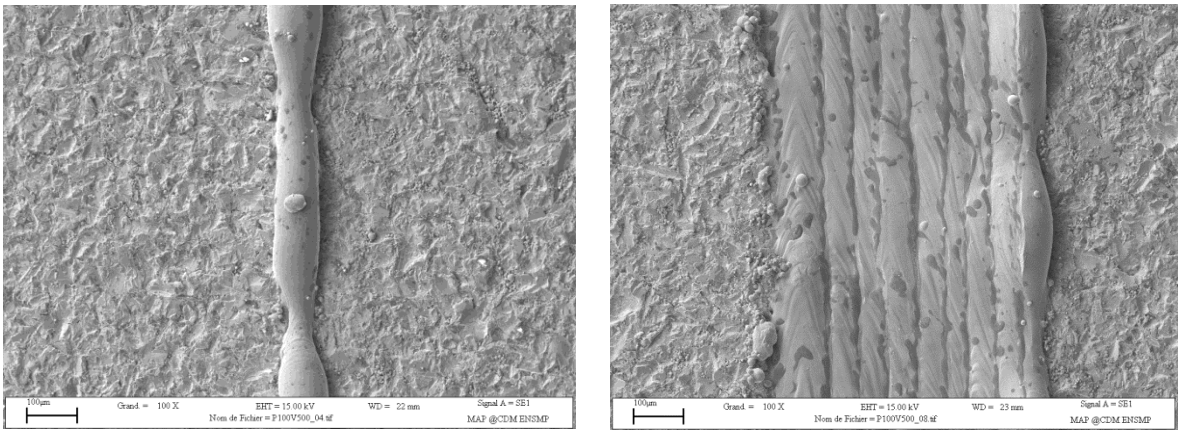


Figure VI-78 : Comparaison des instabilités entre P100V500Mono et P100V500Ev60 à ΔZ_{poudre} = 75 µm

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

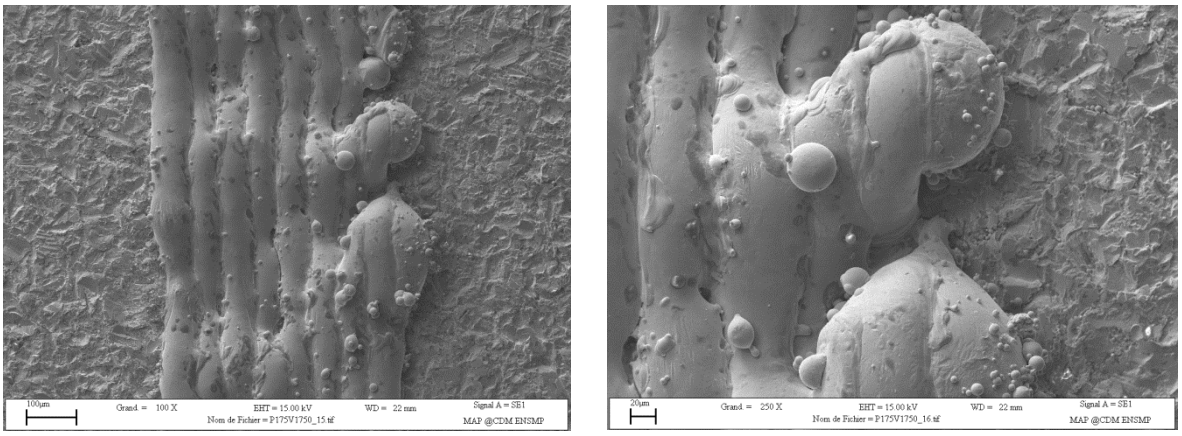


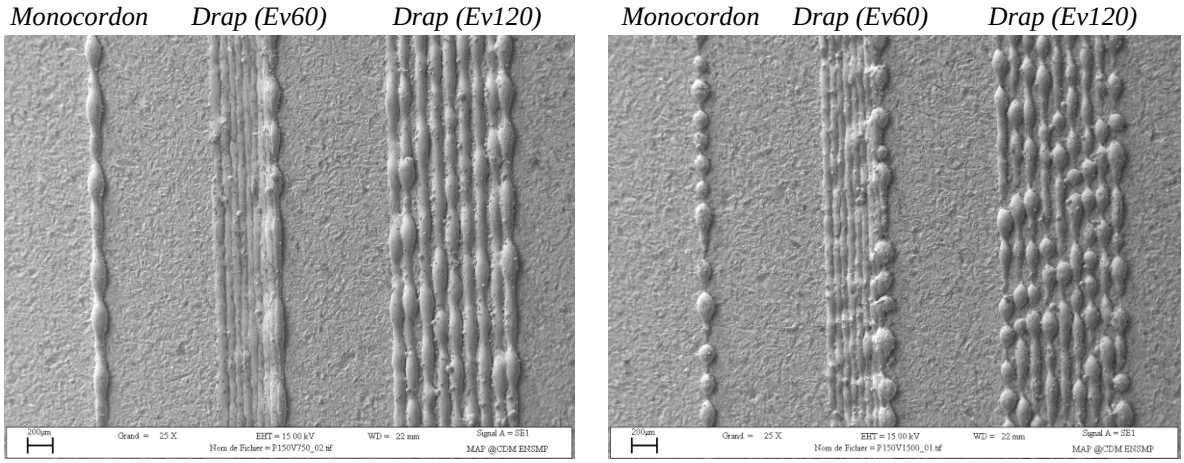
Figure VI-79 : Détail sur la non refusion du *balling* formé au premier cordon dans le cas du drap P175V1750Ev60 à ΔZ_{poudre} = 97 µm

Pour Yadroitsev *et al.*, les instabilités repérées par l'absence de continuité du cordon peuvent s'atténuer, voire disparaître avec l'augmentation du nombre de couches lasées du fait que le pompage thermique par le substrat devient de moins en moins important au fur et à mesure qu'on s'en éloigne (Yadroitsev, et al., 2007). Cela veut dire que pour Yadroitsev *et al.*, le changement de la thermique entraîné par le pompage a une forte influence les instabilités de Plateau-Rayleigh. Il est cependant plus que probable que le changement des aires de contact entre solide et liquide tienne une place plus importante que le pompage thermique dans ce phénomène. Les constatations de Yadroitsev *et al.* ont été obtenues dans le cas de voiles (monocordons superposés) de quelques couches (tout au plus une dizaine). Dans le cas du lasage d'une pièce industrielle, les surfaces lasées à chaque couche sont généralement plus grandes que de simples monocordons et peuvent induire eux-mêmes un pompage thermique une fois que la hauteur de couche déposée a fini d'évoluer (cf. Chapitre V). D'autre part, Yadroitsev *et al.* observent leurs constructions par le dessus, or une stabilisation des cordons supérieurs n'implique pas forcément une disparition des défauts de la première couche. Il est possible que les couches stables soient juste posées (ou faiblement ancrées) sur les premières qui sont instables. Ce phénomène a été observé lors de l'étude préliminaire lorsque la panne du système d'aspiration a entraîné des constructions instables pour les supports cylindriques (cf. section VI.2). Il arrivait que la construction puisse repartir pour quelques couches au dessus d'une portion instable (due à la chute d'une suie sur la surface lasée) aboutissant à une structure flottant au dessus du cylindre et éventuellement ancrée au reste du support. Dans notre cas, ces fabrications s'interrompaient à cause du blocage du rouleau soit par l'arrachement de cette portion solidifiée flottante, soit par la forte rugosité du cylindre entraînée par les défauts dus au manque d'aspiration des fumées. Il en découle donc que les constatations de Yadroitsev *et al.* sur la stabilisation du *balling* n'impliquent pas que les défauts ont disparu de la pièce, mais que les couches supérieures peuvent masquer les défauts sous-jacents. Une observation des voiles suivant leur tranche permettrait d'apporter plus d'information sur cette hypothèse. Ajoutons que la hauteur de poudre à laser augmente avec le nombre de couche (cf. Chapitre V), ce qui augmente les risques de passer dans le domaine instable si la paramétrie utilisée est proche de la frontière du domaine d'instabilité.

D'après les constatations de l'EP2D, du fait que le recouvrement ne permet pas de diminuer le *balling* du premier cordon, une instabilité de ce dernier entraîne une instabilité locale du drap (cf. Figure VI-80). De plus, Li *et al.* montrent que l'écart-vecteur n'a pas d'influence sur la stabilité des constructions tant que l'on se place dans des conditions de stabilité du monocordon (Li, et al., 2012). Les domaines de stabilité et d'instabilité du monocordon et des draps sont donc les mêmes en ce qui concerne les paramètres opératoires : les instabilités du premier cordon perdurent dans le drap et sont

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

donc sources de défauts de fabrication dans la couche en cours et donc, *a fortiori* dans la pièce complète. On pourra apporter une nuance en notant qu'il est possible de considérer un drap comme stable malgré que son premier cordon soit instable. Toutefois, ce premier cordon reste susceptible d'introduire des défauts dans la pièce. L'utilisation d'une stratégie de remplissages car carrés de lasage (cf. Figure V-12) implique de multiplier les draps, et donc le nombre de premiers cordons instables pendant le lasage d'une couche. On constatera que l'EP2D ne s'est pas intéressée à de plus fortes épaisseurs de couches où il est envisageable que les niveaux d'instabilité des cordons 2 à 9 puissent aller jusqu'à la formation de *balling*. Toutefois, cela relève de cas très critiques qui ne correspondent pas à des paramétries constructibles.



P150V750 à ΔZ_{poudre} = 90 µm (a)

P150V1500 à ΔZ_{poudre} = 88 µm (b)

Figure VI-80 : Comparaison des instabilités entre monocordons et draps à Ev60 et Ev120 pour deux paramétries différentes

VI.5.2.4 Projections

L'EP2D comprend 27 fabrications (9 monocordons, 9 draps à Ev60 et 9 draps à Ev120), soit 171 cordons au total contre les 20 monocordons de l'EP1D. La surface de poudre lasée pour l'EP2D est de ce fait plus de sept fois supérieure à celle de l'EP1D. Ainsi, comme une plus grande quantité de poudre est lasée, le nombre de projections de matière fondue hors du bain liquide est augmenté et la probabilité que l'une d'elles se colle en surface d'une surface déjà consolidée est plus grande pour cette deuxième partie de l'étude paramétrique. On détecte effectivement des projections collées en surface des cordons ou des draps, ce qui implique des surépaisseurs conséquentes, comme le montre la Figure VI-81 et la Figure VI-82. La Figure VI-81 montre une particule projetée et adhérente sur le monocordon lasé à P175V700. On observe d'ailleurs une déformation du cordon sous la particule, preuve que la projection a apporté suffisamment d'énergie au cordon déjà solidifié pour le refondre localement. Compte tenu de la taille de la projection (une centaine de microns) par rapport à la hauteur de couche (22 µm), il n'est pas possible que l'agglomérat de particules situé sur le sommet de la projection provienne d'une chute de la poudre environnant directement le cordon. Il est plus probable que ces particules aient été soufflées sur la projection par les détentes du gaz du lit de poudre, ou que cette projection ait roulé ou rebondit sur le lit de poudre avant de se coller au cordon. Des essais avec le système Cavilux ont montré que ces projections de liquide expulsées hors du bain peuvent rebondir en surface du lit de poudre, et peuvent parfois même en arracher une partie qui y aurait adhéré (cf. Annexe A). Le mécanisme d'adhésion des particules du lit de poudre à la surface des projections n'est pas bien défini. Il semblerait qu'il s'agisse de frittage (à l'instar de ce qui avait été observé lors des fabrications en TA6V au Chapitre IV).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

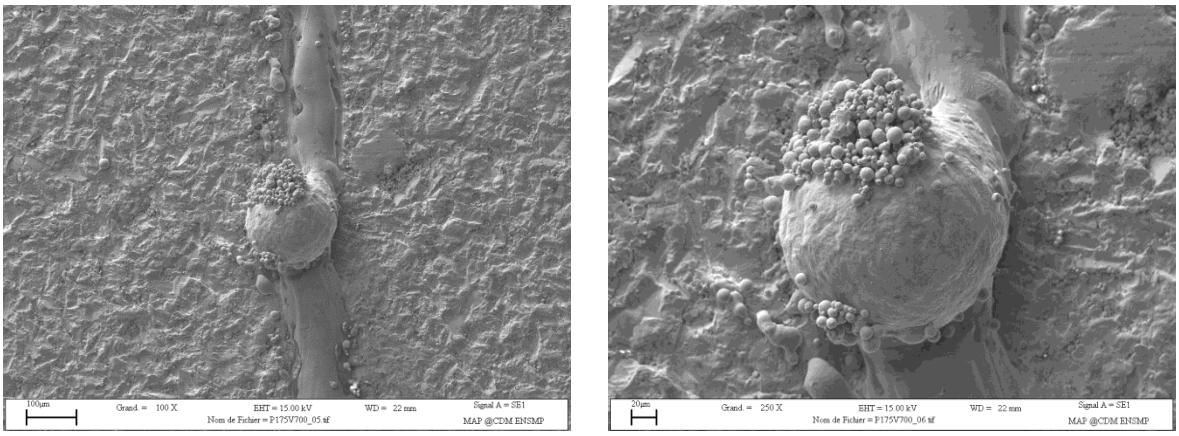
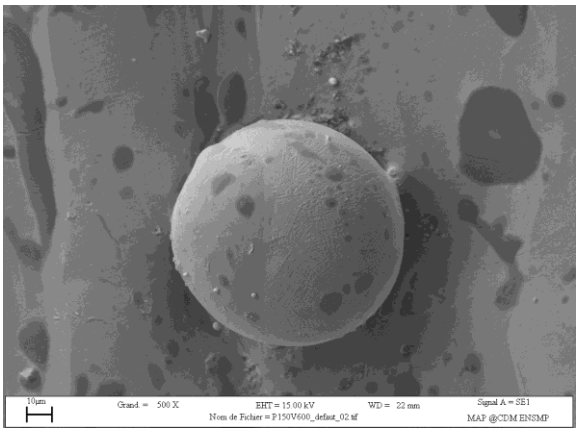


Figure VI-81 : Projection ayant rebondi sur le lit de poudre avant de se coller à la surface du cordon P175V700Mono dans une zone où ΔZ_{poudre} = 22 µm

La Figure VI-82 présente 3 particules de fort diamètre (environ 100 µm) qui ont été projetées hors du bain liquide et se sont collées à la surface du drap P150V600 durant son lasage. De ce fait, lors du lasage du cordon suivant celui sur lequel la grosse particule s'est ancrée, le faisceau laser est repassé sur cette dernière. On peut constater que les effets du laser sont assez variables sur ces projections malgré le fait que la paramétrie reste la même. Il peut ne pas avoir d'impact et laisser la particule totalement inaffectée (cf. Figure VI-82 a), comme il peut fondre partiellement la particule tout en laissant une forte surépaisseur à sa position (cf. Figure VI-82 b), voire quasiment la fondre, entraînant néanmoins une surépaisseur au niveau de la portion fondue (cf. Figure VI-82 c). La différence de comportement de ces particules vis-à-vis d'un second passage sous le faisceau laser n'est pas déterminée, mais il faut avouer un manque de connaissance sur la genèse de ces grosses projections et sur la manière dont elles ont atterri à ces endroits. La particule de la Figure VI-82 b, par exemple, a une morphologie assez différente des deux autres projections : elle semble moins "collée en surface" du drap. Il est possible qu'elle n'ait pas atterri de la même façon (température, vitesse) sur le drap en cours de lasage que les particules présentées en a et c. Si l'impact de la projection sur le cordon est suffisamment fort et/ou sa température est suffisamment élevée, il peut être envisageable qu'elle se déforme et épouse mieux la surface déjà consolidée (à l'image des *splats* observables sur la Figure III-23). De ce fait, les conditions thermiques, notamment en ce qui concerne la conduction, ne sont pas les mêmes d'une forme à l'autre et il est possible que cela influe sur la refusion de la projection. La différence de morphologie entre la Figure VI-82 a et la Figure VI-82 c peut provenir d'une différence de température de la particule lors du passage du laser. Si la projection présentée a suffisamment refroidi, le laser peut ne pas avoir le temps de la chauffer pour permettre sa refusion lors de son passage. Si la particule est encore suffisamment chaude (cas de la Figure VI-82 c), l'apport énergétique du laser peut amener une partie de la projection au-delà de son point de fusion et la fondre.

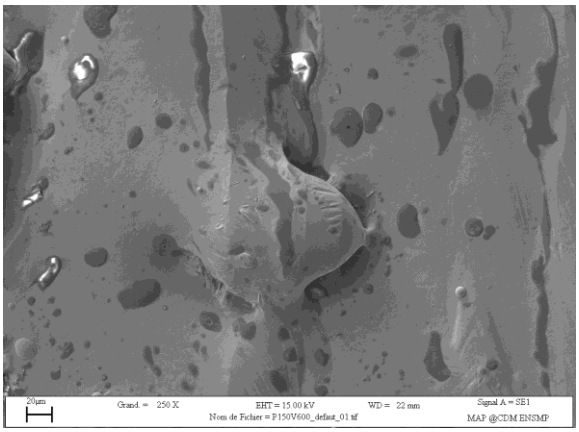
Li *et al.* observent des particules en surface de zones lasées qu'ils qualifient de *balling* (Li, et al., 2012). Toutefois, les images MEB des cas présentés montrent des cordons stables. Le "*balling*" observé s'apparente nettement plus à des projections collées en surface de draps qu'à du *balling* induit par des instabilités de Plateau-Rayleigh à cause d'un mauvais choix de paramètres opératoires. Toutefois, le terme *balling* signifie littéralement "formation de boule(s)" donc les projections de matière fondue hors du bain, qui s'apparentent à de l'atomisation, rentrent en un certain sens dans cette appellation. Li *et al*. observent également qu'il est possible, dans une certaine mesure, d'améliorer l'état de surface des couches présentant des projections en surface en relasant la couche considérée. Il est donc susceptible de rester des défauts malgré le relasage, ce qui concorde avec les observations faites dans l'EP2D.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE



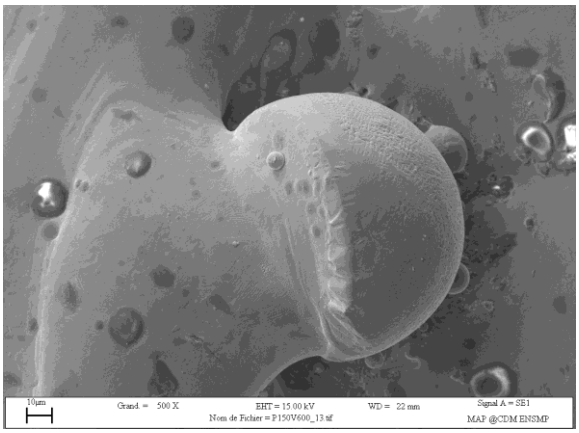
P150V600Ev60

(a)



P150V600Ev60

(b)



P150V600Ev120

(c)

Figure VI-82 : Repassage du laser sur des projections collées en surface de draps à P150V600 engendrant une refusion nulle (a), partielle (b) ou quasi-totale (c) de ces particules

Il faudrait observer la manière dont les particules sont projetées et suivre leur impact dans le lit de poudre ou sur la surface lasée afin d'obtenir une meilleure compréhension de ce phénomène. Cela impliquerait un suivi par une caméra ultra-rapide (les particules peuvent en effet se déplacer à plus d'un mètre par seconde, cf. Annexe A), travaillant dans le visible (les projections refroidissent rapidement en dessous du seuil observable par la caméra thermique, cf. section VI.2.3.1) et ayant une résolution suffisamment grande pour permettre une détection correcte de la projection. Bien qu'il soit nécessaire d'adjoindre un laser d'éclairage afin de ne pas être ébloui par le rayonnement du bain liquide (à la manière du système Cavilux décrit en annexe), il existe des caméras pour mener de telles observations. Leur mise en œuvre relève toutefois de la gageure. Observer l'apparition de la particule, l'intégralité de son vol et son impact avec une caméra existante nécessiterait de détecter la particule à l'instant où elle apparaît et de la suivre en déplaçant la caméra. Cela est tout simplement impossible avec la technologie actuelle au vu de la vitesse à laquelle ces opérations doivent se passer. Effectuer ce suivi sans déplacer la caméra est également impossible car il faudrait observer une très grande surface du plateau de fabrication avec une résolution démentielle et à très haute fréquence (ce point avait été abordé dans la section VI.1.1). L'imprévisibilité du moment où les projections se forment, ainsi que de leurs vitesses et de leurs angles d'éjection font qu'il est totalement impossible de prédire une zone précise où des particules s'écraseront. De ce fait, l'observation du plateau de fabrication en une zone fixe et restreinte (afin de permettre un bon compromis entre fréquence d'acquisition et résolution) ne peut pas garantir que des projections s'y impactent lorsqu'on lase une surface à proximité ; quand bien

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

même, on observerait la chute de particules dont on n'aurait pas observé la naissance. D'autre part, comme il a été dit précédemment, les projections passent rapidement hors du champ de la caméra dans le cas d'une visualisation coaxiale. De ce fait, si leur apparition peut être facilement visible (développement du système de visualisation mis à part), leur point de chute reste aléatoire, de même que la localisation de leur impact. Calculer leur trajectoire à partir des images obtenues relèverait de l'usine à gaz même sans tenir compte des éventuels rebonds qui sont eux-mêmes rendus encore moins évidents à gérer si des agglomérats se forment avec le lit de poudre qui changent la géométrie des particules projetées. Toutefois, un système de visualisation coaxiale avec une forte résolution et une très haute fréquence d'acquisition peut permettre de visualiser la refusion de ces particules, mais le caractère aléatoire de ce défaut fait qu'il sera obligatoire de multiplier les essais pour acquérir ces images.

VI.5.2.5 Imagerie thermique

Comme nous l'avons vu précédemment, le recouvrement induit des images thermiques différentes du monocordon. Comme la traînée chaude à l'arrière du bain est nettement moins prononcée du fait du recouvrement, le gradient *G2* s'en voit plus important. Par corrélation entre les données obtenues par microscopie, par profilométrie et par imagerie thermique, il est possible de tracer l'évolution de *G2* et de ΔZ_{poudre} en fonction du temps de lasage à l'image de ce qui avait été montré en Figure VI-68. Pour cela, il est nécessaire de repérer les *frames* de début et de fin de chaque cordon afin de pouvoir réinitialiser la hauteur de couche à chaque cordon (qui est rappelons-le lasé d'une faible à une forte épaisseur de couche). La Figure VI-83 montre l'évolution du gradient *G2* au cours du temps lors du lasage du drap P175V1750Ev60. La hauteur de couche de poudre correspondant à l'endroit balayé par le laser en fonction du temps y est aussi indiquée. En observant ces courbes, il est assez intuitif de voir que le drap est constitué de 9 cordons même si aucune indication n'était portée sur le graphe. Cette représentation a été préférée à la superposition des valeurs de gradient pour chaque cordon car elle rend le graphique plus lisible. On constate qu'aux faibles valeurs de la hauteur de couche il y a une très forte élévation de la valeur de *G2* pour la *frame* de début de chacun des cordons : cela correspond à la zone pré-génératrice. Toutefois, comme le rapport V / f n'est pas favorable à l'observation de la zone en contre dépouille, seule la moitié du temps d'intégration de la première image de chaque cordon se fait en contre-dépouille alors que l'autre moitié se fait à une faible épaisseur de couche. Les valeurs obtenues pour les premières images des cordons sont donc à prendre avec précaution.

Comme on s'y attendait, le gradient thermique *G2* calculé pour le premier cordon est du même ordre de grandeur que celui obtenu durant l'EP1D pour les domaines de stabilité et d'instabilité du cordon (cf. Figure VI-68). On note aussi qu'à partir du deuxième cordon, les valeurs de *G2* sont plus élevées que celles du premier cordon du fait du pompage thermique dû au recouvrement qui induit une absence de traînée lumineuse en aval du bain. Les valeurs du gradient thermique d'un cordon avec recouvrement dans le domaine stable sont environ 3 fois plus élevées pour un écart-vecteur de 60 µm que pour le monocordon. On note aussi qu'à forte épaisseur de couche (dans des conditions d'instabilités fortes), le gradient thermique des cordons 3 à 9 est supérieur à celui des cordons 1 et 2 qui sont du même ordre. En observant la Figure VI-79, on note que le deuxième cordon est encore discontinu malgré qu'il soit légèrement plus stable que le *balling* formé au premier cordon. C'est cette discontinuité qui entraine que les valeurs de *G2* sont du même ordre pour les fortes épaisseurs de couche des deux premiers cordons. Le troisième cordon et les suivants sont encore un cran en dessous en termes d'instabilité : ils sont continus et donc plus sujets à un pompage thermique entraînant la hausse des gradients à l'arrière du bain. Notons que le gradient s'affaisse lorsque la hauteur de couche augmente. En effet, le fait que les cordons 2 à 9 présentent moins d'instabilité que le cordon n°1 ne

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

signifie pas pour autant qu'ils sont totalement stables. Lorsque les hauteurs de couche augmentent, les cordons vont devenir de plus en plus instables. Il est même probable que des épaisseurs de couche plus importantes que celles utilisées ici puissent entraîner du *balling* sur les cordons 2 à 9 (cf. sectionVI.5.2.3). Au fur et à mesure de l'augmentation de l'épaisseur de la couche de poudre, les cordons du drap vont de moins en moins bien mouiller le substrat et exhiber une forme de plus en plus cylindrique. Le pompage thermique assuré par le substrat et le cordon précédent est alors moins fort de par la diminution des aires de contact solide/liquide, ce qui entraîne une diminution du gradient thermique *G2*, le rapprochant des valeurs obtenues dans des cas de *balling* (où le pompage thermique par le substrat est quasiment nul). Pour simplifier, on pourrait dire qu'augmenter la hauteur de couche amène les cordons à développer des instabilités de Plateau-Rayleigh, mais qu'il faut une augmentation plus conséquente de la couche de poudre pour arriver au même niveau d'instabilité avec du recouvrement de cordons que pour les monocordons.

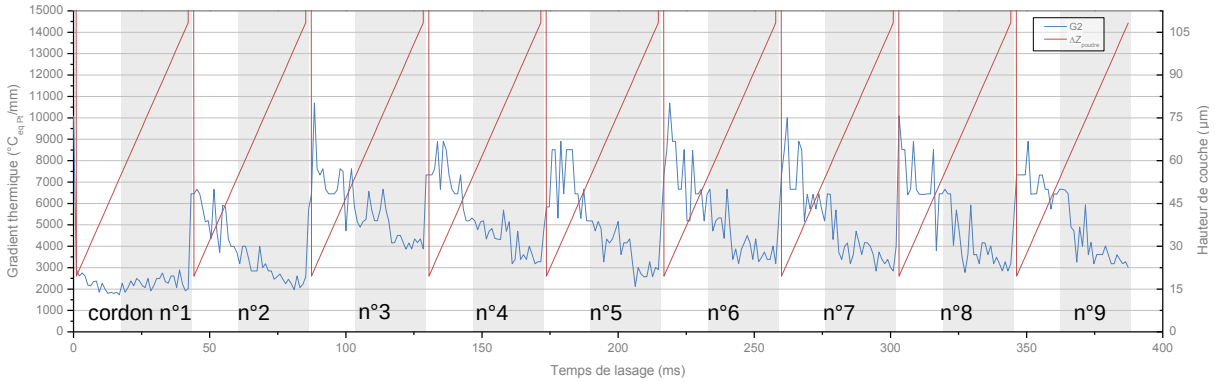


Figure VI-83 : Évolution du gradient thermique *G2* et de la hauteur de couche ΔZ_{poudre} en fonction du temps pour le lasage du drap P175V1750Ev60 (les zones correspondant au domaine instable du monocordon sont indiquées par des surfaces légèrement grisées)

L'examen de l'évolution du gradient *G2* dans le cas du drap présentant un écart-vecteur de 120 µm est présenté en Figure VI-84. Avec un tel écart vecteur, compte tenu de la largeur du cordon, le taux de recouvrement est faible, mais pas tout à fait nul (cf. section VI.5.2.1). Cet effet est visible sur les valeurs du gradient thermique *G2* pour les faibles épaisseurs de couche qui sont entre 2 fois plus élevées pour les cordons 2 à 9 que pour le cordon n°1 dans les domaines de stabilité du monocordon. Encore une fois, cette élévation est due à une augmentation du pompage thermique par les cordons adjacents déjà solidifiés et par la déformation du substrat lors de la recherche du zéro, ce qui limite la traînée lumineuse de la tache observée et *de facto* la valeur du gradient calculé. Compte tenu du très faible recouvrement, voire de son inexistence, tous les cordons des draps à Ev120 forment du *balling* aux mêmes hauteurs de couche (qui correspondent donc aux domaines d'instabilité du monocordon). Le cliché de droite de la Figure VI-28 présente le drap P175V1750Ev120 à ΔZ_{poudre} = 98 µm. On y voit très nettement que l'absence de recouvrement fait qu'il n'y a aucune stabilisation des cordons comme c'était le cas dans une moindre mesure pour les draps à Ev60 (cf. Figure VI-79). De ce fait, il est également logique que les valeurs du gradient thermique dans le domaine d'instabilité soient du même ordre que pour le monocordon. Enfin, on notera l'absence de forte élévation de la hauteur de couche au début des cordons présentés dans la Figure VI-84. Cela s'explique par le fait que l'acquisition du début des cordons a fait face à une désynchronisation du *trigger* de la caméra (cf. section VI.1.1.1). Le programme Matlab n'a pas traité ces images dont l'intensité lumineuse maximale était trop faible, et il en résulte une absence de ces points dans la série de donnée exportée par Matlab. Les absences de valeurs visibles sur le tracé de *G2* en fonction du temps sont quant à elles dues à une température équivalente platine maximale inférieure à 1400°$C_{eq\ Pt}$,

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

ce qui n'a pas permis le calcul du gradient thermique, mais n'a pas empêché le programme de traiter l'image. Cette diminution de l'intensité lumineuse maximale peut être causée par un écrantage de la lumière par les fumées apparaissant lors des lasages (qui sont d'autant plus importantes que les surfaces balayées sont grandes).

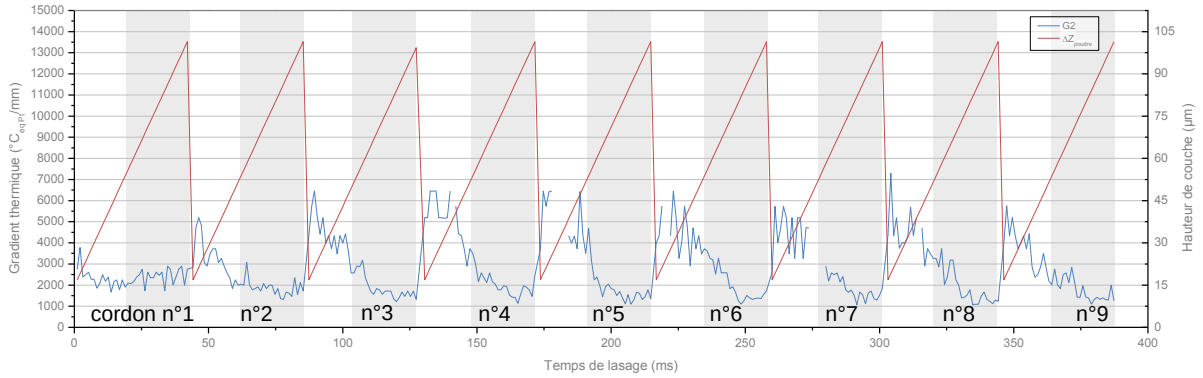


Figure VI-84 : Évolution du gradient thermique *G2* et de la hauteur de couche ΔZ_{poudre} en fonction du temps pour le lasage du drap P175V1750Ev120 (les zones correspondant au domaine instable du monocordon sont indiquées par des surfaces légèrement grisées)

Comme il a été dit précédemment (cf. section VI.5.2.3), les domaines de stabilité du monocordon et des draps sont les mêmes. Toutefois, en cas de recouvrement, il est nécessaire de corriger les valeurs du gradient *G2* d'un facteur dépendant de l'écart-vecteur (dans notre cas d'un facteur 3 pour un écart-vecteur de 60 µm et d'un facteur 2 pour un écart-vecteur de 120 µm) pour tracer ces domaines en fonction de ce gradient. L'écart-vecteur n'est pas modifiable en cours de fabrication sans repasser par la CFAO. Dans les applications industrielles du procédé, une paramétrie optimisée est généralement trouvée avant de lancer les fabrications. Les fabrications sont donc idéalement réalisées avec des paramètres P, V, Φ_l, ΔZ_{poudre}, et Ev et une stratégie de balayage arrêtés pour un matériau donné. Un contrôle procédé utilisant la mesure du gradient thermique pour corriger les dérives de fabrication (en jouant sur les paramètres opératoires, notamment la vitesse, cf. section VI.4.2) se verra donc appliqué dans des fabrications à écart-vecteur constant. Toutefois, comme on l'a signalé dans la section VI.5.2, la diminution de la vitesse de balayage entraîne une augmentation de la largeur des cordons, ce qui, dans le cas de draps, amène à des taux de recouvrement plus importants. Si cela est bénéfique pour la construction de la pièce, de plus forts taux de recouvrement impliquent un pompage thermique plus important et donc probablement une diminution de la longueur de la tache lumineuse amenant à une hausse du gradient *G2*. La détermination des frontières exactes des domaines de stabilité comme paramètre d'entrée du contrôle procédé passe nécessairement par une campagne d'essais à différentes valeurs de puissances, vitesses, épaisseurs de couche et écarts-vecteurs. Ceci est d'autant plus justifié que bien que la manière dont doit agir le contrôle procédé pour revenir en zone de stabilité soit indépendante de la nature du matériau métallique, le niveau de la correction à appliquer dépend à la fois du matériau et de la machine considérée.

VI.6 Introduction de défauts contrôlés

Le système de visualisation coaxiale présente d'énormes avantages le rendant pertinent pour le développement d'une solution de *monitoring* ou de contrôle procédé. Toutefois, l'utilisation d'un tel système pour effectuer un suivi des défauts de fabrication dans la pièce en construction (comme

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

évoqué en section VI.5.1) implique que ces défauts puissent être visualisés par la caméra et que leur signature thermique soit caractérisable. Il existe déjà quelques systèmes de suivi de fabrication, notamment pour suivre la qualité de l'étalement de la poudre. Ceux-ci utilisent l'observation dans le visible de la surface du lit de poudre soumise à des éclairages avec des angles d'incidence différents afin de détecter des ombres des sillons laissés dans le lit de poudre à cause d'un mauvais étalement de la couche (Craeghs, et al., 2011). De tels systèmes sont déjà mis en œuvre par les fabricants machine, notamment EOS GmbH et SLM Solutions GmbH. Cependant, la visualisation thermique coaxiale n'est pas encore mûre d'un point de vue industriel et nécessite de pouvoir identifier des défauts de fabrication par leur simple observation thermique. À cette fin, des défauts ont été introduits dans la machine afin de vérifier s'ils ont ou non une influence sur les images thermiques acquises. Les défauts qui peuvent être détectés, si tant est que le rapport V / f le permet, sur les monocordons sont visualisés de la même manière pour des draps avec recouvrement (les images acquises impliquant toujours une déformation de la tache lumineuse dans le cas du recouvrement, cf. section VI.5.1). Afin de ne pas surcharger cette section, seul le cas du monocordon sera présenté.

VI.6.1 Contre-dépouille

Comme abordé à la section VI.5.2, suite à un mauvais positionnement du substrat sur le piston de fabrication, la trajectoire du monocordon lasé à P150V750 de l'EP2D s'est retrouvée à passer en plein sur le trou de vis usiné au centre du substrat (cf. Figure VI-75 et Figure VI-85). De ce fait, la hauteur de couche est brutalement passée de 45 µm à plus de 5 mm, et est brutalement revenue à son niveau attendu. Contrairement à la zone pré-génératrice, cette discontinuité de hauteur de couche a eu lieu alors que le régime thermique était établi ; le cordon est passé d'un domaine stable à un domaine de non adhérence. On notera également que, comme cela a pu souvent être le cas pour les lasages dans la zone pré-génératrice, les instabilités formées (billes) dans cette zone à forte épaisseur de couche flottaient sur le lit de poudre et n'ont pas été ancrées au cordon ni au substrat. Elles sont de ce fait parties lors du soufflage de la poudre, ce qui explique l'absence de structures autoportées comme du type de celles présentées en Figure VI-76.

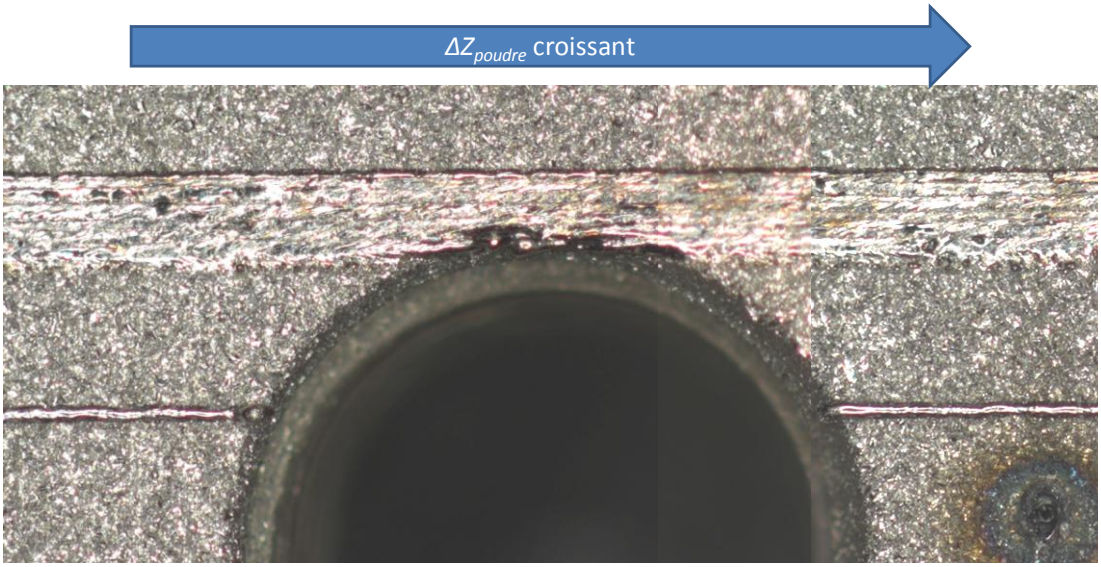


Figure VI-85 : Détail de la trajectoire des fabrications P150V750Mono et P150V750Ev60 se trouvant franchir le trou de vis central du substrat de l'EP2D

Compte tenu de la vitesse de balayage, de la fréquence d'acquisition de la caméra et de la longueur du défaut, celui-ci est clairement visible sur 3 images dans le film thermique. On peut noter

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

sur la Figure VI-85 que le drap P150V750Ev60 a également partiellement surplombé le trou, ou du moins son chanfrein. Il en résulte l'apparition d'instabilités de type *balling* qui se sont bien accrochées au reste du drap, du fait du recouvrement et dont un détail est présenté en Figure VI-86. Cependant, comme on peut le voir sur la Figure VI-85, la taille de la zone en contre dépouille survolée par le drap est nettement plus faible que pour le monocordon. Il en résulte que ce défaut n'est visible au mieux que sur une image par cordon sur les portions du film thermique qui correspondent aux cordons 7, 8 et 9 du drap qui sont affectés par la présence du trou.

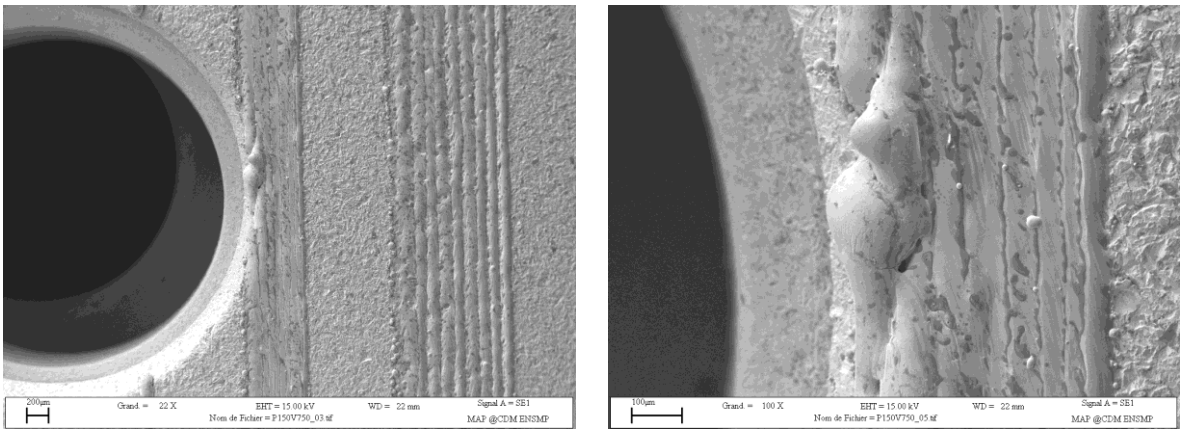


Figure VI-86 : Détail des instabilités engendrées lors du passage du drap P150V750Ev60 au dessus du trou de vis central du substrat de l'EP2D

La discontinuité est observable sur les données issues du film thermique du monocordon. Celles-ci sont présentées en Figure VI-87. Le trou de vis est aisément repérable sur le tracé de ΔZ_{poudre}, ce qui permet de bien délimiter la zone de discontinuité. On peut distinguer que les valeurs du gradient thermique *G2* chutent lors du passage en contre-dépouille. Elles atteignent alors un niveau du même ordre de grandeur que celui affiché à la fin du lasage, *i.e.* lors de la formation du *balling*, du fait d'un pompage thermique moins bien assuré par le substrat. La zone en contre-dépouille va donc moins bien évacuer les calories et restera chaude plus longtemps, ce qui entraine une traînée lumineuse plus longue de la tache, résultant en un gradient plus faible. Bien que cela ne soit plus observable après la suppression du bruit de fond, il est possible de distinguer la portion plus chaude du cordon en traînée du bain sur les quelques images thermiques correspondant au défaut. L'utilisation d'optiques adaptées aux longueurs d'onde utilisées par la caméra permettrait d'obtenir des images plus lumineuses et de pallier ce problème. L'examen de la température maximum de la tache lumineuse présente elle-aussi une chute au niveau de sa valeur lors du passage en forte contre-dépouille. Ce résultat est assez contre-intuitif car comme on l'a dit, du fait que le pompage thermique n'est plus assuré par le substrat, le bain est censé chauffer et devrait voir sa température maximum augmenter, comme le montrent également Craeghs *et al*. (Craeghs, et al., 2012). Cela pourrait s'expliquer par le fait que la surchauffe du bain (qui est ici très brutale lors du passage au dessus du trou) puisse entraîner une augmentation du volume de fumées générées lors de la fusion du matériau. Ces fumées peuvent potentiellement occulter le champ de la caméra, ce qui entraînerait une diminution de l'intensité lumineuse recueillie par le capteur durant le temps d'intégration. Comme la hauteur de contre-dépouille est très forte, le cordon passe d'une paramétrie stable à une paramétrie totalement instable très brutalement. Durant tout le balayage du trou, la fusion de la poudre engendre un volume de fumées nettement plus important que lors du reste du lasage (y compris à la fin du cordon où les hauteurs de couche atteignent 86 µm) que le système d'aspiration des fumées ne peut pas instantanément dissiper. Cela implique une intensité lumineuse reçue par la caméra plus faible que ce qu'elle devrait être tant que le faisceau laser se trouve au-dessus du trou. Lorsque l'épaisseur de poudre revient au niveau attendu, le volume de fumées

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

diminue alors suffisamment pour pouvoir être traité par le système d'aspiration. Les essais préliminaires ont montré qu'une panne du système d'aspiration de ces fumées pouvait être très néfaste pour la santé des pièces (cf. section VI.2.1). Toutefois, il n'est pas exclu que les fumées soient exemptes d'influence sur les images thermiques malgré le bon fonctionnement du système d'aspiration. Ce point sera réabordé dans la section VI.6.4.

L'aire des taches lumineuses observées à 800 et 1400°$C_{eq\ Pt}$ diminue également lors du passage en contre-dépouille brutale. On sait, au vu de la diminution du gradient *G2* et des images thermiques, que la traînée de la tache est plus longue. La diminution de l'aire signifie donc que la largeur de la tache a diminué. Ceci s'explique par le fait qu'il n'y a plus de substrat massif pour conduire la chaleur sous le cordon et résulter en une large tache. Le milieu environnant des particules de poudre chauffé n'est plus constitué que d'air qui conduit nettement moins bien la chaleur par convection que ne le fait le substrat massif par conduction. La largeur de la tache lumineuse seuillée à faible température s'approche donc de la largeur réelle du cordon en zone de forte contre-dépouille (bien que les multiples réflexions du laser dans le lit de poudre augmentent la largeur de la tache observée). Précisons cependant que cette zone est le siège d'instabilités entraînant la fragmentation et la sphéroïdisation du cordon et donc une largeur plus grande que celle qu'aurait le cordon dans des conditions de stabilité. L'observation de la longueur de la tache est également intéressante : on constate bien une variation du signal lors du passage du laser sur la discontinuité de hauteur de couche, mais suivant le seuil de température considéré, la variation n'évolue pas dans le même sens. À 800°$C_{eq\ Pt}$, on constate bien une augmentation de la longueur de la tache du fait de la traînée chaude en arrière du bain. Toutefois, l'examen de la longueur de la tache seuillée à 1400°$C_{eq\ Pt}$ montre une diminution de sa valeur lors du passage sur le défaut. Comme on l'a déjà dit, ce lasage s'est effectué à relativement forte vitesse vis-à-vis de la fréquence d'acquisition de la caméra. De ce fait, les images thermiques sont moyennées. Lors du passage au dessus du trou de vis, le cordon forme du *balling* discontinu qui serait censé se repérer, si la fréquence caméra le permettait, par des sphères chaudes distinctes à l'image de ce que l'on peut voir sur la Figure VI-31. Du fait du moyennage des images, la distinction entre les sphères n'est pas possible, mais il en résulte quand même une traînée lumineuse plus longue, d'où la hausse de la longueur de l'image seuillée à 800°$C_{eq\ Pt}$. Comme elles refroidissent, les gouttes de *balling* susmentionnées ne sont plus visibles à une température de seuil trop élevée (comme les 1400°$C_{eq\ Pt}$ utilisés ici). Il en résulte qu'il n'y a pas d'augmentation de la longueur de tache par moyennage comme c'est le cas pour le seuil de 800°$C_{eq\ Pt}$. De plus, comme dit précédemment, le substrat n'est plus là pour aider à conduire la chaleur, ce qui implique la diminution de la taille de la tache (qui s'approche alors des dimensions du cordon). De même que la largeur, la longueur de la tache s'en trouve diminuée pour les forts seuils de température.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

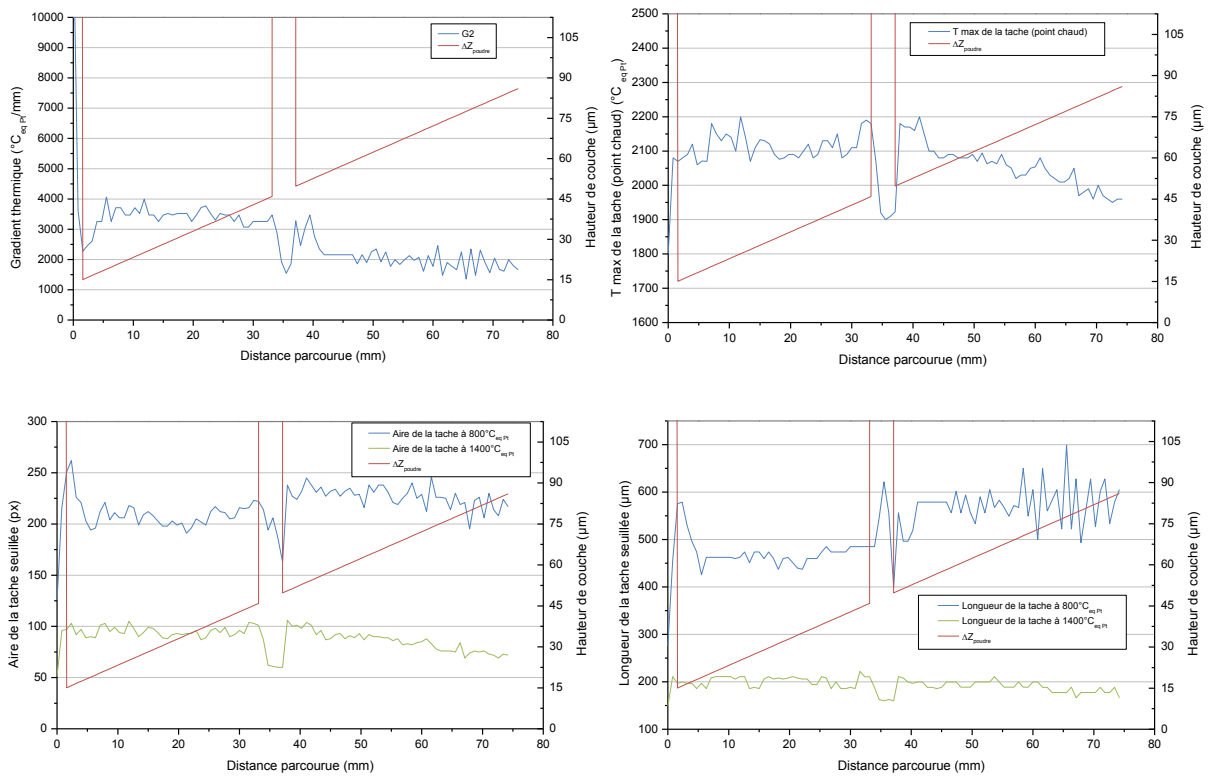


Figure VI-87 : Évolution du gradient thermique *G2*, de la température du point chaud, de l'aire et de la longueur de la tache à deux seuils de température équivalente platine ainsi que de la hauteur de couche lors du lasage de P150V750Mono

Bien que cette contre-dépouille brutale ait été placée de manière involontaire sur la trajectoire du cordon, il a été possible de la détecter par les valeurs calculées par le programme Matlab. Toutefois, l'examen de la longueur de la tache lumineuse montre qu'il est important de travailler à deux seuils de température, car le même défaut est susceptible d'être détecté de deux manières différentes. Toutefois, la caractérisation d'un défaut de fabrication reste très sujette au rapport vitesse de balayage du laser/fréquence d'acquisition de la caméra. Si ce rapport est trop grand, les images sont moyennées et les défauts resteront indétectables. La fragmentation du cordon en gouttelettes de *balling* bien distinctes n'a pu s'observer dans notre cas que lors du relasage à faible vitesse d'un cordon déjà discontinu (cf. Figure VI-31). Rombouts *et al.* arrivent à l'observer dans le cas d'un lasage simple (et non non d'un relasage) à la très faible vitesse de 16 mm/s, qui est nettement plus faible que celle du moins rapide des essais de l'EP1D (Rombouts, et al., 2006). Si les vitesses les plus faibles de l'EP1D s'approchaient des conditions de lasage de contour parfois lentes utilisées dans l'industrie, les conditions de Rombouts *et al.* ne reflètent absolument pas les ordres de grandeurs conventionnellement mis en œuvre. La fréquence de la caméra utilisée ici étant limitée à 950 Hz suite à l'étalonnage, cela implique qu'il n'est pas possible d'observer l'apparition du *balling* à la vitesse utilisée dans le cas présenté ci-dessus. Toutefois, des lasages aux vitesses lentes permettraient de visualiser des défauts malgré cette limitation matérielle.

Pour la suite de cette étude, des défauts ont volontairement été introduits dans l'enceinte de fabrication avant le lasage. Afin d'offrir un rapport V / f suffisamment faible, la vitesse de balayage a été fixée à 200 mm/s, ce qui correspond à une distance parcourue de 211 µm entre deux images (cf. Tableau VI-4). Il a également été choisi d'utiliser la puissance maximum offerte par la machine PM100 en l'état, à savoir P = 175 W afin d'obtenir les images les plus lumineuses possibles. Toutefois,

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

pour rester dans des conditions de stabilité du monocordon (et donc afin de détecter précisément la présence de défauts sur la fabrication), une hauteur de couche de ΔZ_{poudre} = 80 µm a été choisie conformément à ce qui avait été obtenu au cours de l'EP1D en (cf. section VI.4.2.2). Précisons cependant que les essais suivants sont réalisés à hauteur de couche constante car on ne cherche plus à visualiser l'influence de ΔZ_{poudre} comme pour la "manip coin", mais à cibler un défaut sur une fabrication stable. Notons enfin que suite aux échecs rencontrés durant l'étude préliminaire, aucun support de fabrication n'a été entrepris. Compte tenu de la forte épaisseur de poudre, une éventuelle non planéité du substrat de fabrication est moins dommageable que dans le cas d'une couche plus fine.

VI.6.2 Projections

Des essais ont été menés afin de simuler la présence, sur le trajet du faisceau laser, de particules projetées hors du bain fondu. Pour ce faire, de la poudre DMD issue du lot B (cf. Chapitre III) a été tamisée à 106 µm afin de recueillir des particules de fort diamètre du même ordre que celles observées lors de l'EP2D (cf. section VI.5.2.4). Après l'étalement d'une couche de poudre dans la machine, le rebut de tamisage a été versé à l'aide d'une spatule en surface du lit de poudre sous la trajectoire programmée du faisceau laser. Le résultat obtenu n'était pas représentatif du défaut souhaité car ce mode de déposition des particules en surface du lit de poudre a abouti à une surépaisseur de plus de 500 µm de poudre constituée de particules de très fort diamètre comparé à la poudre initiale. De plus, ces particules étaient groupées et non éparses comme c'est le cas lors des actuelles projections (cf. section VI.2.3.1, Figure VI-39 et Annexe A). Une autre solution a été utilisée qui consiste à saupoudrer le rebut de tamisage de la poudre DMD comme une pincée de sel au dessus du lit de poudre d'épaisseur égale à 80 µm utilisé ici. Ainsi on obtient des particules éloignées les unes des autres et réparties assez aléatoirement sur la trajectoire du laser. Un motif en forme de croix est lasé et la surface du plateau avec les particules saupoudrées est prise en photo préalablement au lasage de cordons à P175V200ΔZ80. Une fois le lasage fini, la surface du plateau de fabrication est reprise en photo. Il est possible, en comparant les images avant et après lasage grâce au repère en croix de cibler une à une les particules qui se sont retrouvées sous le faisceau laser et de remonter à leur position sur les films thermiques. Ainsi, il est possible de savoir à quel moment le faisceau laser est passé au dessus d'une de ces particules posées en surface du lit de poudre. L'observation des cordons au MEB a permis de déceler une projection collée en surface d'un cordon, présentée en Figure VI-88.

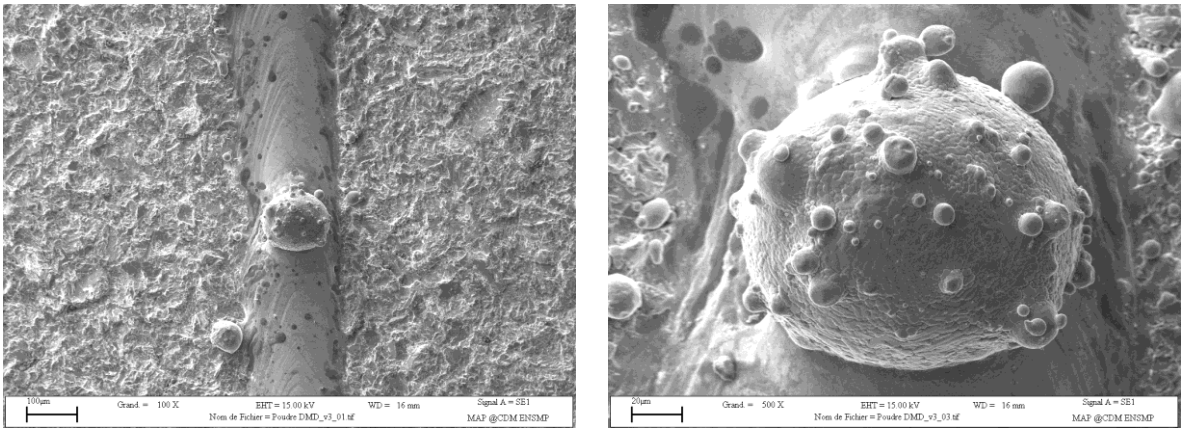


Figure VI-88 : Particule projetée collée en surface du cordon lasé à P175V200ΔZ80 avec des particules de poudre DMD saupoudrées en surface plateau de fabrication

La Figure VI-89 montre l'évolution des valeurs du gradient *G2*, de la température du point chaud de la tache lumineuse (i.e. de sa température maximum), des aires de la tache à deux seuils de

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

température ainsi que du nombre de taches détectées par le programme de traitement d'images une fois le bruit de fond caméra supprimé. On y distingue aussi en vert les positions des billes saupoudrées en surface du bac de fabrication ainsi que la position du défaut présenté en Figure VI-88 représentée en orange. On constate que les particules se trouvant sous le passage du laser n'ont pas d'influence sur les valeurs précédemment citées. L'examen du cordon, outre la projection collée présentée ci-dessus, ne révèle pas de défaut particulier dans le cordon. Il semblerait donc que les "projections" saupoudrées en surface du lit de poudre soient totalement fondues, ou soufflées par les micro-explosions de gaz (qui sont à l'origine de l'arrachement de matière du bain, cf. section VI.2.3.1) ou le déplacement du bain chaud entraînant un flux convectif. En observant les valeurs de l'aire de la tache lumineuse seuillée à 800°$C_{eq\ Pt}$, on peut observer trois hausses aux alentours des 14ème, 16ème et 18ème millimètres parcourus par le laser. Ces hausses correspondent à l'éjection de particules chaudes de fort diamètre hors du bain liquide, sans toutefois qu'il s'agisse de particules saupoudrées. Précisons d'ailleurs que ces hausses ne sont pas visibles sur les valeurs des aires de la tache seuillée à 1400°$C_{eq\ Pt}$, preuve que le choix du seuil est un élément important quant à la visualisation de défaut (cf. section VI.6.1). On constate par ailleurs que la chaleur résiduelle de ces projections leur permet de rester visibles sur une ou deux images après avoir quitté la tache principale. L'examen des films thermiques avant la suppression du bruit de fond caméra montre que le contour de la tache lumineuse est assez perturbé du fait de l'éjection de particules hors du bain liquide qui sont trop rapides ou qui refroidissent trop vite pour être clairement visibles. Il est difficile de donner une valeur quantitative à ce phénomène compte-tenu qu'il se trouve généralement dans le bruit de fond et n'est donc pas traité par le programme Matlab. Toutefois, ces perturbations ne semblent qualitativement pas plus importantes ici que pour des essais de référence à P175V200ΔZ80 sans introduction de défaut dans la chambre de fabrication. Le fait est que les particules de poudre DMD saupoudrées ici, même si elles sont de granulométrie proche des projections provenant de l'éclatement du bain, sont à température ambiante sur le plateau de fabrication. L'hypothèse de leur fusion totale serait invalidée dans le cas où la température des projections aurait une influence sur leur refusion (cf. section VI.5.2.4). De ce fait, les micro-explosions les éjectant (cause la plus probable de l'absence de particule de fort diamètre sur le cordon) ne leur laissent pas le temps de s'échauffer suffisamment pour être clairement visible par la caméra thermique. Du fait qu'elles sont arrivées froides sur le lit de poudre, elles n'ont pas pu s'ancrer par refusion et sont donc soufflées par les brutales détentes de gaz.

La particule collée en surface du cordon ne correspond pas à la présence d'une particule saupoudrée sous le passage du faisceau laser ni ne semble avoir induit une variation dans les données thermiques. Il est plus que probable qu'il s'agisse d'une projection provenant du lasage d'un autre cordon qui soit arrivée chaude sur le cordon entraînant sa refusion partielle ce qui a mené à son ancrage mécanique. La présence de particules de petit diamètre correspondant à la granulométrie de la poudre utilisée pour la fabrication laisse même à penser que la projection a été en contact avec la surface du lit de poudre avant de se greffer au cordon, ou que des particules du lit de poudre aient été soufflées à sa surface alors qu'elle était encore chaude, résultant en leur frittage.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

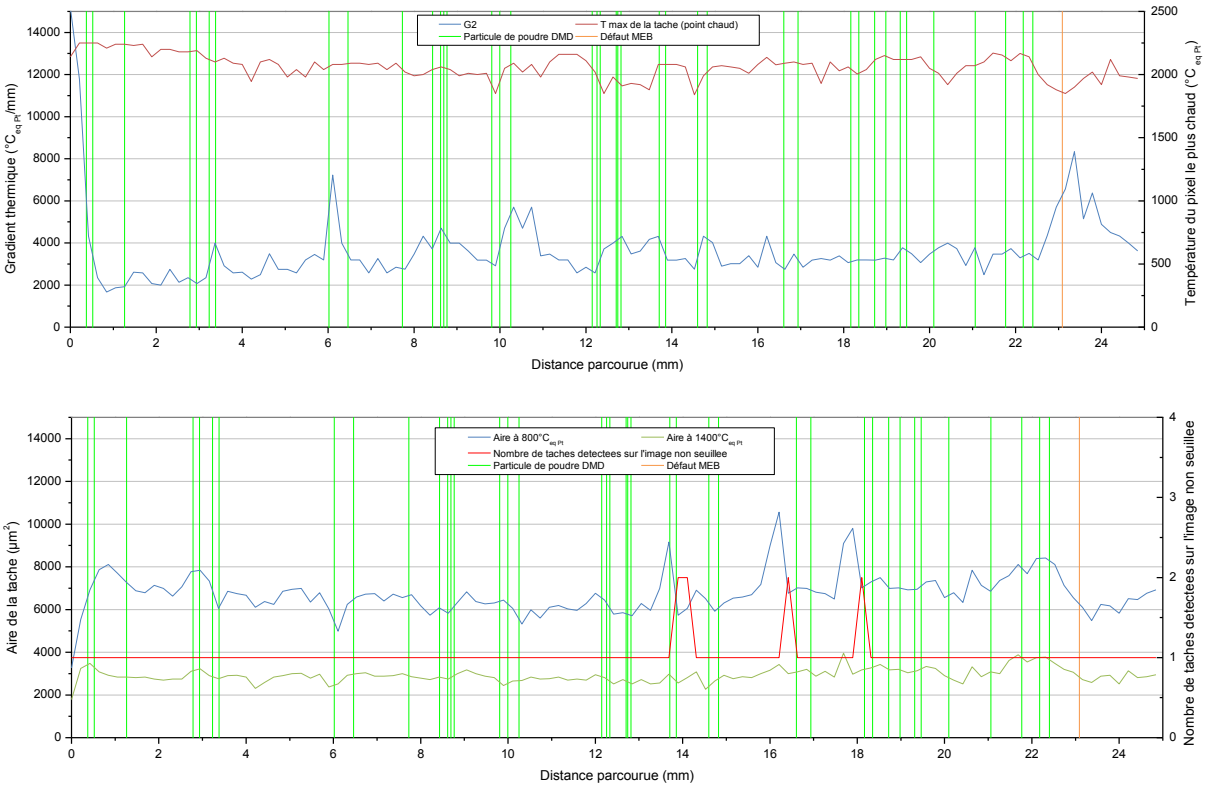


Figure VI-89 : Évolution du gradient thermique *G2*, de la température du point chaud de l'aire de la tache seuillée à 800 et 1400°$C_{eq\ Pt}$ et du nombre de taches détectées par le programme Matlab après suppression du bruit de fond et positions des particules de poudre DMD et de la particule projetée en surface du cordon saupoudrées en surface du bac de fabrication

Les particules de DMD saupoudrées ici ne sont pas parfaitement représentatives des projections ayant lieu lors du lasage. Le fait qu'elles arrivent froides sur le lit de poudre ne peut entraîner le frittage des particules du lit de poudre à leur surface comme cela peut être le cas normalement (cf. Figure VI-81). De ce fait, elles ne sont aucunement susceptibles d'avoir un quelconque ancrage mécanique avec le lit de poudre ou le substrat et sont donc soufflées par les détentes de gaz. L'étude du recyclage a montré que ces particules de fort diamètre pouvaient être soit balayées jusqu'au cendrier par le système de mise en couche, soit être incorporées dans les couches de poudre précédemment étalées (cf. section IV.3.2.2). Il pourrait être intéressant de voir si ces particules peuvent être éjectées et si elles ont une influence sur les acquisitions thermiques si elles sont noyées dans le lit de poudre (et donc mieux maintenues que si elles sont juste posées dessus). Toutefois, la détermination de la position précise des particules alors enfouies devient beaucoup plus complexe, si ce n'est impossible. D'autre part, et comme abordé dans la section VI.5.2.4, il conviendrait de suivre l'origine et la refusion des projections à l'aide d'une caméra ultra-rapide fonctionnant dans le domaine visible afin d'observer ce défaut froid.

VI.6.3 Défauts de mise en couche

Deux défauts de mise en couche ont pu être caractérisés par imagerie thermique : un amas de particules issues du lit de poudre à l'image de ceux observés à la Figure IV-38 et un manque de poudre. Le premier a été découvert par hasard après le lasage de cordons à P175V200ΔZ80 sans introduction volontaire de ce défaut, le second a été introduit volontairement dans la machine.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

VI.6.3.1 Amas de poudre

L'amas en question est constitué de particules du lit de poudre ayant fritté entre elles (cf. Figure VI-90 c). Lors de l'étalement de la couche, cet amas a été partiellement incrusté dans le substrat, ce qui a également entraîné l'écrasement des particules en surface suite au passage du rouleau (cf. Figure VI-90 d). Le fait que cet amas n'ait pas été repoussé jusqu'au cendrier lors de l'étalement de la couche vient vraisemblablement de sa forme très irrégulière et de la rugosité du substrat sablé qui a limité son glissement. La rigidité de l'amas est une preuve d'un lien fort entre les particules. Si les particules n'étaient liées entre elles que par des forces électrostatiques, il n'aurait probablement pas pu être possible qu'elles soient maintenues, aplaties puis griffées lors du passage du rouleau (cf. Figure VI-90 d). La présence de cols de frittage indique que les particules de cet amas ont dû être portées en température. Compte-tenu du fait que cette poudre n'a pas été recyclée, son seul antécédent à haute température remonte à son atomisation. Cela voudrait donc dire que l'amas a "survécu" à l'élutriation de la poudre et s'est retrouvé dans le lot utilisé pour cette étude. Comme il n'a été détecté qu'une fois le lasage terminé, la taille réelle de l'amas avant le passage du laser n'est pas connue. Toutefois, l'observation du cordon lasé et des restes de poudre incrustés dans le substrat permet d'estimer que l'amas mesurait environ 3,5 mm de long.

On note en comparant la Figure VI-90 a et la Figure VI-90 b que le passage du laser dans l'agglomérat n'a pas influé sur la stabilité du cordon bien que quelques petites particules de la taille de celles constituant le lit de poudre aient adhéré à sa surface. Dans le cas du lasage d'une vraie pièce, il est très peu probable que ces petites particules aient un quelconque effet sur la thermique ou la stabilité des couches suivantes. La présence d'un amas ne semble donc pas gêner outre mesure la construction des pièces par SLM. Toutefois, comme indiqué au Chapitre IV, il est possible que ces amas puissent être oxydés (cf. Figure IV-41), ce qui pourrait résulter en une contamination accrue de la pièce.

La conductivité thermique du lit de poudre est plus faible que celle du substrat massif du fait des contacts très ponctuels entre les particules (Yadroitsev, et al., 2007). La présence des cols de frittage entre les particules augmente leur surface d'échange, et de ce fait, l'amas devrait présenter une meilleure conduction que le lit de poudre. Ceci s'observe sur les valeurs thermiques présentées en Figure VI-91. Lors du passage du faisceau laser au niveau du défaut, la tache lumineuse s'élargit subitement car l'amas de poudre est un milieu moins isolant que le lit de poudre et permet le transport de la chaleur sur des distances plus grandes (notamment en amont du bain comme cela sera précisé ci-dessous). Du fait du déplacement du laser durant le temps d'intégration caméra, l'augmentation de la largeur de la tache se traduit également par une augmentation de sa longueur. C'est cet agrandissement qui entraîne une chute du gradient *G2* calculé. Sur certaines *frames*, la tache lumineuse en vient même à sortir du champ de l'image (cf. Figure VI-92). Dans ce cas, le programme Matlab détecte que l'axe utilisé pour le calcul du gradient thermique et le contour de la tache se croisent sur le bord de l'image et considère que la valeur de $d_{2,800}$ (cf. Figure VI-14) est nulle. De ce fait, le calcul des gradients qui se base sur l'Eq VI-13 amène à des valeurs négatives. Comme ces valeurs ne correspondent donc à aucune réalité physique, le graphique présenté en Figure VI-91 a pour ordonnée minimale 0. Une valeur négative signifie alors que le calcul du gradient n'est pas réalisable en raison du fait que la traînée de la tache sort du champ caméra. L'utilisation d'un microscope à plus fort grossissement (impliquant le changement de la lame semi-réfléchissante pour une dimensionnée pour le proche infrarouge) présente l'avantage de gagner en résolution. L'utilisation d'un tel MO dans le cas du lasage d'un amas de poudre, amènerait beaucoup plus d'images présentant une tache sortant du champ caméra (qui est resserré du fait du plus fort grossissement), et donc beaucoup plus de valeurs de *G2* faussées. Notons enfin que malgré l'augmentation de la taille de la tache, son contour sur les images sans suppression de bruit de fond exhibe des irrégularités du fait des projections. Le frittage des particules entre elles ne semble pas engendrer moins de projections qu'à l'accoutumée.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

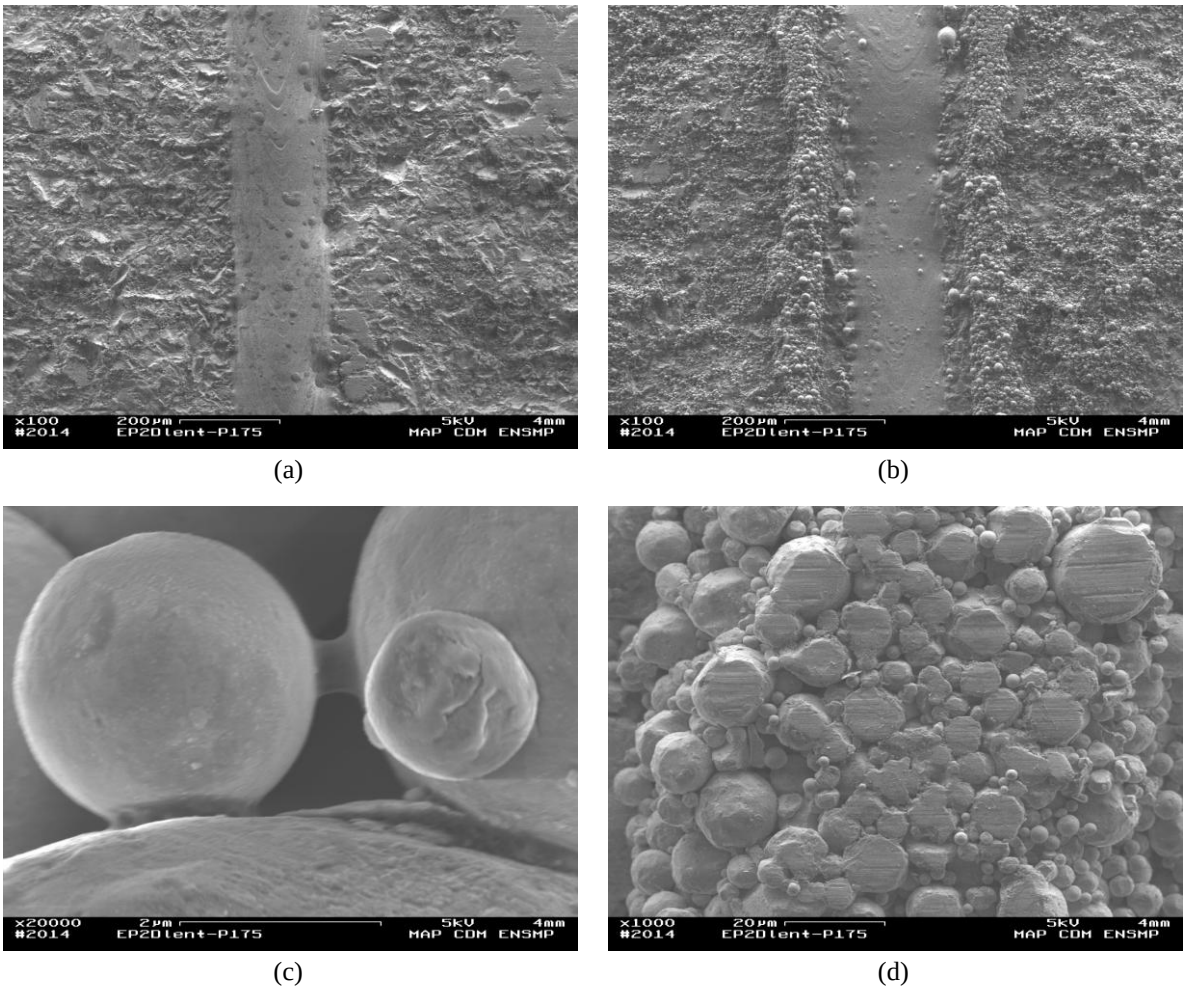


Figure VI-90 : Cordon stable lasé à P175V200ΔZ80 (a) au travers d'un amas de particules (b) constitué de particules issues du lit de poudre ayant fritté entre elles (c) et qui a été écrasé lors de l'étalement de la couche par le rouleau (d)

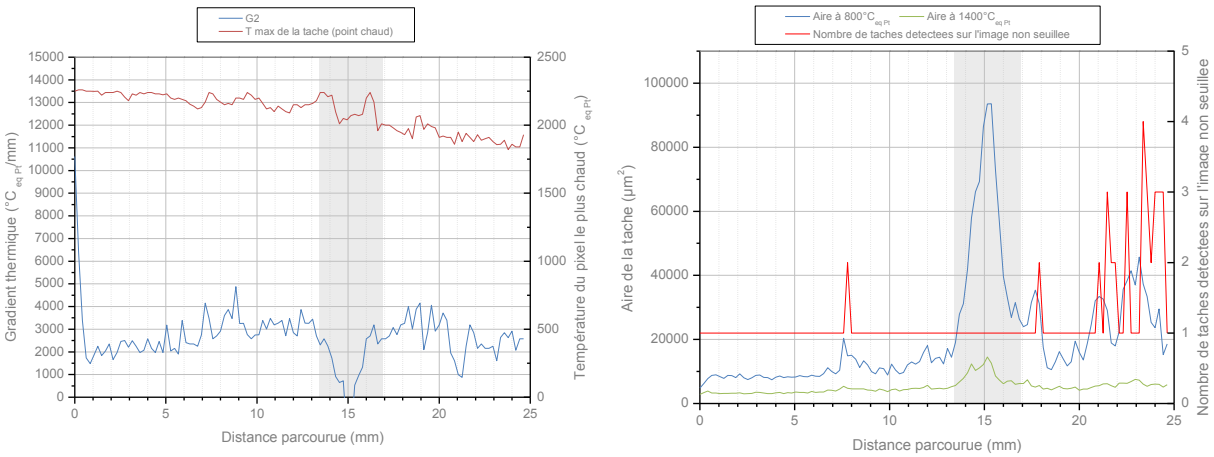


Figure VI-91 : Évolution du gradient thermique *G2*, de la température du point chaud, des aires de la tache lumineuse seuillée à 800 et 1400°$C_{eq\ Pt}$ et du nombre de taches détectées par le programme de traitement d'images en fonction de la distance parcourue par le faisceau laser (la position estimée de l'amas est signalée par la zone légèrement grisée)

On peut voir sur la Figure VI-92 que l'augmentation de l'aire de la tache lors du passage du faisceau laser dans l'amas se fait également en amont du bain liquide. Ceci s'explique par le fait que

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

l'amas est moins isolant que le lit de poudre, la chaleur peut donc plus facilement s'y propager dans toutes les directions, y compris en amont de la position du spot laser. Chivel a observé un phénomène similaire dans le cas d'un matériau à forte conductivité thermique (Chivel, 2013). L'observation infrarouge du lasage de poudre de cuivre lui a permis de constater qu'il était possible que le front de fusion du bain puisse s'avancer au-delà de la position du faisceau laser, et notamment en direction transverse : la poudre fond par conduction avant que le laser n'ait interagi avec elle.

On peut aussi constater sur la Figure VI-91 que la température maximale du point chaud diminue suite au passage dans l'amas. Ceci peut être dû à une augmentation du volume des fumées comme cela avait été abordé en section VI.5.2.5 et sera présenté plus en détails en section VI.6.4. Ces fumées, en assombrissant l'image, amènent à des intensités lumineuses plus faibles (qui se répercutent sur des tailles de taches seuillées plus faibles si l'occultation est suffisamment importante). L'examen du film thermique montre que le contour de la tache est très perturbé sur les 6 derniers millimètres parcourus par le laser. On y distingue de nombreuses éjections de matière chaude dont certaines restent suffisamment chaudes pour être détectées par le programme de traitement d'images qui repère jusqu'à 4 taches lumineuses distinctes après suppression du bruit de fond. Ces projections entraînent de fortes variations de l'aire de la tache principale lors de leur éjection (quand la tache de la particule est encore reliée à la tache principale). Le nombre plus important de projections peut venir du fait d'un mauvais étalement de la couche. L'amas correspond à un cas où une forte concentration de petites particules frittées entre elles sont massées en une structure de grande taille ; dans ce cas, les particules sont mécaniquement bien ancrées les unes aux autres. Malgré la forte concentration de particules au niveau de l'amas, les micro-explosions dues aux détentes du gaz piégé en son sein et dans le lit de poudre environnant lors du passage du laser ne sont pas assez importantes pour souffler les particules du fait de leur bon ancrage. Dans le cas où il s'agit d'un agglomérat de particules et non d'un amas, c'est essentiellement les forces électrostatiques qui maintiennent les particules. La conductivité thermique d'un agglomérat est de l'ordre de celle du lit de poudre puisque la surface d'échange entre particules n'est pas augmentée par les ponts de frittage comme c'est le cas pour l'amas. De ce fait, la tache observée n'est pas particulièrement plus grande que lors du lasage du lit de poudre. Cependant, les forces électrostatiques sont bien moins résistantes mécaniquement qu'un frittage et il est possible que les particules puissent se désolidariser facilement (comme constaté en Figure IV-41). Ceci implique que les micro-explosions du gaz peuvent être suffisantes pour faire éclater un agglomérat et souffler ses particules au loin. Ceci entraîne un fort nombre de projections (du fait de la forte concentration de particules) qui impacte les valeurs de l'aire de la tache seuillée à 800°$C_{eq\ Pt}$ (cf. Figure VI-91). Dans le cas du lasage des 6 derniers millimètres du cordon, aucun reliquat d'amas n'a été constaté sur les bords du cordon lasé, mais les perturbations de la tache lumineuse détectée par la caméra infrarouge laissent à penser qu'un agglomérat relativement compact de petites particules a lui-aussi été déposé sur la trajectoire du laser lors de l'étalement de la couche. Cette dépose a toutefois dû être moins violente que l'incrustation de l'amas car du fait que les particules sont moins bien liées entre elles, celles qui dépassaient la hauteur de couche ont dû être balayées par le rouleau et non écrasées. La détente du gaz qu'il contenait (et de celui du lit de poudre environnant) a engendré la projection des particules constitutives de l'agglomérat qui n'auraient pas servi à former le cordon, ce qui pourrait expliquer qu'on n'en distingue plus aucune trace.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

(a) (b)

Figure VI-92 : Images thermiques obtenue après suppression du bruit de fond pour le monocordon P175V200ΔZ80 dans sa zone stable (a) et durant le passage dans l'amas (b) prises au même grandissement

VI.6.3.2 Manque de poudre

Comme on l'a vu précédemment, un mauvais étalement de la poudre peut amener à des manques de matière potentiellement dommageables pour la pièce lasée. Ces manques de poudre peuvent être générés par des sillons laissés à la surface du lit de poudre par des particules projetées ou encore par un système de mise en couche abîmé (rayures ou particules dures collées sur le rouleau). Ce défaut entraîne généralement une absence de matière lasée qui implique que la couche suivante verra une hauteur de couche tout au plus doublée à l'endroit du manque de poudre qui peut amener la construction dans le domaine d'instabilité, voire dans le domaine de non adhérence, ce qui implique qu'un défaut sera engendré dans la pièce. La signature thermique d'un manque de poudre a donc été analysée.

On peut facilement introduire un manque de poudre dans le bac de fabrication en raclant la surface de la couche étalée sur quelques millimètres de large à l'aide d'une spatule, perpendiculairement au sens où vont être lasés les cordons. Afin d'éviter la présence de bourrelets de poudre aux bords du sillon, qui induisent une augmentation de la couche de poudre pouvant éventuellement être suffisante pour passer dans le domaine d'instabilité, il convient de refaire une itération d'étalement de la couche sans approvisionner en poudre. Le piston d'alimentation ne s'élevant pas, aucune matière n'est prélevée et le rouleau se contente alors de refaire le niveau de la couche de poudre précédemment étalée, gommant ainsi les bourrelets de poudre. Comme pour l'étude des projections (cf. section VI.6.2), un repère en croix permet de récupérer les positions de la portion de poudre raclée par rapport aux surfaces lasées. Les premiers essais ont rencontré le problème qu'une fois le sillon formé, il n'est plus possible de distinguer précisément ses bords à cause d'un mauvais contraste entre le lit de poudre et le substrat sablé. Pour remédier à cela, le lit de poudre a été réétalé (sans sillon), et les cordons ont été lasés. Une deuxième couche a été réétallée par-dessus et le sillon a été creusé dans celle-ci. De nouveau, un repère en forme de croix a été lasé afin de localiser le défaut. Ainsi, il est possible de déterminer le fond du sillon car la surface des cordons précédemment lasés apparaît brillante (cf. Figure VI-93).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

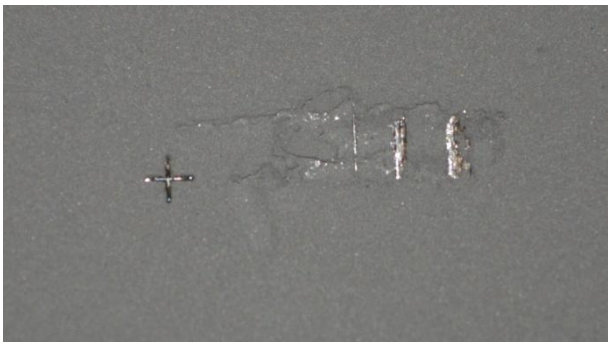


Figure VI-93 : Sillons creusés dans le lit de poudre afin de simuler un défaut de mise en couche

Précisons avant toute chose que l'environnement proche des cordons lasés ici est légèrement différent de ceux lasés dans le reste de cette étude. En effet, puisqu'ils sont situés sur la deuxième couche, les cordons lasés sont plus éloignés du substrat et ont plus de poudre à proximité que ceux lasés à la première couche. Il en résulte que le pompage thermique induit par le substrat est plus faible, ce qui amène à des taches lumineuses plus longues et des valeurs de *G2* plus faibles que dans les cas précédemment abordés. Notons également que comme le volume de poudre aux alentours du cordon lasé est plus conséquent, celui-ci sera plus sujet à l'éjection de matière fondue hors du bain du fait des micro-explosions. Toutefois, l'examen du nombre de taches détectées sur l'image après suppression du bruit de fond indique que, comme dans la majorité des cas, les projections refroidissent trop vite ou passe trop rapidement hors champ pour être convenablement repérées. Elles restent toutefois repérables à l'œil nu sur les images avec bruit de fond ainsi qu'à partir des perturbations du contour de la tache comme ce fut le cas la plupart du temps dans cette étude paramétrique et thermique. Ces mêmes perturbations entraînent de fortes variations de l'aire de la tache seuillée à 800°$C_{eq\ Pt}$ bien que les conditions de lasage soient stables.

La Figure VI-94 présente les données thermiques issues des acquisitions par caméra infrarouge. On constate que le passage à travers le manque de poudre n'influence pas grandement la valeur du gradient thermique, mais diminue franchement celle de l'aire de la tache seuillée à 800°$C_{eq\ Pt}$. Ceci s'explique par le fait que les abords de la surface lasée sont constitués de vide, milieu beaucoup plus isolant que le lit de poudre (et sans multiples réflexions du faisceau laser). La chaleur n'est plus conduite par la poudre hors du cordon en cours de lasage et les dimensions affichées correspondent à celles qui auraient été obtenues lors du relasage du cordon consolidé à la première couche. Notons que compte tenu du protocole expérimental, le sillon creusé dans le lit de poudre n'est pas une tranchée à proprement parler mais plutôt une vallée dont les versants sont évasés. Les repères verticaux délimitant le défaut présentés ici correspondent au début et à la fin de la zone brillante observée au fond du sillon (*i.e.* la portion découverte du cordon de la première couche). Ce dernier est donc plus large en réalité que ces frontières et présente une évolution de hauteur de couche plus qu'une discontinuité ; ceci explique donc l'évolution graduelle de l'aire de la tache seuillée à 800°$C_{eq\ Pt}$. Bien que cela ne soit pas visible quantitativement sur le nombre de taches détectées par le programme de traitement d'images, on observe l'absence de projection hors du bain sur les *frames* correspondant au creux du sillon. En effet, le lasage se fait alors sans poudre environnante, ce qui limite drastiquement les micro-explosions. Malgré les fortes variations de l'aire de la tache seuillée à 800°$C_{eq\ Pt}$ engendrée par un environnement du cordon plus riche en poudre à la deuxième couche, l'effet constaté sur l'évolution de ses valeurs doit être extrapolable au cas d'un manque de poudre à la première couche.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

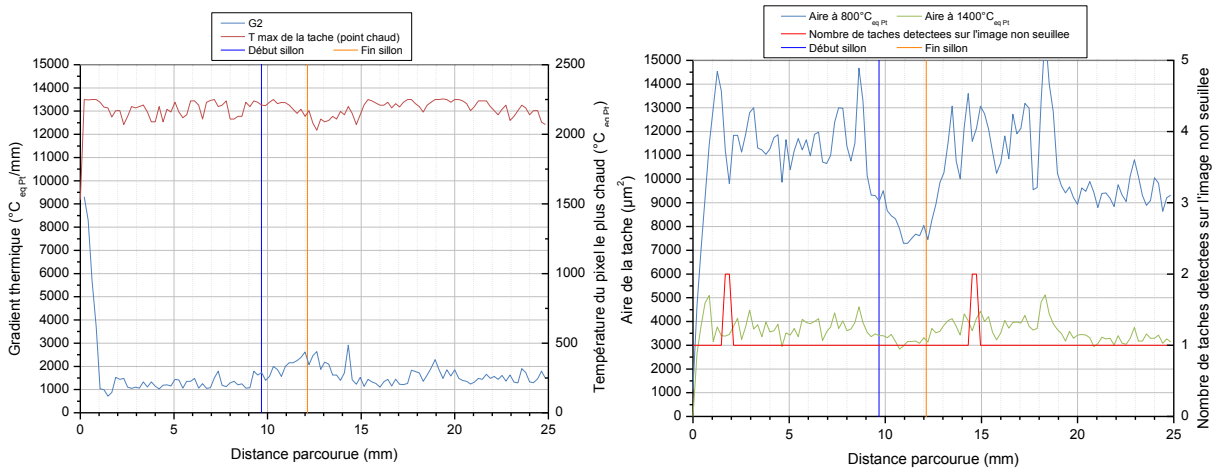


Figure VI-94 : Évolution du gradient thermique *G2*, de la température du point chaud, des aires de la tache lumineuse seuillée à 800 et 1400°$C_{eq\ Pt}$ et du nombre de taches détectées par le programme de traitement d'images en fonction de la distance parcourue par le faisceau laser (la position du fond du sillon est signalée par les repères verticaux)

VI.6.4 Fumées

Comme cela a été dit précédemment le système d'aspiration des fumées est important quant à la qualité des pièces qui peuvent être obtenues. Les essais préliminaires (cf. section VI.2) ont montré qu'une panne du système pouvait entraîner l'apparition de suies qui engendrent des défauts si elles tombent sur les surfaces qui seront lasées aux couches suivantes, ce qui peut entraîner le blocage du système de mise en couche et l'arrêt de la fabrication. Outre les suies, il peut être intéressant de s'attarder à l'effet des fumées sur la thermique des fabrications. Pour cela, des essais ont été lancés en ayant coupé le système d'aspiration des fumées. Les données thermiques obtenues sont présentées en Figure VI-95 ci-dessous.

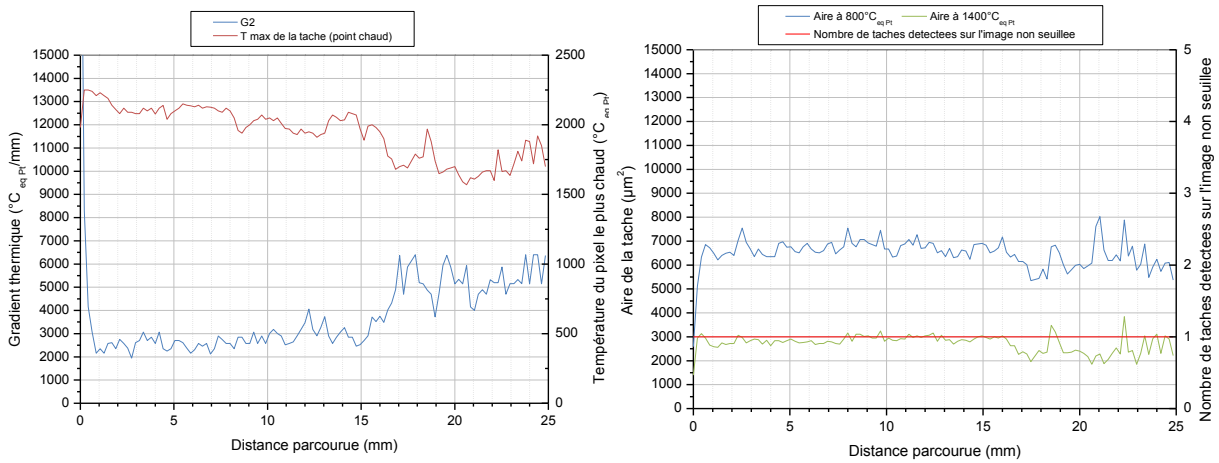


Figure VI-95 : Évolution du gradient thermique *G2*, de la température du point chaud, des aires de la tache lumineuse seuillée à 800 et 1400°$C_{eq\ Pt}$ et du nombre de taches détectées par le programme de traitement d'images en fonction de la distance parcourue par le faisceau laser en l'absence d'aspiration des fumées

On s'aperçoit que les fumées, rapidement générées au cours du lasage ne sont plus évacuées et vont s'élever au dessus des surfaces lasées, ce qui va occulter la lumière reçue par la caméra. Le volume de fumées générées est impossible à quantifier. De même, il n'est pas possible de définir un moment précis où elles commencent à devenir suffisamment épaisses pour avoir un effet notable.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Comme la température équivalente platine est calculée à partir de la luminosité reçue, ses valeurs seront perturbées. De plus, ces fumées sont irrégulières tant dans le temps que dans l'espace, la diminution de l'intensité lumineuse va donc s'accompagner de fortes variations, engendrant une perturbation de la température du point chaud visible en Figure VI-95. Comme la quantité de lumière reçue par le capteur de la caméra varie fortement durant le temps d'intégration, la tache lumineuse peut s'avérer être assez différente d'une *frame* à l'autre, ce qui explique la perturbation des valeurs de l'aire de la tache aux deux seuils de température équivalente platine considérée qui se répercute sur les valeurs du gradient. D'autre part, si l'écrantage par les fumées est suffisamment conséquent, il est possible que la température du point chaud mesurée passe en dessous de la limite de 1400°$C_{eq\ Pt}$, auquel cas les gradients thermiques ne peuvent plus être calculés (cf. section VI.5.2.5). Enfin, on constate que le programme Matlab ne détecte pas plus d'une tache lumineuse au cours du lasage. Ce comportement est attendu dans la mesure où il est rare de détecter plusieurs taches lumineuses pour un lasage à P175V200ΔZ80 sans l'introduction de défaut après suppression du bruit de fond. Comme le défaut introduit ici n'implique pas de modification du lit de poudre, il n'y a pas de raison pour que le comportement des projections évolue. Enfin, l'observation des cordons lasés sans aspiration des fumées n'a montré aucune modification de forme ou de morphologie du cordon, ce qui permet de dire que le volume de fumées généré ici est soit transparent à la longueur d'onde du laser, soit trop peu important pour entraîner une modification notable de la puissance apportée à la poudre.

Pour résumer, les fumées impactent les images acquises en diminuant leur intensité lumineuse, ce qui amène à des variations des valeurs mesurées et calculées. Précisons enfin que les fabrications mises en œuvre ici sont de taille très modeste comparées à une pièce industrielle (quelques cordons sur une seule couche seulement), donc le volume de fumées générées est conséquemment plus petit. Il est donc peu probable que les fumées générées et non aspirées aient entraîné un encrassement conséquent du hublot de l'enceinte de fabrication. L'occultation n'est à mettre sur le dos que des fumées, elles-mêmes opaques à la plage de longueur d'onde utilisée pour la visualisation thermique. Pour une machine analogue à la PM100, un manque d'aspiration des fumées pour des temps de lasage plus longs risque d'entraîner l'encrassement du hublot de l'enceinte de fabrication. Dans le cas de l'utilisation d'une autre machine SLM, si le système de renvoi d'angle se trouve dans la chambre de fabrication, un encrassement de ses optiques est à craindre également. À l'inverse des fumées qui peuvent être dispersées ou qui finissent par se diluer avec le reste de l'atmosphère de la chambre de fabrication, l'encrassement du hublot ou des optiques est permanent et impactera durablement la mesure thermique du procédé. Si cet encrassement est suffisamment important pour entraîner une diminution de la puissance délivrée par le laser, il est possible que les paramètres opératoires dérivent progressivement durant la fabrication et qu'on puisse arriver dans un domaine d'instabilité qui serait dommageable pour la pièce. D'autre part, si l'encrassement diminue la puissance laser apportée à la poudre, cela veut dire que les salissures vont absorber une partie du rayonnement. En conséquence, elles risquent de s'échauffer et d'endommager durablement les optiques sur lesquelles elles se sont déposées. Le degré de salissure est toutefois quantifiable moyennant un certain aménagement. On peut imaginer régler le positionnement du spot laser de manière à repointer sur l'étalon platine dont la température vraie est connue et qui serait situé dans la machine de manière à ce que les optiques encrassées se trouvent entre lui et la caméra. Ainsi, il est possible de visualiser dans quelle mesure le signal de l'étalon diminue, et éventuellement de corriger les niveaux d'intensité lumineuse visualisés lors des lasages, voire de modifier la puissance laser ou la vitesse de balayage afin de corriger la dérive du procédé et de rester dans le domaine de fabrication stable, ou encore de lancer une procédure de nettoyage des optiques par un système dédié. Cette opération pourrait avoir lieu durant l'étalement de la couche suivante afin d'optimiser le temps de fabrication des pièces.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

VI.6.5 Coupure laser

Un dernier type de défaut a été introduit dans la machine : une coupure laser. Il est en effet possible que la puissance apportée par le laser soit nulle subitement, soit par un bug du système laser, soit par occultation physique du faisceau. Une coupure laser au niveau du système entraînerait une coupure du signal sur lequel est conditionné le *trigger* de la caméra et de ce fait une coupure de l'acquisition. Vraisemblablement, la machine SLM, ne recevant aucun signal se mettrait en pause pour cause de "défaut laser"en attendant une action de l'opérateur. Cependant, si la baie laser fait face à un bug qui fait que la puissance fournie est nulle alors que le signal envoyé au *trigger* est activé, l'acquisition thermique peut se faire et la coupure peut être observée dans le film. Le dernier cas de l'occultation physique du faisceau laser est encore plus intuitif : le laser fonctionne, envoie le signal d'activation du *trigger* à la caméra, mais le faisceau impacte un objet intermédiaire plutôt que le lit de poudre. Comme il n'est pas de notre ressort de modifier la baie laser pour obtenir le bug souhaité, c'est la solution d'occultation qui a été choisie. Pour ce faire, une feuille de papier a été passée sous l'axe optique entre la tête scanner et le hublot de l'enceinte de fabrication. On peut reprocher à cette méthode d'occulter également la caméra thermique compte tenu de la position de la feuille sur l'axe optique, et qu'il eut été préférable de la placer avant le séparateur de faisceau afin que la caméra ait le champ dégagé jusqu'au plateau de fabrication. Cenpendant, cette manipulation est impossible sur la machine Phénix PM100 utilisée ici du fait que le système optique est fermé entre la baie laser et la lentille F-Theta-Ronar (entre autre pour des raisons de sécurité vis-à-vis du rayonnement laser).

Afin de s'assurer que la coupure ait bien été visualisée par la caméra, 67 cordons ont été lasés afin d'obtenir un temps de fabrication de plusieurs secondes qui a permis d'obtenir 7 écrantages à l'aide de la feuille durant le temps de lasage. Toutes les coupures observées présentaient les mêmes caractéristiques hormis leurs durées qui pouvaient varier (et donc la distance parcourue par le laser durant l'occultation). Un exemple de l'apparence d'un cordon ayant subi une occultation est présenté en Figure VI-96. Les données thermiques issues des films sont présentées en Figure VI-97.

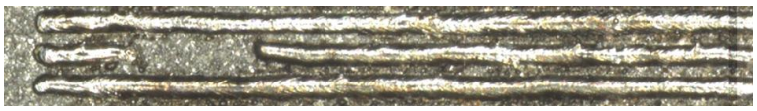


Figure VI-96 : Occultation laser survenue durant le lasage d'un cordon à P175V200ΔZ80

La zone balayée par le faisceau laser lors de la coupure est aisément identifiable par l'absence de matière consolidée, ce qui est logique vu qu'aucune puissance n'a été apportée à la poudre. S'il n'y a pas de puissance, il n'y a pas de fusion ni d'échauffement, et donc il n'y a pas de lumière émise. Les images que la caméra aurait pu observer sont alors noires, ce qui est aussi le cas lors de l'occultation de la caméra par la feuille de papier. Le reproche sur le protocole expérimental formulé plus haut n'est donc plus très pertinent puisque la même chose est observée par la caméra avec ou sans écrantage de son champ de vision.

Précisons que le début et la fin du passage de la feuille peuvent présenter une légère désynchronisation avec la caméra qui peut aboutir à des images plus sombres, mais pas totalement obscures au début et à la fin de la coupure. Cela amène à une diminution de l'intensité lumineuse reçue, ce qui entraîne des aires non nulles de la tache détectée et des températures du point chaud plus faibles. De plus, la réapparition de la puissance sur la poudre amène concrètement à un nouveau début de lasage du cordon, ce qui implique un régime thermique transitoire. Les images acquises durant le "corps" de la coupure sont quant à elles totalement sombres. En conséquence, afin d'économiser des ressources informatiques et de limiter le temps de calcul, le programme Matlab ne traite pas ces

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

images, ce qui amène à l'absence de valeur pour les données thermiques des *frames* correspondantes. Le tracé des valeurs sur la Figure VI-97 relie les points avant et après coupure pour toutes les séries de données excepté G2. Il s'agit cependant bien d'une absence de données et non de la réelle évolution des valeurs représentées. Une coupure laser se détecte donc aisément sur le film thermique par des images totalement sombres et une absence de données mesurées et calculées.

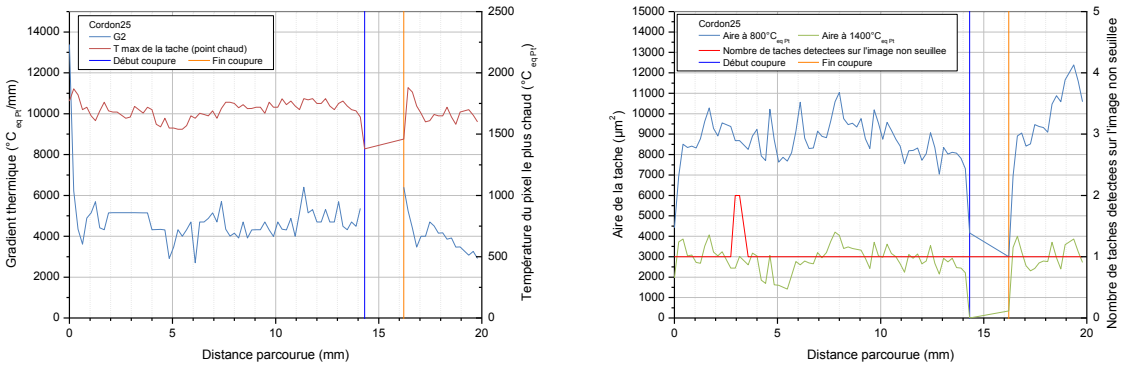


Figure VI-97 : Évolution du gradient thermique *G2*, de la température du point chaud, des aires de la tache lumineuse seuillée à 800 et 1400°$C_{eq\ Pt}$ et du nombre de taches détectées par le programme de traitement d'images en fonction de la distance parcourue par le faisceau laser durant une coupure laser (signalée par les repères verticaux)

VI.7 Conclusion du chapitre

Un système de visualisation coaxiale du bain a été développé par le Centre des Matériaux sur la machine SLM Phénix PM100. Une calibration de la température et de la dimension du bain a également été mise au point à l'aide d'un ruban de platine chauffé par effet Joule. Il est alors possible de suivre le bain liquide et son environnement au cours de la fabrication et en tout point du plateau de fabrication. Il a ainsi été possible d'observer la température et la géométrie du solide environnant le bain, de déterminer l'émissivité du C263 et d'observer la signature thermique de certains défauts de fabrication, notamment les projections de gouttelettes et le *balling*. Les projections proviennent de la détente brutale du gaz qui se retrouve piégé dans le bain liquide lors de la fusion du lit de poudre et qui le fragmente. Les gouttes alors projetées se solidifient et peuvent atteindre plusieurs fois la taille de la poudre initiale (cf. Chapitre IV). L'observation par caméra thermique de l'apparition de ces projections a apporté plus d'informations quant à leur origine. Une seconde instabilité du bain connue comme l'instabilité de Plateau-Rayleigh amène quant à elle à la fragmentation du bain liquide dans sa longueur et donc du cordon du fait des forces capillaires. Cette fragmentation a également pu être constatée sur des images thermiques. L'examen des draps montre qu'une stabilisation de ce *balling* a lieu lors du recouvrement partiel des cordons.

L'étude paramétrique en "manip coin" (*i.e.* avec substrat incliné et détermination de la hauteur de couche par profilométrie sans contact) a permis de déterminer des domaines de stabilité pour le C263 vis-à-vis des instabilités de Plateau-Rayleigh (et donc du phénomène de *balling*). Ces domaines de stabilité concordent avec les données trouvées dans la littérature. Il est cependant probable que ces domaines de stabilité soient partiellement liés à un ensemble plateau/matériau/machine/laser et ne soient pas directement exportable à un autre ensemble, nécessitant alors de refaire une partie de l'étude paramétrique. Par ailleurs, les rapports d'élancement idéaux du cordon et de la zone refondue ont été définis pour obtenir des géométries de cordon adaptés à la construction d'une pièce. Le modèle de la sphère colle assez bien à la forme du bain tant qu'il ne mouille pas le substrat ($\Phi > \pi / 2$). En deça de

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

cette valeur ($\Phi < \pi / 2$), le cordon est dit mouillant, sa forme peut s'apparenter à une calotte sphérique, mais en aucun cas sa zone refondue dont la forme est bien mieux approchée par un modèle elliptique. Par ailleurs, ces travaux ont montré que la vitesse de balayage était un paramètre de premier ordre pour un futur contrôle procédé. En effet, ce paramètre est d'une part déterminant vis-à-vis de la stabilité des cordons, mais d'autre part, il est le plus facile à modifier au cours de la fabrication (pour l'intégrer à une boucle de rétroaction afin de compenser les dérives de forme ou de thermique du bain au cours de la fabrication). L'étude paramétrique sur monocordons permet également de déduire, grâce aux cartographies ΔZ_{poudre}-E_l et ΔZ_{poudre}-t_{int},une absorbance minimale du lit de poudre et un débit volumique de poudre en interaction avec le laser.

Ce chapitre a montré que la détermination du gradient thermique en aval du bain (*G2*) était possible lors d'un suivi de fabrication par caméra thermique coaxiale. Ce gradient thermique, calculé dans le domaine solide autour du bain, évolue en fonction des paramètres opératoires, et notamment en fonction du recouvrement des cordons (cf. Tableau VI-7). Bien que le C263 ne soit pas sujet à ce problème, le gradient thermique *G2* peut nous donner des informations quant aux risques de fissuration à froid du matériau. L'augmentation de la résolution de la caméra et la détermination précise du contour du bain liquide sur les images thermiques permettrait d'évaluer les gradients dans le liquide et ainsi obtenir des informations précieuses sur le type de solidification du bain, la taille de sa microstructure et les éventuels problèmes de fissuration à chaud.

	$P\nearrow$	$V\nearrow$	$\Delta Z_{poudre}\nearrow$	$\tau_r\nearrow$
G2	↘	↗	↘	↗
T max	↗	↘	↘	↘

Tableau VI-7 : Évolutions du gradient thermique *G2* et de la température maximale observée en fonction de la puissance, de la vitesse de balayage, de l'épaisseur de poudre et du taux de recouvrement

Ce chapitre a également montré que le rapport de la vitesse de balayage sur la fréquence d'acquisition de la caméra (V / f) était primordial pour la visualisation des défauts à l'aide d'une caméra thermique coaxiale. Si ce rapport est suffisamment faible, il devient alors possible de visualiser des défauts de fabrication de petite taille. Plusieurs défauts de fabrication typiques du SLM ont été volontairement introduits et leur signature thermique a été étudiée (cf. Tableau VI-8). Ainsi, en travaillant sur des données tant géométriques que thermique, il est possible de détecter un incident survenu durant la fabrication, amenant à des défauts dans la pièce et dont certains (proches de ceux observés en coulée) auront une incidence certaine sur ses propriétés mécaniques.

Le système de visualisation coaxiale présenté ici est encore "juvénile" et souffre de certains défauts. Des pistes d'amélioration sont cependant données afin d'améliorer les images et la détection des défauts durant la fabrication de pièces en paramétrie industrielle. Cela passera forcément par l'amélioration de la caméra thermique afin de gagner d'une part en résolution et ainsi améliorer la qualité des images et affiner le calcul des gradients thermiques. D'autre part, il sera également nécessaire d'augmenter la fréquence d'acquisition de la caméra afin de pouvoir détecter les défauts de petite taille durant des lasages à forte vitesse de balayage. Enfin, la connaissance de la position du spot laser sur le plateau de fabrication à tout instant ouvrirait de nouvelles perspectives car elle permettrait d'une part de faciliter le traitement d'images dans le cas d'une stratégie de balayage complexe. D'autre part, elle permettrait d'obtenir une "tomographie de défauts" de la pièce et ainsi cibler plus facilement

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

les zones de la pièce dans lesquelles des défauts sont susceptibles d'être apparus au cours de la fabrication.

Défaut	Observations
Balling	• Apparition d'une deuxième tache lumineuse à l'arrière du bain liquide si le rapport *V / f* le permet • Augmentation brutale de *G2* après fragmentation si le rapport *V / f* le permet
Projections de gouttelettes	• Déformation de la tache lumineuse du bain (augmentation de son aire aux faibles seuils de température) • Augmentation du nombre de taches lumineuses détectées à faible température
Contre-dépouille	• Diminution du gradient thermique *G2* (de 30 % pour une contre dépouille de plusieurs millimètres) et de l'aire de la tache lumineuse aux forts seuils de température • Diminution possible de la température maximale détectée de par l'augmentation brutale du volume de fumées (environ 15 % pour une contre dépouille de plusieurs millimètres)
Amas de poudre	• Augmentation de la longueur, de la largeur et donc de l'aire de la tache lumineuse aux faibles seuils de température (jusqu'à plusieurs fois la taille de la tache lumineuse en conditions stables) • Diminution du gradient thermique *G2*
Manque de poudre	• Diminution de l'aire de la tache lumineuse aux faibles seuils de température (de 30 % environ pour un seuil à 800°$C_{eq\ Pt}$)
Fumées	• Perturbation des signaux thermiques mesurés • Diminution de la température maximale détectée sur les images et augmentation progressive du gradient thermique *G2*
Coupure laser	• Aucune image n'est détectée (pas de bain) : données thermiques inexistantes durant toute la coupure

Tableau VI-8 : Signature thermique des défauts observables par caméra thermique coaxiale

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Bibliographie

Alkahari, Mohd Rizal, et al. 2014. Melt Pool and Single Track Formation in Selective Laser Sintering/Selective Laser Melting. Advanced Materials Research. 2014, Vol. 933, pp. 196–201.

Armines. 2012. Procédé de fusion sélective de lits de poudre par faisceau de haute énergie sous une dépression de gaz. 12 03230 29 Novembre 2012.

Armines, et al. 2012. Procédé de fabrication additive par fusion laser sélective ou frittage sélectif de lits de poudre à compacité optimisée par faisceau de haute énergie. 12 03196 27 Novembre 2012.

Atallah, S. 1966. A relationship between emissivity and thermal conductivity of metals. British Journal of Applied Physics. 1966, Vol. 17, pp. 573–574.

Averyanova, Maria. 2011. Fusion laser de poudres métalliques : Maïtrise du procédé pour la fabrication directe de pièces métalliques, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Saint-Etienne, 2011. Thèse.

Bayle, F. et Doubenskaia, M. 2008. Selective Laser Melting process monitoring with high speed infra-red camera and pyrometer. Fundamentals of Laser Assisted Micro- and Nanotechnologies. 2008, Vol. 6985.

Caldwell, F. R. 1962. Thermocouple Materials. [éd.] U.S. Department of Commerce, National Bureau of Standards, 1962.

Cazes, Roland. 1994. Soudage par faisceaux à haute énergie : faisceau d'électrons et laser. Techniques de l'ingénieur. 1994, Vol. B 7 740.

Chandrasekhar, Subrahmanyan. 1970. Hydrodynamic and hydromagnetic stability, Clarendon Press Oxford, 1970. Vol. 196.

Childs, T. H., Hauser, C. et Badrossamay, M. 2004. Mapping and Modelling Single Scan Track Formation in Direct Metal Selective Laser Melting. CIRP Annals - Manufacturing Technology. 2004, Vol. 53, 1, pp. 191–194.

Chivel, Y. 2013. Optical in-process temperature monitoring of selective laser melting. Pysics Procedia. 2013, Vol. 41, pp. 897–903.

Chivel, Yu. et Smurov, I. 2010. On-line temperature monitoring in selective laser sintering/melting. Physics Procedia. 2010, 5, pp. 515–521.

Chivel, Yu. et Smurov, I. 2011. Temperature Monitoring and Overhang Layer Problem. Physics Procedia. 2011, Vol. 12, pp. 691–696.

Craeghs, Tom, et al. 2012. Detection of process failures in Layerwise Laser melting with optical process monitoring. Physics Procedia. 2012, Vol. 39, pp. 753–759.

Craeghs, Tom, et al. 2011. Determination of geometrical factors in Layerwise Melting using optical process monitoring. Optics and Lasers in Engineering. 2011, 49, pp. 1440–1446.

Craeghs, Tom, et al. 2010. Feedback control of Layerwise Laser Melting using optical sensors. Physics Procedia. 2010, Vol. 5, pp. 505–514.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Craeghs, Tom, et al. 2011. Online quality control of selective laser melting. Solid Freeform Fabrication: Proceedings. 2011, pp. 212–226.

Eggers, Jens. 1997. Nonlinear dynamics and breakup of free-surface flows. Reviexs of Modern Physics. 1997, Vol. 69, 3, pp. 865–929.

FLIR Systems, Inc. 2014 FLIR SC2500. [En ligne] [Citation : 13 05 2014.] http://www.flir.com/cs/emea/fr/view/?id=43472.

Frazier, William E. 2014. Metal Additive Manufacturing: A Review. Journal of Materials Engineering and Performance. 2014, Vol. 23, 6, pp. 1917–1928.

Furumoto, Tatsuaki, et al. 2012. Monitoring of laser consolidation process of metal powder with high speed video camera. Physics Procedia. 2012, Vol. 39, pp. 760–766.

German, Randall M. 1994. Powder Metallurgy Science 2nd edition, Metal Powder Industries Federation, 1994.

Gladush, Gennady G. et Smurov, Igor. 2011. Physics of Laser Materials Processing – Theory and Experiment. 2011.

Glardon, R., et al. 2001. Influence of Nd:YAG Parameters on the Selective Laser Sinteringof Metallic Powders. CIRP Annals - Manufacturing Technology. 2001, Vol. 50, 1, pp. 133–136.

Gu, Dongdong et Shen, Yifu. 2007. Balling phenomena during direct laser sintering of multi-component Cu-based metal powder. Journal of Alloys and Compunds. 2007, Vol. 432, pp. 163–166.

Guinard, Caroline. 2015. Conception et fissuration des systèmes barrières thermiques : application au cas du perçage laser, MINES-ParisTech, 2015. Thèse.

Gusarov, A. V. et Smurov, I. 2010. Modeling the interaction of laser radiation with powder bed at selective laser melting. Physics Procedia. 2010, 5, pp. 381–384.

Ilin, Alexander, et al. 2014. Computer aided optimisation of the thermal management during laser beam melting process. Physics Procedia. 2014, Vol. 56, pp. 390–399.

IMPAC. 2004. Pyrometer-Handbook : Non-Contact Thermometry, IMPAC Infrared GmbH, 2004.

Islam, M., et al. 2013. Temperature profile and imaging analysis of laser additive manufacturing of stainless steel. Physics Procedia. 2013, Vol. 41, pp. 828–835.

Juechter, V., et al. 2014. Processing window and evaporation phenomena for Ti-6Al-4V produced by selective electron beam melting. Acta Materialia. 2014, Vol. 76, pp. 252–258.

King, Wayne E., et al. 2014. Observation of keyhole-mode laser melting in laser powder-bed fusion additive manufacturing. Journal of Materials Processing Technology. 2014, 214, pp. 2915–2925.

Körner, Carolin, Attar, Elham et Heinl, Peter. 2011. Mesoscopic simulation of selective beam melting processes. Journal of Materials Processing Technology. 2011, 211, pp. 978–987.

Kovaleva, I., Kovalev, O. et Smurov, I. 2014. Model of heat and mass transfer in random packing layer of powder particles in selective laser melting. Physics Procedia. 2014, 56, pp. 400–410.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Krauss, H. et Zaeh, M. F. 2013. Investigations on manufacturability and process reliability of selective laser melting. Physics Procedia. 2013, Vol. 41, pp. 808–815.

Krauss, H., Eschey, C. et Zaeh, M. F. 2012. Thermography for Monitoring the Selective Laser Melting Process. Solid Freeform Fabrication: Proceedings. 2012, pp. 999–1014.

Kruth, J. P., et al. 2007. Consolidation phenomena in laser and powder-bed based layered manufacturing. CIRP Annals - Manufacturing Technology. 2007, Vol. 56, 2, pp. 730–759.

Kruth, J. P., et al. 2004. Selective laser melting of iron-based powder. Journal of Materials Processing Technology. 2004, Vol. 149, pp. 616–622.

Kruth, J. P., Leu, M. C. et Nakagawa, T. 1998. Progress in Additive Manufacturing and Rapid Prototyping. CIRP Annals - Manufacturing Technology. 1998, Vol. 47, 2, pp. 525–540.

Li, Ruidi, et al. 2012. Balling behavior of stainless steel and nickel powder during selective laser melting process. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. 2012, Vol. 59, 9-12, pp. 1025–1035.

Maisonneuve, Julie. 2008. Fabrication directe de pièces aéronautiques en TA6V et IN718 : projection et fusion sélective par laser, MINES-ParisTech, 2008. Thèse.

Niu, H. J. et Chang, I. T. 1999. Instability of scan tracks of selective laser sintering of high speed steel powder. Scripta Materialia. 1999, Vol. 41, 11, pp. 1229–1234.

Okunkova, Anna, et al. 2014. Experimental approbation of selective laser melting of powders by the use of non-Gaussian power density distributors. Physics Procedia. 2014, 56, pp. 48–57.

Pajani, Dominique et Audaire, Luc. 2013. Thermographie - Technologies et applications. Techniques de l'ingénieur. 2013, R 2741v2.

Pajani, Dominique. 2013. Thermographie - Principes et mesure. Techniques de l'ingénieur. 2013, R 2 740v2.

Pavlov, M., Doubenskaia, M. et Smurov, I. 2010. Pyrometric analysis of thermal processes in SLM technology. Physics Procedia. 2010, Vol. 5, pp. 523–531.

Prior, Jorge M.V., Almeida, Iolanda et Loureiro, José M. 2013. Prediction of the packing porosity of mixtures of spherical and non-spherical particles with a geometric model. Powder Technology. 2013, Vol. 249, pp. 482–496.

Ridha, Adil. 2008. Transfert de Chaleur et de Masse. Cours à l'Université de Caen. 2008.

Rombouts, M., et al. 2006. Fundamentals of Selective Laser Melting of alloyed steel powders. CIRP Annals - Manufacturing Technology. 2006, Vol. 55, 1, pp. 187–192.

Royer, Frédéric. 2014. Fonctionnement et singularités du procédé de fusion laser sélective. Illustration par application à deux superalliages à base nickel et considérations énergétiques, MINES-ParisTech, 2014. Thèse.

Simchi, A. et Pohl, H. 2003. Effects of laser sintering processing parameters on the microstructure and densification of iron powder. Materials and Engineering. 2003, Vol. A359, pp. 119–128.

Verhaeghe, F., et al. 2009. A pragmatic model for selective laser melting with evaporation. Acta Materialia. 2009, Vol. 57, pp. 6006–6012.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Vilaro, Thomas. 2011. Fabrication directe de pièces aéronautiques et spatiales en Nimonic 263 et A360 par le procédé de fusion sélective par laser : approche thermique, microstructurale et mécanique, MINES-ParisTech, 2011. Thèse.

Xu, Y. L., et al. 2007. Marangoni convection and weld shape variation in A-TIG welding process. Theoretical and Applied Fracture Mechanics. 2007, Vol. 48, pp. 178–186.

Yadroitsev, I. et Smurov, I. 2010. Selective laser melting technology: from the single laser melted track stability to 3D parts of complex shape. Physics Procedia. 2010, 5, pp. 551–560.

Yadroitsev, I., Bertand, Ph. et Smurov, I. 2007. Parametric analysis of the selective laser melting process. Applied Surface Science. 2007, Vol. 253, pp. 8064–8069.

Yadroitsev, I., et al. 2010. Single track formation in selective laser melting of metal powders. Journal of Materials Processing Technology. 2010, Vol. 210, pp. 1624–1631.

Yadroitsev, Igor. Selective laser melting – Direct manufacturing of 3D-objects by selective laser melting of metal powders, Lambert Academic Publishing, 2009. Thèse.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Conclusion

La fabrication additive regroupe une famille de procédés récents de mise en forme qui sont en rupture avec les procédés conventionnellement utilisés. Elle permet notamment d'obtenir des géométries qu'il était très difficile, voire impossible d'obtenir auparavant. Par ailleurs, ces procédés offrent des temps de fabrication nettement inférieurs et diminuent les coûts de fabrication par rapport à l'usinage ou à la fonderie, notamment par la revalorisation de la poudre non utilisée pour la réalisation des pièces. C'est pourquoi l'industrie s'y intéresse fortement, notamment le domaine de l'aéronautique et du spatial. Cependant, la fabrication additive est encore jeune : les bureaux d'études commencent seulement à l'appréhender, la normalisation est en train de se mettre en place et il est nécessaire d'améliorer la fiabilité de ces procédés, notamment pour des applications nécessitant une certification (pièces aéronautiques). Chaque procédé de fabrication additive présente ses propres forces et faiblesses, mais l'évolution incessante de la technologie permet d'outrepasser certaines limitations (telles que la faible taille des pièces réalisables) et d'ouvrir de nouvelles perspectives pour des applications industrielles.

Le projet FALAFEL a été initié dans le but de contribuer au développement des technologies de projection laser et de fusion sélective par laser de lits de poudre sur laquelle ces travaux de thèse se sont focalisés. Le projet vise notamment l'étude de l'impact métallurgique et mécanique du recyclage des poudres SLM et le développement d'une solution de contrôle procédé en ligne. Cette thèse s'est intéressée à deux matériaux en particulier : l'alliage de titane TA6V et le superalliage à base nickel Nimonic 263. Une étude bibliographique sur ces deux matériaux a été présentée dans ce document de thèse. Par ailleurs, le procédé SLM étant basé sur l'utilisation de lits de poudre, une étude bibliographique a été menée sur la compacité et la mise en forme des poudres et particulièrement sur l'atomisation au gaz, qui a été utilisée pour obtenir les poudres utilisées dans le projet FALAFEL.

Il est connu qu'en SLM, et de manière générale en fabrication additive, la matière première joue un rôle primordial dans la qualité de la pièce. Il est donc nécessaire de définir des critères sur la morphologie, la granulométrie, la porosité et la composition chimique lors de l'achat de matière première. Un cahier des charges a été établi pour les poudres utilisées dans le projet, et la qualité des lots réceptionnés a été investiguée. Il en ressort que les élaborateurs de poudres ont difficilement respecté les spécificités demandées. L'exigence de ces dernières se justifie au travers de certains résultats sur les défauts de construction, en particulier les projections de gouttelettes liquides. Notons tout de même que les particules de poudre sont de morphologie sphérique comme on pouvait s'y attendre du fait de leur atomisation au gaz. La distribution granulométrique est particulièrement importante pour le procédé SLM du fait que celui-ci repose sur l'utilisation de lits de poudre. Il a été montré qu'un arrangement de particules de poudre dont la distribution est une gaussienne à un *span* donné représente environ 50 % de la masse volumique du même matériau sous forme massive et parfaitement dense. Cette porosité totale du lit de poudre est responsable de plusieurs phénomènes spécifiques au SLM. Tout d'abord, lors de la fusion de la poudre en interaction avec le faisceau laser, le volume de matière consolidé est égal à la moitié du volume du lit de poudre. Cela a pour conséquence d'aboutir à un cordon moins haut que la hauteur de couche étalée et qui présente de part et d'autre une zone dénudée, c'est-à-dire dépourvue de particules de poudre. De ce fait, la hauteur consolidée lors des premières couches augmente jusqu'à se stabiliser au bout d'une dizaine de couches pour atteindre la descente programmée du piston de fabrication. D'autre part, le volume du lit de poudre étant à moitié constitué de gaz, ce dernier se retrouve piégé dans le bain liquide lors de la

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

fusion du lit de poudre et, en se détendant brutalement suite à son échauffement par le laser, fait éclater le bain liquide et projette des gouttes de matière liquide dans la chambre de fabrication. Ces gouttes vont se solidifier en cours de vol et peuvent être responsables de défauts dans les pièces et parfois d'arrêts intempestifs de la fabrication. Précisons par ailleurs que la dimension de ces projections est supérieure d'environ trois fois la taille des particules du lit de poudre.

Le recyclage de la poudre a été investigué, d'une part concernant l'évolution de la granulométrie, de la morphologie et de la composition chimique de la poudre non utilisée après fabrication, et d'autre part sur la perte attendue des propriétés mécaniques des pièces fabriquées à partir de poudres recyclées *n* fois. L'étude du recyclage a été menée sur TA6V, matériau sensible à la contamination en oxygène, élément pour lequel un taux supérieur à 2000 ppm en masse dans une pièce ne permet plus sa certification aéronautique. Une procédure de recyclage a été définie dans des conditions sévères (aucune dilution de la poudre) et a montré que les pièces fabriquées dépassaient la limite autorisée après deux réutilisations de la poudre sans dilution (*i.e.* poudre recyclée sans mélange avec de la poudre neuve). La poudre elle-même subit des changements morphologiques lors de son recyclage de par l'apparition d'agglomérats et d'amas de particules frittées. Enfin, la présence de projections de matière liquide hors du bain de fusion lors du lasage amène à la génération de particules ne correspondant plus à la granulométrie initiale. Le recyclage passe donc par une incontournable opération de tamisage de la poudre qui en rebute environ 5 % en masse. L'étude du recyclage a toutefois montré que l'utilisation d'une poudre diluée permet de limiter la contamination en oxygène des pièces fabriquées.

Cette procédure de recyclage peut être adaptée au domaine industriel. Toutefois, il conviendrait de diluer la poudre recyclée avec de la poudre neuve afin d'obtenir un lot de poudre dilué dont le taux doxygène serait compris entre ceux des deux lots initiaux. Par ailleurs, il conviendrait de plus spécifiquement adapter la poudre au SLM par deux biais. Le premier étant l'obtention de poudre de composition précise. L'étude de la poudre neuve de TA6V a montré qu'elle présentait un taux d'oxygène massique de près de 1500 ppm, et donc relativement proche de la limite des 2000 ppm imposée à l'aéronautique. Si la poudre neuve avait présenté une contamination inférieure, il aurait été possible d'effectuer un plus grand nombre de recyclage avant de dépasser cette limite. Ajoutons également que l'élaboration d'une poudre spécifique au SLM peut permettre d'obtenir une meilleure compacité des lits de poudre. En effet, si la poudre présente une répartition bimodale avec deux populations de particules de tailles assez différentes, les petites pourront s'immiscer dans les espaces laissés entre les plus grandes. Le lit de poudre est alors plus dense que si la poudre avait été monomodale. De ce fait, il est très probable que la génération de particules de fort diamètre (*i.e.* les projections) soit limitée.

Un modèle de consolidation bidirectionnel anisotrope a été présenté dans ce document de thèse et permet de déterminer la hauteur de matière consolidée à une couche donnée en fonction du facteur d'anisotropie et de la porosité du lit de poudre. Allié à des essais de profilométrie optique sans contact, il est possible d'obtenir le coefficient d'anisotropie du cordon consolidé par laser. Ce modèle permet également de calculer le temps de fabrication d'une pièce donnée ainsi que le débit volumique de matière consolidée. Cela permet par exemple de vérifier les objectifs de productivité fixés pour une machine et une fabrication données. De même, on a pu constater l'influence de paramètres opératoires sur le temps de fabrication. Il a été montré que, de manière générale, c'est le temps de lasage et non le temps de mise en couche qui est le plus déterminant sur le temps de fabrication.

L'évolution de la technique de dépouillement des essais fait qu'il sera possible pour les futurs plans d'expérience de mesurer avec plus de précision les retraits axial et radial des cordons. De ce fait,

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

il sera possible de placer directement les points sur la cartographie des retraits. On s'attend à trouver un nuage de points dispersés le long de la droite (ou la courbe, cf. Annexe C) correspondant à une porosité du lit de poudre de 50 %. Comme le modèle est basé sur la conservation de la matière dans le volume d'interaction laser-lit de poudre, une forte dispersion des points expérimentaux par rapport à la droite pour $P_t = 50$ % serait révélatrice que la conservation de la matière n'est pas respectée (projections importantes, évaporation…).

Enfin, le cœur de cette thèse repose sur la mise en place d'une visualisation thermique coaxiale sur la machine SLM du Centre des Matériaux. Un système de calibration à l'aide d'un ruban de platine chauffé par effet Joule a également été développé, de même qu'un algorithme de traitement d'images. Ce système de visualisation permet à tout instant de suivre le bain de fusion et son environnement au cours du lasage, indépendamment de la position du spot laser sur le plateau de fabrication. Il a été possible de caractériser thermiquement la ZAT environnant le bain liquide par la "méthode des gradients", de déterminer l'émissivité du C263 et d'observer la signature thermique de certains défauts de fabrication, notamment les projections et le *balling*. Ce suivi thermique a été couplé à une étude paramétrique du procédé sur Nimonic 263 qui a permis de définir des domaines de stabilité des cordons. Le calcul du gradient thermique à l'arrière du bain est possible grâce à l'utilisation de la caméra thermique. Ainsi, il sera désormais possible d'obtenir des informations précieuses quant aux problèmes de fissuration à froid lors de la construction par SLM de certains matériaux. En améliorant la résolution de la caméra, il devrait être possible de calculer des gradients thermiques dans le bain liquide au voisinage de l'isotherme de fusion et ainsi obtenir plus d'informations sur le type de solidification et la taille de la microstructure du matériau consolidé par SLM, ainsi que sur les éventuels problèmes de fissuration à chaud. Enfin, des défauts de fabrication ont été volontairement introduits dans le plateau de fabrication afin de déterminer leur signature thermique. De nouveau, la détermination du gradient thermique à l'arrière du bain apparaît être une donnée thermique parfaitement adaptée à la détection de plusieurs défauts caractéristiques du SLM.

Le système de visualisation coaxiale du bain mis en œuvre ici et le traitement d'images associé a permis de poser les bases d'un contrôle procédé qui devra être monté en ligne. L'étude paramétrique et thermique a montré que le système de contrôle procédé en boucle fermée devra utiliser la vitesse de balayage du laser comme levier afin de contrebalancer les dérives du procédé et replacer la fabrication dans un domaine stable de construction. Par ailleurs, il est nécessaire d'augmenter fortement la fréquence d'acquisition de la caméra pour suivre des défauts de petite taille lors des lasages à des vitesses de balayage industrielles. Enfin, l'amélioration de la résolution de la caméra permettra d'obtenir des images plus détaillées sur lesquels le calcul des gradients thermiques dans le bain liquide devrait permettre de prédire la microstructure d'une pièce en cours de fabrication. Par ailleurs, l'interfaçage du système de balayage du laser avec la caméra thermique permettrait d'obtenir une cartographie 3D des défauts dans la pièce, ce qui serait un outil précieux pour le suivi de la fabrication en milieu industriel.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Bibliographie générale

Abed, Stéphane. 2014. Applications industrielles de la fabrication additive dans le secteur Aéronautique : les atouts, les limites actuelles, les perspectives de ces nouveaux procédés de fabrication. Les enjeux de la Fabrication Additive directe dans les secteurs aéronautique et spatial. Présentation Journée thématique de la Commission Matériaux de 3AF. 30 Octobre 2014.

Aeby-Gautier, Elisabeth. 2007. Les alliages de titane. Cours à l'École des Mines de Nancy. 2007.

AFNOR. 1983. X 11-508. Tamis et tamisage – Tableau de correspondance des tissus métalliques dans les tamis de contrôle, AFNOR, Septembre 1983.

AFNOR. 1993. NF EN 23923-2. Détermination de la masse volumique apparente. Norme. 1993.

AFNOR. 2011. NF E67-001. Fabrication additive - Vocabulaire. Norme. 2011.

AFNOR. 2011. NF EN ISO 8130-2. Poudre pour revêtement - Partie 2 : détermination de la masse volumique à l'aide d'un pycnomètre à gaz (méthode de référence). Norme. 2011.

Ahmed, T. et Rack, H. J. 1998. Phase transformations during cooling in α + β titanium alloys. Materials Science and Engineering. 1998, Vol. A243, pp. 206–211.

Alkahari, Mohd Rizal, et al. 2014. Melt Pool and Single Track Formation in Selective Laser Sintering/Selective Laser Melting. Advanced Materials Research. 2014, Vol. 933, pp. 196–201.

Amazon.com. 2014. Amazon.com: Clothing, Shoes & Jewelry. Amazon.com. [En ligne] 2014. [Citation : 04 12 2014.] http://www.amazon.com/s/ref=amb_link_411035042_4?ie=UTF8&bbn=7141123011&rh=i%3Afashion%2Cn%3A7141123011&srs=8323871011&pf_rd_m=ATVPDKIKX0DER&pf_rd_s=merchandised-search-left-3&pf_rd_r=0PZ4G4X42C0ZXZ0GVEEY&pf_rd_t=101&pf_rd_p=1970168802&pf_rd_i=8323871011.

Armines, et al. 2012. Procédé de fabrication additive par fusion laser sélective ou frittage sélectif de lits de poudre à compacité optimisée par faisceau de haute énergie. 12 03196 27 Novembre 2012.

Armines, et al. 2012. Procédé de fusion de poudre avec chauffage de la zone adjacente au bain. 12 03258 30 Novembre 2012.

Armines, et al. 2013. Procédé de fabrication additive de pièces par fusion ou frittage de particules de poudre(s) au moyen d'un faisceau de haute énergie avec des poudres adaptées au couple procédé/matériau visé. 13/01591 4 Juillet 2013.

Armines, SNECMA et MBDA. 2012. Procédé de fabrication d'une pièce par fusion de poudre, les particules arrivant froides dans le bain. 12 03257 30 Novembre 2012.

Armines. 2012. Procédé de fusion sélective de lits de poudre par faisceau de haute énergie sous une dépression de gaz. 12 03230 29 Novembre 2012.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

ASM International. 2000. Hardness Conversions for Steels. [auteur du livre] Howard Kuhn et Dana Medlin. ASM Handbook – Mechanical Testing and Evaluation, ASM International, 2000, Vol. 8, pp. 282–287.

ASTM International. 2006. ASTM B527-06. Standard Test Method for Determination of Tap Density of Metallic Powders and Compounds. Norme. 2006.

ASTM International. 2012. ASTM F2792 - 12a. Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies. Norme. 2012.

ASTM International. 2013. ASTM E11-13. Standard Specification for Woven Wire Test Sieve Cloth and Test Sieves. Norme. 2013.

Atallah, S. 1966. A relationship between emissivity and thermal conductivity of metals. British Journal of Applied Physics. 1966, Vol. 17, pp. 573–574.

Averyanova, Maria. 2011. Fusion laser de poudres métalliques : Maïtrise du procédé pour la fabrication directe de pièces métalliques, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Saint-Etienne, 2011. Thèse.

Bansal, Rohan. 2013. Analysis and feedback control of the scanning laser epitaxy process applied to nickel-base superalloys, Georgia Institute of Technology, 2013. Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree Ph. D.

Barralis, Jean et Maeder, Gérard. 2002. Précis de métallurgie. [éd.] Nathan, AFNOR, 2002.

Bayle, F. et Doubenskaia, M. 2008. Selective Laser Melting process monitoring with high speed infra-red camera and pyrometer. Fundamentals of Laser Assisted Micro- and Nanotechnologies. 2008, Vol. 6985.

Benzaken, Jean Rémy. 2007. Fabrication directe de pièces métalliques par fusion laser, MINES-ParisTech, 2007. Rapport de stage de Mastère.

Bernard, Alain et Taillandier, Georges. 1998. Le prototypage rapide, Éditions Hermès, 1998.

Betteridge, W. et Heslop, J. 1959. The Nimonic Alloys and Others Nickel-Base High-Temperature Alloys. 1959.

Binder, Stefan. 2011. Herzlich Willkommen - Entwicklungsprozess mit HyperShape/CATIA. HyperWorks Anwendertreffen für Hochschulen. [Cours à l'Université de Sciences Appliquées de Bochum]. 2011.

Blanc, Toinou. 2016. Fabrication directe de pièces en TA6V par projection laser : Modèle phénoménologique et recyclabilité de la poudre, MINES-ParisTech, 2016. Thèse.

Bourell, David L., Leu, Ming C. et Rosen, David W. 2009. Roadmap for Additive Manufacturing - Identifying the Future of Freeform Processing, The University of Texas at Austin, 2009.

Bouvard, Didier et Bienvenu, Yves. 2002. Métallurgie des poudres, Hermès Science, 2002.

Bradley, D. 1973. On the atomization of liquids by high-velocity gases. Journal of Physics D: Applied Physics. 1973, Vol. 6, 14, p. 1724.

Buican, George Răzvan, Oancea, Gheorghe et Manolescu, Alexandru. 2014. Remanufacturing of Damaged Parts Using Selective Laser Melting Technology. Applied Mechanics and Materials. 2014, Vol. 693, pp. 285–290.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Caldwell, F. R. 1962. Thermocouple Materials. [éd.] U.S. Department of Commerce, National Bureau of Standards, 1962.

Carrefour. 2014. Carrefour.fr. [En ligne] 2014. [Citation :] http://online.carrefour.fr/electromenager-multimedia/pp3dp/up-plus-2-imprimante-3d_a22119997_frfr.html.

Castro, R. et Séraphin, L. 1966. Contribution à l'étude métallographique et structurale de l'alliage de titane TA6V. Mémoires scientifiques Revue de métallurgie. 1966, Vol. LXIII, 12, pp. 1025–1058.

Cazes, Roland. 1994. Soudage par faisceaux à haute énergie : faisceau d'électrons et laser. Techniques de l'ingénieur. 1994, Vol. B 7 740.

CEAT. 1980. Recueil de dessins d'éprouvettes. 1980, Direction technique des constructions aéronautiques – Centre d'Essais Aéronautiques de Toulouse – Groupe Matériaux, 1980. p. Planche N° 1121.

Chandrasekhar, Subrahmanyan. 1970. Hydrodynamic and hydromagnetic stability, Clarendon Press Oxford, 1970. Vol. 196.

Chatelet, Jacques. 1996. Systèmes optroniques semi-actifs - Application du laser à la granulométrie. Techniques de l'ingénieur. 1996, Vol. E4410.

Chen, Shaochen. 2014. Nanoscale 3D-Printing of Hydrogels: Materials, Fabrication, and Tissue Engineering. Présentation à la conférence ICALEO 2014. Octobre 2014.

Childs, T. H., Hauser, C. et Badrossamay, M. 2004. Mapping and Modelling Single Scan Track Formation in Direct Metal Selective Laser Melting. CIRP Annals - Manufacturing Technology. 2004, Vol. 53, 1, pp. 191–194.

Chivel, Y. 2013. Optical in-process temperature monitoring of selective laser melting. Pysics Procedia. 2013, Vol. 41, pp. 897–903.

Chivel, Yu. et Smurov, I. 2010. On-line temperature monitoring in selective laser sintering/melting. Physics Procedia. 2010, 5, pp. 515–521.

Chivel, Yu. et Smurov, I. 2011. Temperature Monitoring and Overhang Layer Problem. Physics Procedia. 2011, Vol. 12, pp. 691–696.

Chlebus, Edward, et al. 2011. Microstructure and mechanical behaviour of Ti-6Al-7Nb alloy produced by selective laser melting. Materials Characterization. 2011, 62, pp. 488–495.

Combres, Yves et Champin, Bernard. 1995. Traitement thermiques des alliages de titane. Techniques de l'ingénieur. 1995, Vol. M 1335.

Combres, Yves. 1997. Métallurgie et recyclage du titane et de ses alliages. Techniques de l'ingénieur. 1997, Vol. M 2 355.

Combres, Yves. 1999. Propriétés du titane et de ses alliages. Techniques de l'ingénieur. 1999, Vol. M 557.

Craeghs, Tom, et al. 2010. Feedback control of Layerwise Laser Melting using optical sensors. Physics Procedia. 2010, Vol. 5, pp. 505–514.

Craeghs, Tom, et al. 2011. Determination of geometrical factors in Layerwise Melting using optical process monitoring. Optics and Lasers in Engineering. 2011, 49, pp. 1440–1446.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Craeghs, Tom, et al. 2011. Online quality control of selective laser melting. Solid Freeform Fabrication: Proceedings. 2011, pp. 212–226.

Craeghs, Tom, et al. 2012. Detection of process failures in Layerwise Laser melting with optical process monitoring. Physics Procedia. 2012, Vol. 39, pp. 753–759.

CustomPartNet. 2009. www.custompartnet.com. [En ligne] 2009. [Citation : 11 Décembre 2014.]

Del Campo, L., et al. 2010. Emissivity measurements on aeronautical alloys. Journal of Alloys and Compounds. 2010, Vol. 489, pp. 482–487.

Dembinski, L., et al. 2006. Élaboration de poudres métalliques pré-alliées par atomisation gazeuse, granulométrie et microstructure. SF2M. 2006.

Dirrenberger, Justin. 2013. Propriétés effectives de matériaux architecturés, MINES-ParisTech, 2013. Thèse.

Donachie, Matthew J. Jr. 1984. Titanium. [auteur du livre] Howard E. Boyer et Timothy L. Gall. Metals Handbook - Desk Edition. 1984.

Drouot, Antoine. 2014. Lot 6 - Validation technico-économique. Présentation de réunion plénière FALAFEL. Novembre 2014.

Duerig, T. et Williams, J. 1984. Overview: Microstruture and Properties of Beta Titanium Alloys. [auteur du livre] R. R. Boyer et H. W. Rosenberg. Beta Titanium Alloys in the 1980's, AIME Metallurgical Society, 1984, p. 20.

Dumoulin, Emmanuel. 2013. Fabrication additive de pièces en polymères thermoplastiques hautes performances et en polyamide 12 par le procédé de frittage sélectif par laser, MINES-ParisTech, 2013. Thèse.

Dunkley, John J. 1998. Atomization. [auteur du livre] Peter W. Lee, et al. ASM Handbook – Powder metal technologies and applications, ASM International, 1998, Vol. 7, pp. 32–52.

Eggers, Jens. 1997. Nonlinear dynamics and breakup of free-surface flows. Reviexs of Modern Physics. 1997, Vol. 69, 3, pp. 865–929.

Encyclopedia Universalis. 1992. Encyclopedia Universalis – Corpus, Encyclopedia Universalis France S.A., 1992. Vol. 22.

Eudier, Michel. 1994. Métallurgie des poudres - Généralités. Techniques de l'ingénieur. 1994, Vol. M 860.

Eylon, Daniel et Newman, Jeremy R. 1990. Titanium and Titanium Alloy Castings. [auteur du livre] Joseph R. Davis, et al. ASM Handbook – Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials. 10ème, ASM International, 1990, Vol. 2, pp. 634–646.

FALAFEL. 2011. FALAFEL_L2-1-1_SPECIFICATIONS_POUDRES. [Livrable de projet (rapport technique)], Livrable FALAFEL, 2011.

Fateri, Miranda et Gebhardt, Andreas. 2014. Process Parameters Development of Selective Laser Melting of Lunar Regolith for On-Site Manufacturing Applications. International Journal of Applied Ceramic Technology. 2014, pp. 1–7.

Fischer, P., et al. 2003. Sintering of commercially pure titanium powder with a Nd:YAG laser source. Acta Materialia. 2003, 51, pp. 1651–1662.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

FLIR Systems, Inc. 2014. FLIR SC2500. [En ligne] [Citation : 13 05 2014.] http://www.flir.com/cs/emea/fr/view/?id=43472.

Frachon, Arnaud. 2002. Modélisation et Simulation Numérique de la Compression en Matrice de Poudres Métalliques, INPG, 2002. Thèse

Frazier, William E. 2014. Metal Additive Manufacturing: A Review. Journal of Materials Engineering and Performance. 2014, Vol. 23, 6, pp. 1917–1928.

Froes, F. H. et Dutta, B. 2014. The Additive Manufacturing (AM) of Titanium Alloys. Advanced Materials Research. 2014, Vol. 1019, pp. 19–25.

Furumoto, Tatsuaki, et al. 2012. Monitoring of laser consolidation process of metal powder with high speed video camera. Physics Procedia. 2012, Vol. 39, pp. 760–766.

Gerberich, W. W. et Baker, G. S. 1968. Toughness of Two-Phase 6Al-4V Titanium Microstructures. Applications Related Phenomena in Titanium Alloys, ASTM STP 432. 1968, pp. 80–99.

German, Randall M. 1994. Powder Metallurgy Science 2nd edition, Metal Powder Industries Federation, 1994.

Gilbert, Roger et Shannon, C. Richard. 1991. Heat Treating of Titanium and Titanium Alloys. [auteur du livre] Joseph R. Davis, et al. ASM Handbook – Heat Treating. 10ème, ASM International, 1991, Vol. 4, pp. 914–923.

Gladush, Gennady G. et Smurov, Igor. 2011. Physics of Laser Materials Processing – Theory and Experiment. 2011.

Glardon, R., et al. 2001. Influence of Nd:YAG Parameters on the Selective Laser Sinteringof Metallic Powders. CIRP Annals - Manufacturing Technology. 2001, Vol. 50, 1, pp. 133–136.

Gomez, François et Saleh, Khashayar. 2012. Mise en forme des poudres - Séchage par atomisation. Principes. Techniques de l'ingénieur. 2012, Vol. J 2 256.

Gu, Dongdong et Shen, Yifu. 2007. Balling phenomena during direct laser sintering of multi-component Cu-based metal powder. Journal of Alloys and Compunds. 2007, Vol. 432, pp. 163–166.

Gu, Dongdong, et al. 2014. Selective laser melting additive manufacturing of TiC/AlSi10Mg bulk-form nanocomposites with tailored microstructures and properties. Physics Procedia. 2014, 56, pp. 108–116.

Guinard, Caroline. 2015. Conception et fissuration des systèmes barrières thermiques : application au cas du perçage laser, MINES-ParisTech, 2015. Thèse.

Gusarov, A. V. et Smurov, I. 2010. Modeling the interaction of laser radiation with powder bed at selective laser melting. Physics Procedia. 2010, 5, pp. 381–384.

Gusarov, A. V., et al. 2007. Heat Transfer modelling and stability of selective laser melting. Applied Surface Science. 2007, Vol. 254, pp. 975–979.

Hammer, Christine, et al. 2014. Scalability of the Mechanical Properties of SLM Micro-Struts. Présentation à la conférence ICALEO 2014. Octobre 2014.

Hull, Charles W. 1984. Apparatus for production of three-dimensional objects by stereolithography. US 4575330 A USA, 8 Août 1984.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Ilin, Alexander, et al. 2014. Computer aided optimisation of the thermal management during laser beam melting process. Physics Procedia. 2014, Vol. 56, pp. 390–399.

IMPAC. 2004. Pyrometer-Handbook : Non-Contact Thermometry, IMPAC Infrared GmbH, 2004.

INRS. 2011. Mise en œuvre de la réglementation relative aux atmosphères explosives – Guide méthodologique. [éd.] Institut National de Recherche et de Sécurité. 2011.

Islam, M., et al. 2013. Temperature profile and imaging analysis of laser additive manufacturing of stainless steel. Physics Procedia. 2013, Vol. 41, pp. 828–835.

ISO. 1990. ISO 565. Tamis de contrôle - Tissus métallques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées - Dimensions nominales des ouvertures. Norme. 1990.

ISO. 2012. ISO/NP 3310-1. Tamis de contrôle - Exigences techniques et vérifications - Partie 1 : Tamis de contrôle en tissus métalliques. Norme. 2012.

ISO. 2014. ISO/TC 261. ISO 17296 - Fabrication additive – Principe généraux. Norme. 2014.

Jardy, A., Hans, S. et Ablitzer, D. 2000. Détermination des températures de liquidus et de solidus d'alliages de titane par analyse thermique différentielle. La revue de métallurgie-CIT/Science et Génie des Matériaux. 2000, 97, p. 1021.

Jovanović, M. T., et al. 2006. The effect of annealing temperatures and cooling rates on microstructure and mechanical properties of investment cast Ti-6Al-4V. Materials and Design. 2006, Vol. 27, pp. 192–199.

Juechter, V., et al. 2014. Processing window and evaporation phenomena for Ti-6Al-4V produced by selective electron beam melting. Acta Materialia. 2014, Vol. 76, pp. 252–258.

Kahveci, A. I. et Welsch, G. E. 1986. Effect of oxygen on the hardness and alpha/beta phase ratio of Ti-6Al-4V alloy. Scripta Metallurgica. 1986, Vol. 20, pp. 1287–1290.

King, Wayne E., et al. 2014. Observation of keyhole-mode laser melting in laser powder-bed fusion additive manufacturing. Journal of Materials Processing Technology. 2014, 214, pp. 2915–2925.

Klocke, Fritz, et al. 2014. Integrated Manufacturing Process Chains for Laser Additive Manufacturing in Industrial Production. Présentation à la conférence ICALEO 2014. Octobre 2014.

Kobryn, P. A. et Semiatin, S. L. 2003. Microstructure and texture evolution during solidification processing of Ti-6Al-4V. Journal of Materials Processing Technology. 2003, 135, pp. 330–339.

Körner, Carolin, Attar, Elham et Heinl, Peter. 2011. Mesoscopic simulation of selective beam melting processes. Journal of Materials Processing Technology. 2011, 211, pp. 978–987.

Kovaleva, I., Kovalev, O. et Smurov, I. 2014. Model of heat and mass transfer in random packing layer of powder particles in selective laser melting. Physics Procedia. 2014, 56, pp. 400–410.

Krauss, H. et Zaeh, M. F. 2013. Investigations on manufacturability and process reliability of selective laser melting. Physics Procedia. 2013, Vol. 41, pp. 808–815.

Krauss, H., Eschey, C. et Zaeh, M. F. 2012. Thermography for Monitoring the Selective Laser Melting Process. Solid Freeform Fabrication: Proceedings. 2012, pp. 999–1014.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Kruth, J. P., et al. 2004. Selective laser melting of iron-based powder. Journal of Materials Processing Technology. 2004, Vol. 149, pp. 616–622.

Kruth, J. P., et al. 2007. Consolidation phenomena in laser and powder-bed based layered manufacturing. CIRP Annals - Manufacturing Technology. 2007, Vol. 56, 2, pp. 730–759.

Kruth, J. P., Leu, M. C. et Nakagawa, T. 1998. Progress in Additive Manufacturing and Rapid Prototyping. CIRP Annals - Manufacturing Technology. 1998, Vol. 47, 2, pp. 525–540.

Labbas, Ferrouze. 2006. Fabrication directe de pièces en acier à outil par frittage laser, MINES-ParisTech, 2006. Rapport de stage de Mastère.

Lampman, S. 1990. Wrought Titanium and Titanium Alloys. [auteur du livre] Joseph R. Davis, et al. ASM Handbook – Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials. 10ème, ASM International, 1990, Vol. 2, pp. 592–633.

Larousse. 2013. Dictionnaire en ligne Larousse. [En ligne] 2013. http://www.larousse.fr/dictionnaires/français/atomisation/6136.

Le Falher, Erwan. 2009. Caractérisation microstructurale et mécanique de pièces en AlSi10Mg fabriquées par fusion laser, MINES-ParisTech, 2009. Rapport de stage de Mastère.

Lee, Y. T. et Welsch, G. 1990. Young's Modulus and Damping of Ti-6Al-4V Alloy as a Function of Heat Treatment and Oxygen Concentration. Materials Science and Engineering, A. 1990, 128, pp. 77–89.

Levy, Gideon N., Schindel, Ralf et Kruth, Jean Pierre. 2003. Rapid Manufacturing and Rapid Tooling with Layer Manufacturing (LM) technologies, state of the art and future perspectives. CIRP Annals - Manufacturing Technology. 2003, Vol. 52, 2, pp. 589–609.

Li, J. et Wang, H. M. 2010. Microstructure and mechanical properties of rapide directionally solidified Ni-bas superalloy René 41 by laser melting deposition manudacturing. Materials Science and Engineering A. 2010, Vol. 527, pp. 4823–4829.

Li, Ruidi, et al. 2012. Balling behavior of stainless steel and nickel powder during selective laser melting process. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. 2012, Vol. 59, 9-12, pp. 1025–1035.

Liao, Y. S., Chiu, L. C. et Chiu, Y. Y. 2003. A new approach of online waste removal process for laminated object manufacturing (LOM). Journal of Materials Processing Technology. 2003, Vol. 140, 1–3, pp. 136–140.

Longuet, Arnaud. 2010. Modélisation du procédé de projection laser – Application au TI-6Al-4V, MINES-ParisTech, 2010. Thèse.

Lours, Philippe. 2009. Superalloys. Cours à l'École des Mines D'Albi Carmaux - Option Matériaux pour l'aéronautique et le spatial. 2009.

Maisonneuve, Julie. 2008. Fabrication directe de pièces aéronautiques en TA6V et IN718 : projection et fusion sélective par laser, MINES-ParisTech, 2008. Thèse.

Marcos, Daniel. 2016. Développement de MOULes INNOVants à hautes performances pour l'injection de matières plastiques fabriqués par Selective Laser Melting (SLM), MINES-ParisTech, 2016. Thèse.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Marion, Guillaume. 2016. Modélisation de procédés de fabrication directe de pièces aéronautiques et spatiales en TA6V par projection et fusion sélective d'un lit de poudre par laser : Approche thermique, métallurgique et mécanique, MINES-ParisTech, 2016. Thèse.

Masmoudi, Amal, Bolot, Rodolphe et Coddet, Christian. 2015. Modelling of the laser-powder-atmosphere interaction zone during the selective laser melting process. Récents Progrès en Génie des Procédés. 2015, 107, pp. 4.6-1–4.6-9.

Masounave, Jacques, Hamel, François G. et Bathias, Claude. 1987. Nouveaux matériaux métalliques et nouveaux procédés de fabrication, Conseil national de recherches Canada, 1987.

Materialise. 2014. Materialise Introduces New Release of Magics. Feel the Power of Improved Efficiency with Magics19. materialise.com. [En ligne] 21 Octobre 2014. [Citation : 10 Décembre 2014.] www.materialise.com/press/materialisei-ntroduces-new-release-of-magics-feel-the-power-of-improved-efficiency-with.

Metal Powder Report. 2014. Launch of 3D printer for making jewellery. Metal Powder Report. Novembre-Décembre 2014, Vol. 69, 6, p. 42.

Michaud, Pierre. 2014. Application de la fabrication additive dans le spatial. Les enjeux de la Fabrication Additive directe dans les secteurs aéronautique et spatial. [Présentation Journée thématique de la Commission Matériaux de 3AF]. 30 Octobre 2014.

Moll, J. H. et Yolton, C. F. 1998. Production of Titanium Powder. [auteur du livre] Peter W. Lee, et al. ASM Handbook – Powder metal technologies and applications, ASM International, 1998, Vol. 7, pp. 160–166.

Mons, Claude. 1996. Traitements thermiques des superalliages. Techniques de l'ingénieur. 1996, Vol. M 1 165.

Moylan, Shawn, et al. 2014. An additive Manufacturing Test Artifact. Journal of Research of the National Onstitue of Standards and Technology. 2014, Vol. 119, pp. 429–459.

Niu, H. J. et Chang, I. T. 1999. Instability of scan tracks of selective laser sintering of high speed steel powder. Scripta Materialia. 1999, Vol. 41, 11, pp. 1229–1234.

OhmEye1. 2012. Hyperboloid Timelapse 2012. YouTube. [En ligne] 22 Décembre 2012. [Citation : 5 Décembre 2014.] https://www.youtube.com/watch?v=NzQF7SRU_1E.

Okunkova, Anna, et al. 2014. Experimental approbation of selective laser melting of powders by the use of non-Gaussian power density distributors. Physics Procedia. 2014, 56, pp. 48–57.

Orecchia, David. 2008. Approche de procédés innovants de fabrication rapide par laser de pièces en TA6V, IN718 et en composites à matrice métallique du type TA6V/TiB et TA6V/TiC, pour l'industrie aéronautique, MINES-ParisTech, 2008. Rapport de stage de Mastère.

Pajani, Dominique et Audaire, Luc. 2013. Thermographie - Technologies et applications. Techniques de l'ingénieur. 2013, R 2741v2.

Pajani, Dominique. 2013. Thermographie - Principes et mesure. Techniques de l'ingénieur. 2013, R 2 740v2.

Pattison, J., et al. 2007. Cold gas dynamic manufacturing: A non-thermal approach to freeform fabrication. International Journal of Machine Tools & Manufacture. 2007, Vol. 47, pp. 627–634.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Pavlov, M., Doubenskaia, M. et Smurov, I. 2010. Pyrometric analysis of thermal processes in SLM technology. Physics Procedia. 2010, Vol. 5, pp. 523–531.

Petzoldt, Frank, et al. 2014. Advanced PM Processes for Medical Technologies. Journal of Korean Powder Metallurgy Institue. 2014, Vol. 21, 1.

Phoenix DeVentures. 2012. The Benefits of DMLS – Why Use Selective Laser Sintering. [En ligne] 2012. [Citation : 18 Décembre 2014.] http://phoenixdeventures.com/uncategorized/test/.

Pirard, Eric. 2001. Granulométrie et Morphométrie des matériaux granulaires en laboratoire. Revue de l'Industrie Minérale : Les Techniques. 2001.

Ponche, Rémi. 2013. Méthodologie de conception pour la fabrication additive, application à la projection de poudres, École centrale de Nantes, 2013. Thèse.

Prior, Jorge M.V., Almeida, Iolanda et Loureiro, José M. 2013. Prediction of the packing porosity of mixtures of spherical and non-spherical particles with a geometric model. Powder Technology. 2013, Vol. 249, pp. 482–496.

Puente, Gérard et François, Philippe. 2011. Métallurgie des poudres appliquée aux pièces mécaniques. Techniques de l'ingénieur. 2011, Vol. M3400.

Qian, Tingting, et al. 2014. Microstructure of TA2/TA15 graded structural material by laser additive manufacturing process. Transactions of Nonferrous Metals Society of China. 2014, 24, pp. 2729–2736.

Rancic, Mickael. 2012. Étude des mécanismes de déformation et de transformations métallurgiques en souscouche et sur la surface usinée lors du tournage du Ti-6Al-4V avec un outil en carbure cémenté WC-Co non revêtu, Arts et Métiers ParisTech, 2012. Thèse.

Ratna, Vivek et Sarma, D. S. 1993. Influence of thermal fatigue on the microstructure of a Ni-bas superalloy. Scripta Metallurgica et Materialia. 1993, Vol. 29, pp. 467–472.

Reed, Roger C. 2006. The Superalloys. 2006.

Renishaw S.A.S. 2012. Brochure : La puissance de la fabrication additive. Site Web Renishaw. [En ligne] 2012. resources.renishaw.com/fr/details/bricure-la-puissance-de-la-fabrication-additive--41033.

Ridha, Adil. 2008. Transfert de Chaleur et de Masse. Cours à l'Université de Caen. 2008.

Rombouts, M., et al. 2006. Fundamentals of Selective Laser Melting of alloyed steel powders. CIRP Annals - Manufacturing Technology. 2006, Vol. 55, 1, pp. 187–192.

Royer, Frédéric. 2014. Fonctionnement et singularités du procédé de fusion laser sélective. Illustration par application à deux superalliages à base nickel et considérations énergétiques, MINES-ParisTech, 2014. Thèse.

Santos, Edson Costa, et al. 2006. Rapid manufacturing of metal components by laser forming. International Journal of Machine Tools & Manufacture. 2006, Vol. 46, pp. 1459–1468.

Séraphin, L. 1965. Réponse des alliages de titane aux traitements thermiques. Mémoires scientifiques Revue de métallurgie. Avril 1965, Vol. LXII, 4, pp. 291–304.

Shaker-Hermier, Emmanuelle. 2015. Fabrication d'implants osseux biocéramiques par fusion laser, MINES-ParisTech, 2015. Thèse.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Shen, Chia Chieh et Wang, Chung Min. 2014. Effect of hydrogen loading and type of titanium hydride on grain refinement and mechanical properties of Ti-6Al-4V. Journal of Alloys and Compounds. 2014, 601, pp. 274–279.

Simchi, A. et Pohl, H. 2003. Effects of laser sintering processing parameters on the microstructure and densification of iron powder. Materials and Engineering. 2003, Vol. A359, pp. 119–128.

Sims, Chester T. et Hagel, William C. 1972. The Superalloys. 1972.

Sims, Chester T., Stoloff, Norman S. et Hagel, William C. 1987. Superalloys II. 1987.

Singh, Gaurav, et al. 2013. Effect of hydrogen charging on tensile properties of B-modified Ti-6Al-4V. Material Science & Engineering A. 2013, 576, pp. 326–336.

Singh, P. N. et Singh, Vakil. 1996. Influence of ageing treatment on work hardening behaviour of Ni-base superalloy. Scripta Materialia. 1996, Vol. 34, pp. 1861–1865.

Special Metals Corporation. 2004. Nimonic® alloy 263. Fiche Matériau. 2004.

Special Metals Corporation. 2013. Inconel® alloy 625. Fiche Matériau. 2013.

Stichel, Thomas, et al. 2014. Simultaneous Laser Beam Melting of Multi-Material Polymer Parts. Présentation à la conférence ICALEO 2014. Octobre 2014.

Stoloff, N. S. 1990. Wrought and P/M Superalloys. [auteur du livre] Joseph R. Davis, et al. ASM Handbook – Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys. 10ème, ASM International, 1990, Vol. 1, pp. 950–977.

Taubenblat, Pierre W. 1998. Chemical and Electrolytic Methods of Powder Production. [auteur du livre] Peter W. Lee, et al. ASM Handbook – Powder metal technologies and applications, ASM International, 1998, Vol. 7, pp. 67–71.

Tejero, Ricardo, Anitua, Eduardo et Orive, Gorka. 2014. Toward the iomimetic implant surface: Biopolymers on titanium-based implants for bone regeneration. Progress in Polymer Science. 2014, 39, pp. 1406–1447.

Toensmeier, Pat et Ng, William. 2014. 'Substrative' Industries Are COming to Terms with Additive Manufacturing - ThomasNet News. [En ligne] 25 Novembre 2014. [Citation : 18 Décembre 2014.] http://news.thomasnet.com/imt/2014/11/25/hybrid-manufacturing-gives-am-a-needed-output-boost.

Tolochko, Nikolay K., et al. 2003. Mechanisms of selective laser sintering and heat transfer in Ti powder. Rapid Prototyping Journal. 2003, Vol. 9, 5, pp. 314–326.

TWI Ltd. 2014. Selective Laser Melting SLM at TWI. [En ligne] 2014. [Citation : 18 Décembre 2014.] http://www.twi-global.com/technologies/welding-surface-engineering-and-material-processing/additive-manufacturing/selective-laser-melting/.

Vandenbroucke, B. et Kruth, J. P. 2007. Selective laser melting of biocompatible metals for rapid manufacturing of medical parts. Rapid Prototyping Journal. 2007, Vol. 13, 4, pp. 196–203.

Verhaeghe, F., et al. 2009. A pragmatic model for selective laser melting with evaporation. Acta Materialia. 2009, Vol. 57, pp. 6006–6012.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Vilaro, Thomas, Colin, Christophe et Bartout, Jean-Dominique. 2011. As-Fabricated and Heat-Treated Microstructures of the Ti-6Al-4V Alloy Processed by Selective Laser Melting. Metallurgical and Materials transactions A. 2011, Vol. 42, 10, pp. 3190–3199.

Vilaro, Thomas. 2011. Fabrication directe de pièces aéronautiques et spatiales en Nimonic 263 et A360 par le procédé de fusion sélective par laser : approche thermique, microstructurale et mécanique, MINES-ParisTech, 2011. Thèse. .

Vinson, Pierre et Colin, Christophe. 2012. FALAFEL - L2.4.1 - Détail de la procédure de recyclage à appliquer en SLM_v6. Livrable FALAFEL. 23 03 2012.

Vrancken, Bey, et al. 2012. Heat treatment of Ti6Al4V produced by Selective Laser Melting: Microstructure and mechanical properties. Journal of Alloys and Compounds. 2012, 541, pp. 177–185.

Wang, W. Z., et al. 2009. Influence of γ' and grain boundary carbide on tensile fracture behaviors of Nimonic 263. Materials Science and Engineering A. 2009, Vol. 523, pp. 242–245.

Wood, R. A. et Favor, R. J. 1972. Titanium Alloys Handbook. [éd.] Metals and Ceramics Information Center. 1972.

Xu, W., et al. 2015. Additive manufacturing of strong and ductile Ti-6Al-4V by selective laser melting via in situ martensite decomposition. Acta Materialia. 2015, Vol. 85, pp. 74–84.

Xu, Y. L., et al. 2007. Marangoni convection and weld shape variation in A-TIG welding process. Theoretical and Applied Fracture Mechanics. 2007, Vol. 48, pp. 178–186.

Yadroitsev, I. et Smurov, I. 2010. Selective laser melting technology: from the single laser melted track stability to 3D parts of complex shape. Physics Procedia. 2010, 5, pp. 551–560.

Yadroitsev, I., Bertand, Ph. et Smurov, I. 2007. Parametric analysis of the selective laser melting process. Applied Surface Science. 2007, Vol. 253, pp. 8064–8069.

Yadroitsev, I., et al. 2007. Strategy of manufacturing components with designed internal structure by selective laser melting of metallic powder. Applied Surface Science. 2007, 254, pp. 980–983.

Yadroitsev, I., et al. 2010. Single track formation in selective laser melting of metal powders. Journal of Materials Processing Technology. 2010, Vol. 210, pp. 1624–1631.

Yadroitsev, Igor. Selective laser melting – Direct manufacturing of 3D-objects by selective laser melting of metal powders, Lambert Academic Publishing, 2009. Thèse.

Yan, M., et al. 2014. Review of effect of oxygen on room temperature ductility of titanium and titanium alloys. Powder Metallurgy. 2014, Vol. 57, 4, pp. 251–257.

Yan, Xue et Gu, P. 1996. A review of rapid prototyping technologies and systems. Computer-Aided Design. 1996, Vol. 28, 4, pp. 307–318.

Yang, Li, et al. 2012. Compressive properties of Ti-6Al-4V auxetic mesh structures made by electron beam melting. Acta Materialia. 2012, 60, pp. 3370–3379.

Zhang, Baicheng, Liao, Hanlin et Coddet, Christian. 2013. Selective laser melting commercially pure Ti under vacuum. Vacuum. 2013, Vol. 95, pp. 25–29.

Zhang, W. J., Reddy, B. V. et Deevi, S. C. 2001. Physical properties of TiAl-base alloys. Scripta Materialia. 2001, Vol. 45, pp. 645–651.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Zhao, J. C. et Henry, Michael F. 2002. The Thermodynamic Prediction of Phase Stability in Multicomponent Superalloys. JOM. 2002, Vol. 54, pp. 37–41.

Zhao, J. C., Ravikumar, V. et Beltran, A. M. 2001. Phase Precipitation and Phase Stability in Nimonic 263. Matellurgical and Materials Transactions A. 2001, Vol. 32A, pp. 1271–1282.

Zocca, Andrea, et al. 2014. Powder-Bed Stabilization for Powder-Based Additive Manufacturing. Advances in Mechanical Engineering. 2014, Vol. 2014.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Annexe A Observation du lit de poudre en un point fixe

Résumé :

Un système de visualisation des fabrications SLM par caméra rapide a été mis en place afin de visualiser la surface de fabrication au cours du lasage. Ce système se base sur une visualisation du plateau de fabrication par le dessus en utilisant le système Cavilux.

Cette annexe décrit le montage expérimental et montre qu'il est possible d'observer les particules projetées hors du bain liquide et de visualiser leur trajectoire et leur vitesse d'éjection. L'éjection des particules peut se faire dans toutes les directions et les vitesses vont de la centaine de millimètres par seconde à plus d'un mètre par seconde. Toutefois, une nouvelle méthode de dépouillement des films serait à mettre en œuvre pour pouvoir traiter un plus grand nombre de particules et obtenir une analyse quantitative du phénomène.

Sommaire :

A.1 Présentation du moyen A-2
A.2 Observation de fabrications A-4
A.2.1 Observations générales A-4
A.2.2 Particularités observables sur les films A-9
A.3 Conclusion de l'annexe A-10

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Le Chapitre VI présentait un moyen de visualisation de la surface de fabrication pour le procédé SLM utilisant une caméra thermique montée coaxialement au faisceau laser. Les avantages et inconvénients d'un tel système sont décrits dans ledit chapitre, et il y est précisé qu'un système coaxial utilisant une caméra thermique n'est pas adapté pour le suivi des particules projetées hors du bain liquide sur la totalité (ou du moins sur une grande partie) de leur trajectoire. Un système de visualisation en un point fixe a été mis en place sur la machine SLM Phénix PM100 du Centre des Matériaux à l'aide d'une caméra rapide. Cette annexe décrit le montage expérimental et les premières analyses qualitatives qu'il est possible de mener sur les films obtenus.

A.1 Présentation du moyen

Afin d'observer le bain de fusion à la surface du plateau de fabrication de la machine SLM au cours du balayage, le Centre des Matériaux a développé une chambre de fabrication présentée en Figure A-1. Cette chambre de fabrication se visse sur un substrat usiné spécialement, lui-même monté sur le piston de fabrication (la chambre se trouve donc dans l'enceinte de fabrication de la machine, cf. Figure A-2). Dans le cas d'un lasage sur lit de poudre, il convient bien entendu de monter le système après l'étalement de la couche de poudre sur le substrat usiné. Cette chambre permet entre autre de travailler sous d'autres atmosphères que l'air ou que l'argon pour lequel est conçue l'enceinte de fabrication de la machine SLM.

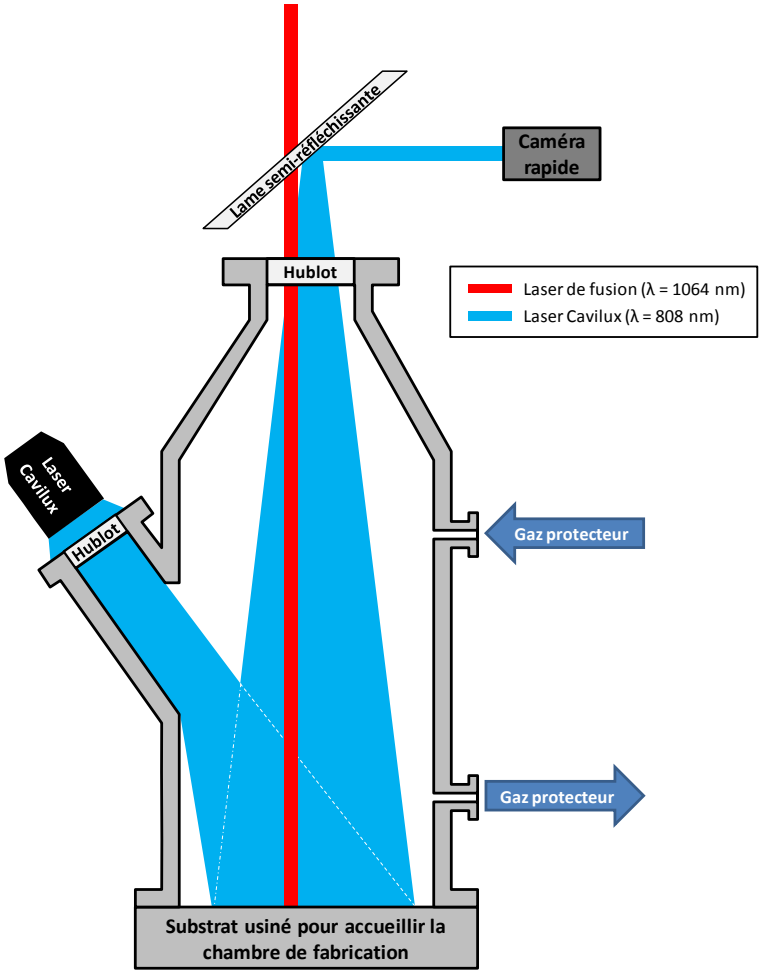


Figure A-1 : Présentation de l'enceinte de fabrication et du système Cavilux

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

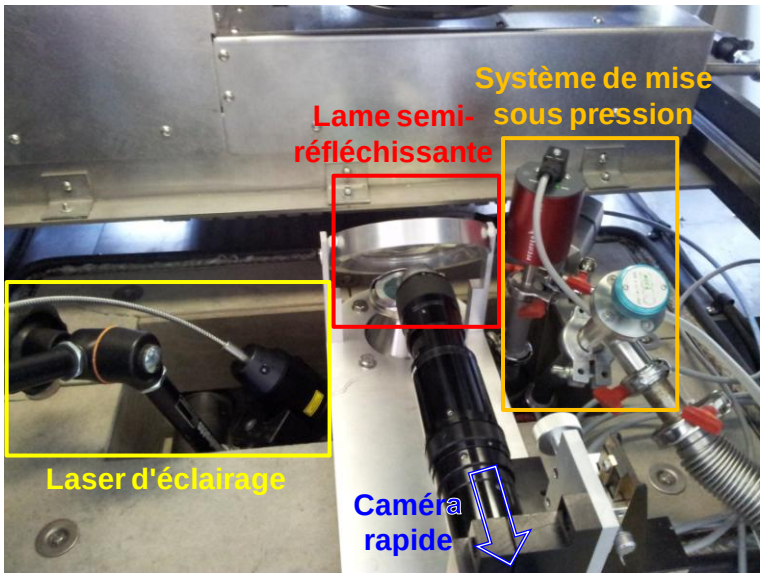


Figure A-2 : Intégration de la chambre dans l'enceinte de fabrication de la machine Phénix PM100

La lame semi-réfléchissante montée au dessus du hublot central de la chambre est transparente à la longueur d'onde λ = 1 064 nm et réfléchissante à λ = 808 nm. Elle permet à une caméra travaillant dans le domaine du visible d'observer par le dessus la surface du plateau de fabrication sans gêner le balayage du faisceau laser. La caméra utilisée ici est une Fastcam MC2 10K de marque Photron. De par le montage expérimental, elle n'observe qu'une portion fixe du plateau de fabrication (qu'il est néanmoins possible de régler avant acquisition). Ce type de visualisation a été choisi préférentiellement à la solution coaxiale mise en œuvre dans le Chapitre VI car il permet de visualiser les projections hors du bain liquide au cours du temps (ces projections, qui s'apparentent à de l'atomisation, sont abordées dans le Chapitre IV et dans le Chapitre VI). D'autre part, le choix d'une caméra travaillant dans le visible permet de suivre les particules projetées même après qu'elles aient refroidi. En effet, il a été montré dans l'étude thermique du procédé SLM que les projections hors du bain liquide peuvent disparaître entre deux images des films du fait de leur trop rapide refroidissement (leur température étant alors trop faible pour qu'elles soient détectées par la caméra thermique). De plus, le fait que le champ observé par la caméra ne soit pas assujetti à la position du spot laser fait qu'une plus grande portion de la trajectoire des particules projetées est observable. Précisons également que placer une caméra travaillant dans le visible en amont de la tête scanner n'est pas un choix judicieux dans le sens où les optiques de la machine PM100 sont adaptées à la longueur d'onde du laser (à savoir λ = 1064 nm) rendant impossible l'utilisation du principe de retour inverse de la lumière au travers de la lentille F-Theta-Ronar et de la tête scanner.

Rajoutons qu'utiliser uniquement une caméra travaillant dans le visible ne permet pas d'acquérir d'images satisfaisantes de la fabrication. En effet, du fait du passage du faisceau laser, le lit de poudre chauffe, fond et se solidifie, émettant de la lumière lors de son élévation en température. C'est cette lumière qui est récupérée sur une plage de longueur d'onde par la caméra thermique présentée au Chapitre VI. Toutefois, une observation sur la plage du visible entraîne un fort éblouissement du fait du rayonnement du bain et de l'obscurité de la chambre de fabrication. Il n'est alors pas possible d'observer avec la netteté qui convient les projections hors du bain ou la surface du plateau de fabrication (cf. Figure A-3). De plus, le manque d'éclairage dans l'enceinte de fabrication rend impossible la visualisation de la surface du lit de poudre. Cela serait aussi le cas si l'on travaillait

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

sans la chambre de fabrication en montant le système de renvoi d'angle et la caméra au dessus du hublot de l'enceinte de la machine. Il est alors nécessaire de travailler avec un éclairage externe.

La chambre de fabrication a donc été conçue avec un hublot latéral afin de permettre l'utilisation d'un équipement de mesure. Dans le cas présent, ce hublot sert à l'utilisation d'un éclairage d'appoint (cf. Figure A-1). Il s'agit du système Cavilux constitué d'un laser d'éclairage (à λ = 808 nm) synchronisé avec la caméra rapide. Pour chaque image, le laser d'éclairage va illuminer un bref instant la surface du bac de fabrication à la manière d'un flash d'appareil photo. Ainsi, il est possible d'obtenir un bien meilleur aperçu de la surface du bac de fabrication (cf. Figure A-1). Notons que du fait qu'il faille visser la chambre de fabrication sur le substrat, il n'est pas possible d'utiliser ce montage pour suivre des fabrications sur plusieurs couches car la chambre obstrue le passage du rouleau destiné à étaler la poudre.

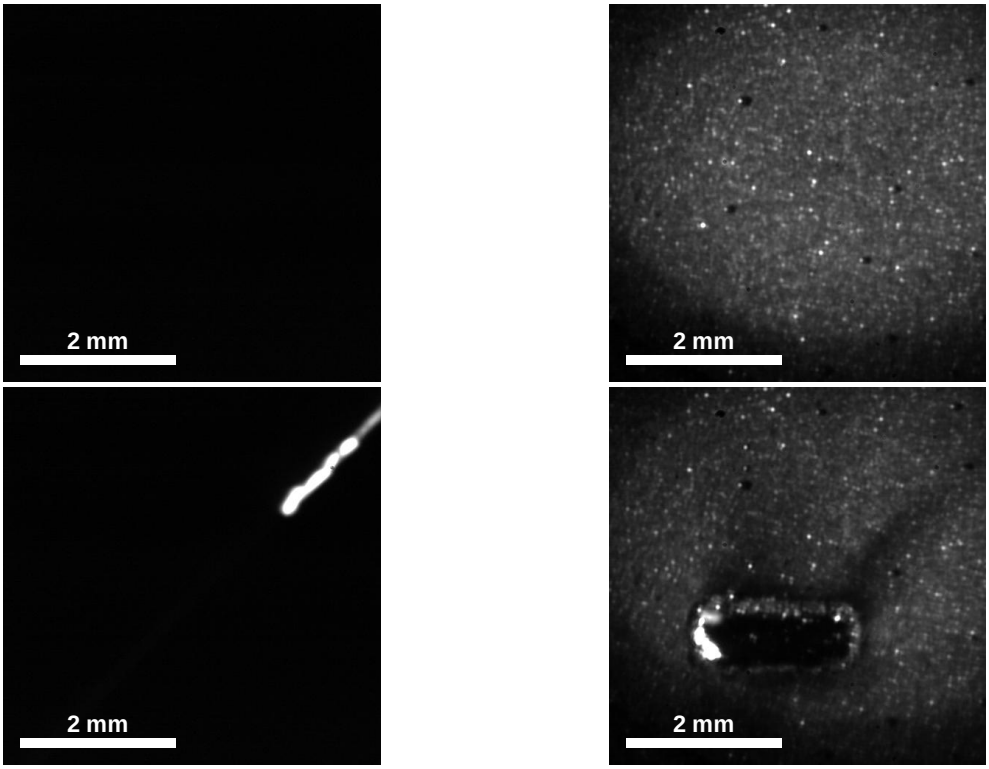


Figure A-3 : Observation du lit de poudre avant (en haut) et pendant (en bas) le lasage, sans (à gauche) et avec (à droite) le système Cavilux

A.2 Observation de fabrications

A.2.1 Observations générales

Le système Cavilux allié à une caméra rapide et à la chambre de fabrication a donc été utilisé pour suivre des fabrications qui seront présentée dans cette section. Les films ont été acquis à la fréquence f = 2 000 Hz. Le système d'éclairage synchrone peut quant à lui monter jusqu'à une fréquence de 10 kHz, ce qui le rend compatible avec une caméra plus rapide. Comme dans le Chapitre VI, on utilisera la notation P50V200 pour parler d'un lasage à une puissance laser P = 50 W et une vitesse de balayage V = 200 mm/s.

Il est difficile de rendre compte des films observés dans un rapport imprimé sur papier, mais un exemple est présenté en Figure A-4. On peut constater que malgré le bon état de surface du drap

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

lasé, de très nombreuses éjections de particules ont lieu. Au regard des films, on peut voir que ces projections ont lieu dans toutes les directions, tant vers l'arrière que vers l'avant du bain, et tant vers la droite du cordon en cours de lasage (vers les cordons déjà consolidés) que vers sa gauche (vers le lit de poudre qui n'a pas encore été fusionné). On note également que les vitesses d'éjection des particules semblent être assez variées ; certaines se déplacent suffisamment rapidement pour être hors champ au bout de quelques *frames*, d'autres sont assez lentes pour être observables sur plusieurs dizaines d'images consécutives. Certaines particules peuvent afficher une traînée claire qui résulte de leur déplacement durant le temps d'intégration de la caméra (à l'image de quelqu'un qui bouge trop vite lorsqu'on le prend en photo). On note enfin que beaucoup plus de particules semblent être observées que lors des acquisitions thermiques. Cela vient du fait que, comme dit précédemment, les particules ne sont plus observables en thermique après avoir suffisamment refroidi. Rappelons de plus que les images sont acquises ici à une fréquence plus de deux fois supérieure à celle qui avait été utilisée dans l'étude thermique (à savoir f = 950 Hz, cf. Chapitre VI) et que le champ observé par la caméra est plus large.

Par ailleurs, on constate qu'à partir du moment où elles sont détectables, les particules semblent déjà rondes (ou plutôt sphériques). Ce sont les phénomènes de tension de surface qui font que la matière liquide, une fois en vol ou en suspension dans l'atmosphère, va très vite se mettre sous forme de sphère, à l'image de ce qui se passe durant l'atomisation d'une poudre (cf. Chapitre III). De plus, une fois la forme sphérique obtenue, on n'observe pas de déformation sévère des projections (alors qu'elles sont soumises à un frottement de l'atmosphère sur leur surface et à la gravité). Cela peut s'expliquer :

- soit par le fait que la goutte est encore liquide mais que les forces de tension de surface sont suffisamment importantes pour maintenir la forme sphérique ;
- soit par le fait, beaucoup plus probable, que la particule projetée s'est déjà solidifiée à partir de sa surface et que le frottement de l'atmosphère de la chambre de fabrication et la gravité ne sont pas assez importants pour la déformer.

On peut regretter un manque de résolution sur les images pour étudier plus en détails une éventuelle évolution de la forme des particules ou même estimer précisément leur diamètre. Toutefois, il apparaît clairement que les particules observées présentent un diamètre bien plus important que les particules du lit de poudre (visibles en arrière-plan) qui sont difficilement distinguables. Cette observation est en accord avec les conclusions de l'étude du recyclage sur les grosses particules retrouvées lors du tamisage du cendrier et du bac de fabrication (cf. Chapitre IV).

Il est important de préciser que les particules sont observées par le dessus, ce qui fait que leurs vitesses observées sur les films ne sont que leurs vitesses dans le plan XY du plateau de fabrication, alors que les angles d'éjection des particules avec le plan du lit de poudre sont variés (cf. Figure IV-34, Figure VI-20 et Figure VI-21). Il est donc possible qu'une particule se déplaçant lentement puisse avoir été éjectée avec une vitesse initiale élevée, mais pratiquement à la verticale par rapport au plateau de fabrication (et donc avec une vitesse faible dans le plan XY). Il est envisageable de détecter ce cas de figure par plusieurs moyens. On pourrait envisager de suivre ou non la défocalisation de la particule lorsqu'elle s'éloigne trop du plateau de fabrication. Toutefois, la perte de mise au point qui deviendrait visible sur les bords de la particule n'est pas réellement observable en l'état du fait du manque de résolution de la caméra et de sa profondeur de champ. D'autre part, on pourrait envisager de repérer l'ombre portée de la particule sur le plateau de fabrication. En effet, si la caméra observe le lit de poudre par le dessus, l'éclairage, lui, est incident, ce qui implique que l'ombre des particules est visible sur le plateau de fabrication. Toutefois, repérer l'ombre correspondant à la bonne particule et corréler son déplacement à la vitesse de la particule dans le plan XY relève de la gageure.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

L'observation de l'angle d'incidence des particules par rapport au plan du lit de poudre pourrait toutefois se faire par l'utilisation d'une caméra déportée (par exemple en inversant les positions respectives du laser Cavilux et de la caméra rapide sur le montage expérimental).

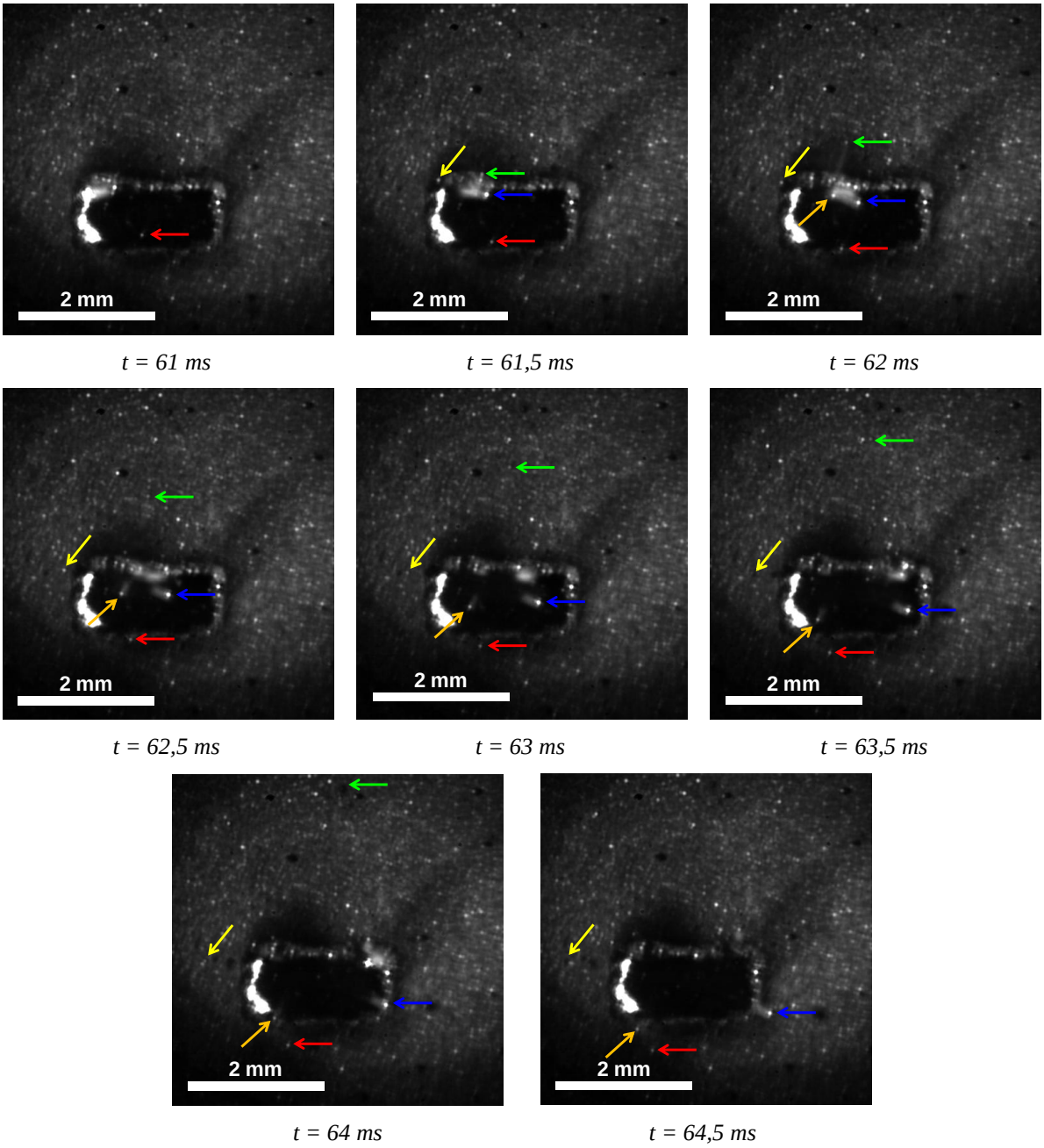


Figure A-4 : Lasage d'un lit de poudre de TA6V (d_{90} = 27 µm) à P155V520 (condition stable), présentant de nombreuses éjections de particules (5 d'entre elles sont fléchées pour faciliter leur visualisation) dont certaines ont déjà atterri à la surface du lit de poudre

Enfin, on constate sur les films qu'il apparaît un flou et des ombres, parfois assez denses, en arrière-plan. Ceci s'explique d'une part par l'évaporation de matière lors du lasage, ce qui implique la génération de fumées (cf. Chapitre VI) qui ne sont pas évacuées par le système de la machine PM100 car la chambre de fabrication utilisée pour le Cavilux n'est pas compatible. D'autre part, le flou est engendré par l'échauffement de l'atmosphère de la chambre au voisinage du spot laser. En effet, à cause de son élévation en température, l'atmosphère (argon) va voir son indice de réfraction changer ;

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

et allié aux phénomènes de convection au sein du gaz, ce changement d'indice entraîne des images moins nettes.

Dans le cas d'un lasage sur substrat massif à la même paramétrie (P155V520), on ne constate aucune éjection de particule (cf. Figure A-5), ce qui est logique car les projections sont engendrées par la détente brutale du gaz initialement contenu dans le lit de poudre qui se retrouve piégé dans le bain liquide après fusion des particules (cf. Figure VI-19).

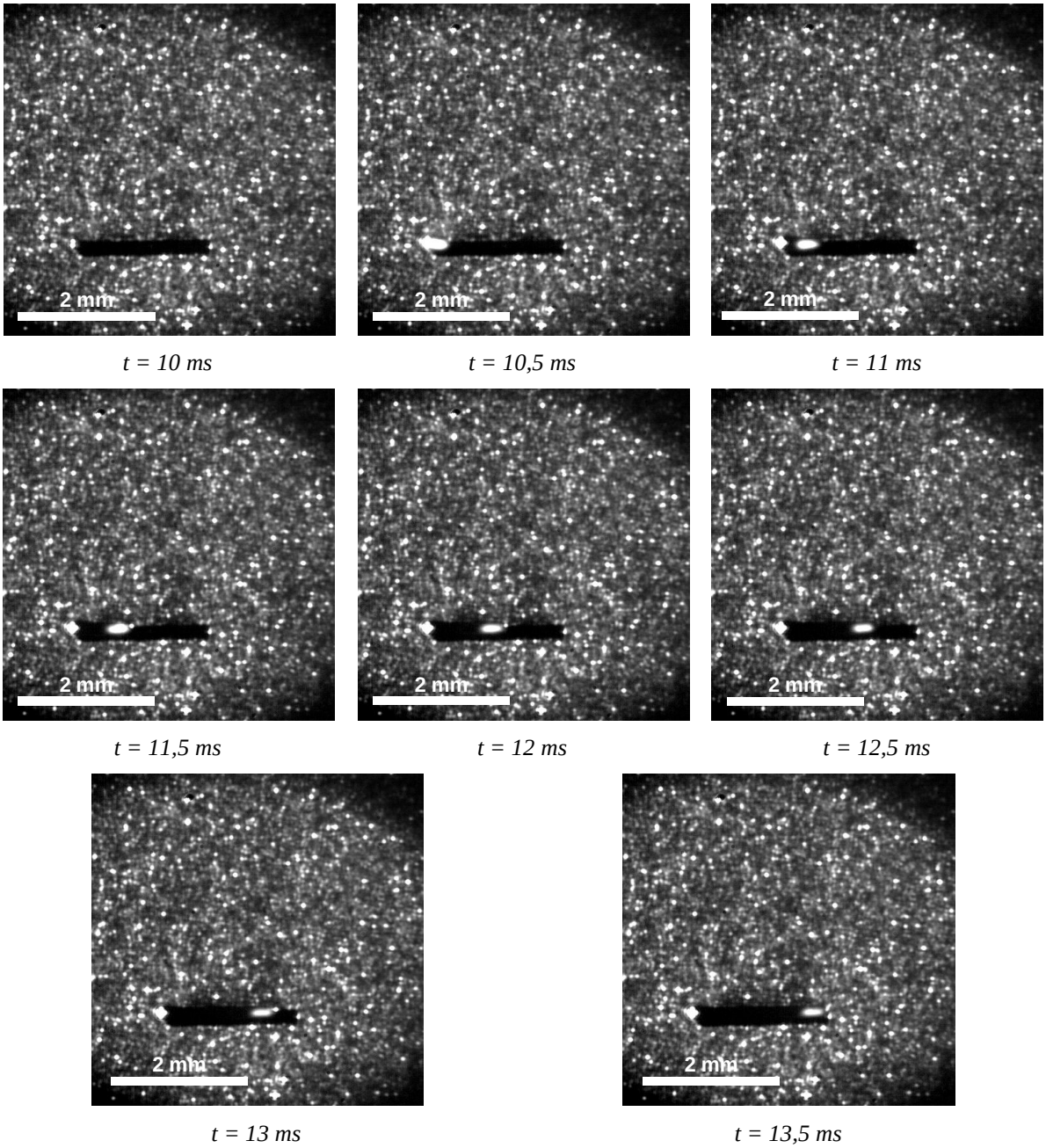


Figure A-5 : Lasage d'un substrat massif sablé de TA6V à P155V520 (condition stable), ne présentant pas d'éjection de particule

Lorsque l'énergie linéique apportée à la poudre (cf. Eq VI-15) diminue, les cordons deviennent instables, ce qui résulte en de moins bons états de surface à cause des instabilités de Rayleigh pouvant

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

aller jusqu'au balling (cf. Figure A-6). L'examen des films a montré que malgré cette plus faible énergie linéique, les particules sont toujours projetées dans différentes directions et à des vitesses différentes. Le manque de résolution des images ne permet pas de mener une étude statistique sur le diamètre des particules.

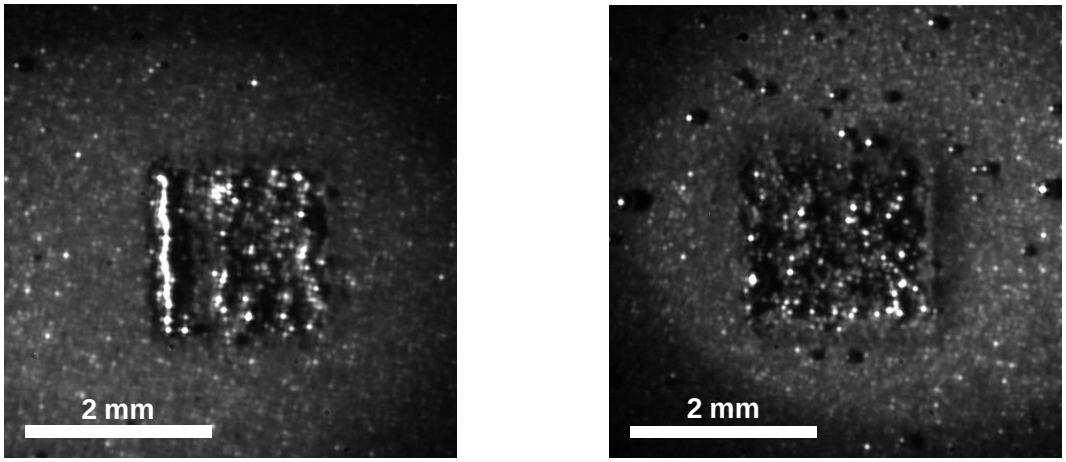


Figure A-6 : Mauvais états de surface d'un lit de poudre de TA6V (d_{90} = 27 µm) à P155V1800 (condition instable) et ayant généré de nombreuses projections

Les observations qui ont été faites sur ces films sont majoritairement qualitatives du fait qu'il n'a pas été possible d'obtenir un traitement automatique des films comme cela avait pu être le cas de celui de l'étude thermique présenté en section VI.1.2. En effet, les particules sont visibles sur les films grâce à leur mouvement, mais le mauvais contraste entre elles, le lit de poudre à l'arrière-plan et les cordons solidifiés rend leur détection impossible par seuillage (comme c'était le cas pour l'étude thermique). Une tentative de suivi des particules par corrélation d'images a été tentée mais n'a pas abouti du fait de ce mauvais contraste, de l'évolution de la mise au point et de la présence des fumées (qui entraînent un éclairage inhomogène entre les images). Toutefois, la position de certaines particules (choisies arbitrairement parmi celles suffisamment détectables sur les films et présentant des trajectoires rectilignes) peut être relevée "à la main" sur plusieurs images. Il est ainsi possible d'avoir les angles et la vitesse d'éjection d'un petit nombre de particules (cf. Figure A-7). On constate que les vitesses d'éjection (dans le plan XY, rappelons-le) vont de moins de 200 mm/s à plus de 1 500 mm/s pour un lasage à P155V250, ce qui correspond à des vitesses tantôt inférieures, tantôt supérieures à la vitesse de déplacement du laser. Comme il a été dit dans le Chapitre VI, ces ordres de grandeurs ont aussi été observés par Furumoto et al. (Furumoto, Alkahari, Ueda, Aziz, & Hosokawa, 2012).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

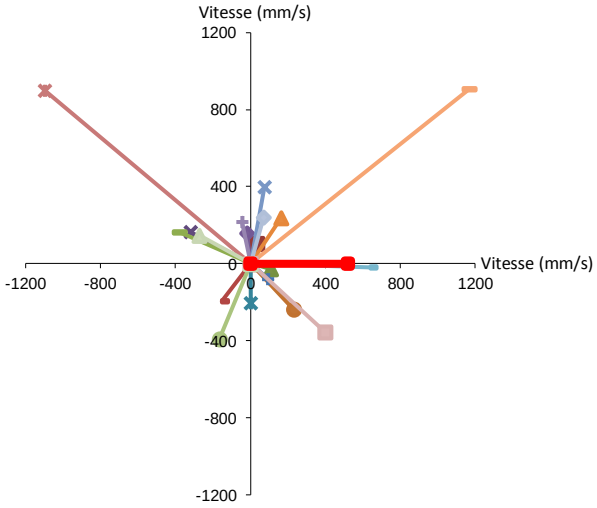


Figure A-7 : Angles et vitesses d'éjections de 20 particules projetées lors du lasage d'un lit de poudre de TA6V à P155V250 (le segment rouge représente le balayage du laser)

A.2.2 Particularités observables sur les films

L'observation des films, si elle ne permet pas de mener une étude quantitative convenable, permet d'avoir des éléments qualitatifs quant aux projections générées lors du lasage. On peut par exemple observer que certaines particules peuvent subitement changer de trajectoire en plein vol, et même être accélérées. Cela pourrait s'expliquer par une collision entre deux particules en vol, mais l'examen des films ne révèle aucune autre particule clairement discernable (il se pourrait cependant qu'elle soit trop petite pour être visible). Toutefois, ces changements brusques de trajectoire n'apparaissent pas lors du lasage du cordon ayant généré la projection, mais lors du lasage des cordons suivants, notamment lorsque le laser se rapproche de la particule en plein vol. Il est plus probable que ces déviations soient alors induites par des détentes du gaz de la chambre de fabrication du fait du laser plutôt que par une éventuelle collision.

On peut aussi observer un autre phénomène inattendu : si la majorité des particules impactant le lit de poudre ne se déplacent plus ensuite, on peut en observer qui rebondissent à sa surface. On peut aussi en observer d'autres qui avaient atterri à la surface du lit de poudre et qui sont à nouveau projetées lorsque le laser passe à leur voisinage. Ces observations ne peuvent malheureusement pas être représentées convenablement sur support papier compte tenu du manque de résolution des images et de la petitesse des particules éjectées (il est beaucoup plus difficile de visualiser les particules lorsqu'elles sont statiques).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

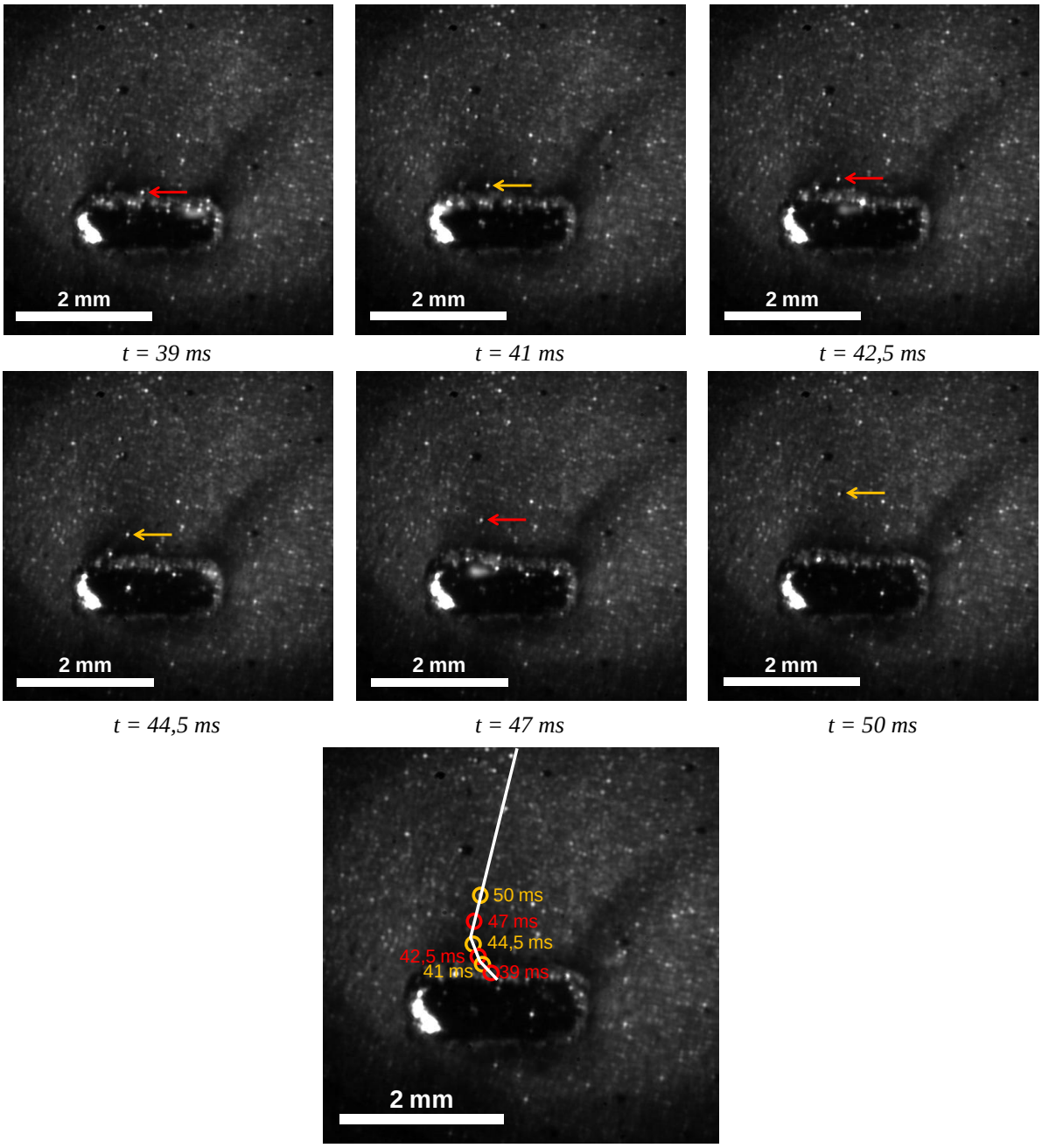


Figure A-8 : Changement de trajectoire d'une particule en plein vol (le chemin parcouru par la particule et ses positions sur les images présentées est indiquée sur la dernière image)

A.3 Conclusion de l'annexe

Le système présenté ici (éclairage Cavilux, caméra rapide et chambre de fabrication) permet d'observer le lasage d'une couche de poudre ou d'un substrat massif par SLM. L'utilisation d'une caméra travaillant dans le visible a permis d'observer les projections de matière hors du bain liquide au cours du lasage. Ces projections sont aussi observables à l'aide d'une caméra thermique, qu'elle soit déportée (Vilaro, 2011) ou coaxiale (cf. Chapitre VI), bien qu'une fois suffisamment refroidies, il ne soit plus possible de les détecter.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Il est possible d'effectuer une analyse qualitative de la vitesse et de l'angle d'éjection des particules par rapport à la trajectoire du laser. Une première estimation des vitesses montre qu'elles peuvent être assez variées (tant inférieures que supérieures à la vitesse de balayage du laser). Les particules semblent éjectées dans toutes les directions, mais une étude qualitative ou quantitative pourrait montrer si une éventuelle direction d'éjection préférentielle n'existe pas. Le fort nombre de particules éjectées à traiter impliquerait le développement d'une solution d'analyse automatique. Des essais ont été tentés dans ce sens, mais la mauvaise qualité des images (manque de résolution, mauvais contraste des images, mise au point changeante et ombres des fumées) n'a pas permis d'obtenir des résultats concluants.

Il pourrait également être intéressant de faire évoluer le système de visualisation d'une part en améliorant la résolution et la fréquence de la caméra, et d'autre part en adaptant l'enceinte de fabrication de la machine SLM afin de l'équiper d'un second hublot pour permettre l'utilisation du système Cavilux sans recourir à la chambre de fabrication. Cela permettrait d'obtenir une visualisation sur le dessus de fabrications sur plusieurs couches. Il pourrait également être intéressant d'utiliser ce système (avec une meilleure résolution et une fréquence d'acquisition plus haute) pour observer la refusion des particules projetées ayant adhéré sur les surfaces déjà lasées (et dont le comportement lors du passage du laser peut être varié, cf. section VI.5.2.4). Notons enfin que s'il n'est pas adapté à un réel monitoring du procédé (du fait qu'il n'est possible d'observer qu'une portion du plateau de fabrication), un tel système reste compatible avec le suivi thermique coaxial car les plages de longueur d'onde utilisées ne sont pas les mêmes. Il serait alors possible de coupler une étude thermique avec un suivi visuel de la fabrication, ce qui serait un plus pour la caractérisation de la signature thermique des défauts.

Bibliographie

Furumoto, T., Alkahari, M. R., Ueda, T., Aziz, M. S., & Hosokawa, A. (2012). Monitoring of laser consolidation process of metal powder with high speed video camera. *Physics Procedia, 39*, pp. 760–766.

Vilaro, T. (2011). *Fabrication directe de pièces aéronautiques et spatiales en Nimonic 263 et A360 par le procédé de fusion sélective par laser : approche thermique, microstructurale et mécanique*. MINES-ParisTech.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Annexe B FALAFEL - L2.4.1 - Détail de la procédure de recyclage à appliquer en SLM_v5

Résumé :

Livrable FALAFEL sur l'étude du recyclage de la poudre pour le procédé SLM

Sommaire :

Annexe B FALAFEL - L2.4.1 - Détail de la procédure de recyclage à appliquer en SLM_v5 ..... B-1

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Centre des Matériaux, Mines ParisTech
10 Rue Henry Desbrueres, BP 87 F-91003 Evry cedex

CENTRE DES MATERIAUX P.M FOURT	**FALAFEL**
Titre du document	**DÉTAIL DE LA PROCÉDURE DE RECYCLAGE À APPLIQUER EN SLM**
Emetteurs	**Pierre VINSON, Christophe COLIN**
Date	**23 Mars 2012**
Référence du document	

Ce document et / ou les documents l'accompagnant contiennent des informations qui peuvent être confidentielles et / ou juridiquement soumises au secret professionnel. Ces documents sont destinés à l'usage exclusif à titre personnel et confidentiel du destinataire identifié ci-dessous. Toute autre utilisation, reproduction, divulgation de ces informations reste soumise aux règles régissant ce projet.
This document and / or the documents accompanying it contain information, which may be confidential and / or legally privileged. The documents are intended only for the personal and confidential use of the address identified hereunder. Any other use, duplication, or disclosure of said information remains subject to project agreement.

LISTE DE DIFFUSION

Laëtitia KIRSCHNER – EADS	Stéphane ABED – POLY-SHAPE
Gilles SURDON – DASSAULT AVIATION	Ghislain MONTAVON – LERMPS
Philippe CORRE – EUROCOPTER	Lucas DEMBINSKI – LERMPS
Gérard SAUSSEREAU – MBDA	Sophie LAMY – LERMPS
Antoine DROUOT – MBDA	Christophe COLIN – ARMINES - CdM
Jean-François FROMENTIN – SNECMA	Pierre VINSON – ARMINES - CdM
Jean-François CASTAGNE – SNECMA	Toinou BLANC – ARMINES - CdM
Thomas VILARO – SNECMA	Jean-Dominique BARTOUT – ARMINES - CdM

Résumé

Ce document détaille la procédure de recyclage à mener sur la machine Trumpf LF250 pour le projet FUI9 FALAFEL. Les différentes valeurs à relever ainsi que leurs notations sont précisées.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

CENTRE DES MATERIAUX
P.M FOURT

ECOLE DES MINES DE PARIS –
ARMINES CENTRE
des MATERIAUX

Pierre-Marie FOURT
B.P. 87

91003 EVRY Cedex

Téléphone : (33) 01 60 76 30 00
Télécopieur : (33) 01 60 76 31 50

	Recherche contractuelle ☐	Date du document : 23 Mars 2012
	ARMINES [x]	N° document : 00476
	EPA ☐	CLASSIFICATION
	AUTRE ☐	Non classifié ☐
		Confidentiel industrie* [x]
	Nom du contractant : Pôle Compétitivité ASTECH Convention N° FUI F1004031 Z	Diffusion restreinte* ☐
	Date de signature : 8 Mars 2010	*Nombre d'exemplaires 16
		Liste de diffusion jointe

TITRE : « **Détail de la procédure de recyclage à appliquer en SLM** »

Rédigé par : Pierre VINSON	Approuvé par : Christophe COLIN
Date : 23 Mars 2012 Signature(s) :	Date : 23 Mars 2012 Signature(s) :

Nature du document — Nombre de pages ☐

Rapport d'avancement ☐ — Rapport annuel ☐ — Rapport final ☐

Mémoire de thèse ☐ — Publication ☐

Autre *Préciser* [x] — autorisation publication demandée le..... Accordée le.....

Résumé d'auteur(s) :

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Nota :

Ce document revient sur la procédure de recyclage qui a été détaillée dans le livrable du lot T2 du projet FALAFEL (L2-1-3_Procedure Recyclage Poudre_v3.pdf). Certaines notations concernant les différentes masses de poudre ont été ajoutées.

Un fichier Excel de saisie de données (Valeurs à relever lors de l'étude du recyclage en SLM _v5.xls) recensant les différentes valeurs à relever à chaque étape de la procédure de recyclage est fourni en complément de ce document.

Présentation de la procédure de recyclage :

L'étude du recyclage en SLM sera menée sur la machine LF250 de Trumpf et sur l'alliage TA6V (base titane).

Définition d'une séquence ou niveau de recyclage et définition d'un cycle :

L'objet de cette étude est d'étudier l'évolution des propriétés mécaniques de pièces (éprouvettes) fabriquées selon deux sens de construction (sens long SL parallèle au substrat et sens transverse ST perpendiculaire au substrat) avec de la poudre recyclée. Pour cela, plusieurs pièces (éprouvettes) seront réalisées, avec de la poudre de plus en plus recyclée, c'est-à-dire de la poudre ayant été récupérée après de plus en plus de passages dans la machine SLM. Les fabrications sont réparties en différentes séquences (A, B, C, D et E), chacune correspondant à un niveau de recyclage de la poudre (poudre neuve en séquence A, poudre ayant été utilisée une fois en séquence B, etc.). Chaque séquence comporte un à plusieurs cycles (A1, A2, B1, etc.) qui correspondent chacun à une fabrication d'éprouvettes de traction ou de tubes à section carrée. L'agencement des différents cycles est donné en figure 1.

Construction par cycle :

Afin d'assurer un meilleur suivi des résultats, toutes les fabrications seront effectuées avec le même jeu de paramètres opératoires (tous cycles et toutes séquences confondues), seules les géométries des constructions pourront en partie changer. De même, toutes les fabrications présenteront un même volume de matière fondue, ainsi qu'une même hauteur de construction. Cependant, leur surface enveloppe (surface extérieure de la pièce, en contact avec le lit de poudre non fondue) évoluera au cours des cycles d'une même séquence. Les géométries des constructions sont données en annexe.

Nettoyage entre deux séquences :

Chaque séquence devra être réalisée complètement en une fois, c'est-à-dire sans changement de composition de poudre entre deux cycles d'une même séquence. Il sera possible toutefois de mettre en suspens l'étude du recyclage entre deux séquences, à condition de bien nettoyer le système d'alimentation en poudre afin d'éviter toute contamination d'une séquence à l'autre. Le système de fabrication sera également nettoyé avec le cendrier (bac de "trop-plein") entre chaque séquence afin d'éviter la contamination par une poudre moins recyclée.

Utilisation des plateaux :

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Il faudra s'assurer que le nombre de plateaux de fabrication disponible est suffisant pour permettre la réalisation d'une séquence en une fois. Dans le cas d'une réutilisation des plateaux, il ne faut pas que le temps de pesée, de séparation des constructions du plateau et de rectification, voire sablage du plateau soit contraignant par rapport à la réalisation de la séquence (il ne faut pas changer de matériau pour le plateau comme pour la poudre entre deux cycles d'une même séquence).

Procédure de tamisage :

Les étapes de tamisage devront s'effectuer selon la méthode définie dans le document L2-1-3_Procedure Recyclage Poudre_v3.pdf, notamment en ce qui concerne la taille du diamètre passant du tamis. Comme le précise le document cité ci-dessus, le diamètre passant du tamis devra être supérieur au d_{90} de la poudre de 15µm, c'est-à-dire que pour un d90 de 45µm, le tamis devra avoir un diamètre passant de 63µm (correspondant à 230 mesh). Le diamètre passant du tamis utilisé au cycle i de la séquence X ($Ø_{tamis,\ Xi}$) et le temps de tamisage utilisé ($t_{tamisage,\ Xi}$) devront être renseignés dans le tableau fourni en pièce-jointe (Valeurs à relever lors de l'étude du recyclage.xls).

***NB :** Le temps de tamisage étant lié à la quantité de poudre à recycler, il conviendra plutôt de raisonner en temps de tamisage par kilogramme de poudre à tamiser. Ce temps par unité de masse peut tout aussi bien être fixé ou laissé au libre choix de l'utilisateur. Pour une plus grande simplicité, Armines pense qu'il serait bon de fixer ce temps par unité de masse en deçà d'une valeur limite supposée non industrielle. Dans le cas où le moyen de tamisage est complètement automatisé, il est possible que cette étape de tamisage se fasse en temps masqué.*

Procédure de stockage et d'étiquetage :

Les opérations de tamisage et de pesée devront s'effectuer sous Argon, et la poudre recyclée comme celle retenue par le tamis devra être stockée sous Argon également. Les documents émis par l'UTBM dans le cadre du lot T2 du projet FALAFEL devront être également suivis (L2-1-2_Procedure Tracabilite Poudre_v3.pdf, L2-1-3_Procedure Recyclage Poudre_v3.pdf).

Afin de garder une bonne traçabilité, il ne faut EN AUCUN CAS mélanger des poudres ayant différents niveaux de recyclage (c'est-à-dire mélanger par exemple la poudre servant à alimenter la séquence C avec la poudre servant à alimenter la séquence A ou la B).

Définition des différentes masses à mesurer :

Au début de la séquence, la quantité initiale de poudre introduite dans la machine SLM sera relevée. Elle sera notée $m^0_{bac\ alim}$ pour la séquence A qui utilise de la poudre neuve, $m^1_{bac\ alim}$ pour la séquence B qui utilise de la poudre recyclée une fois, $m^2_{bac\ alim}$ pour la séquence C qui utilise de la poudre recyclée deux fois, etc.

Comme la séquence sera réalisée d'une traite, la poudre restante dans le bac d'alimentation après un cycle Xi ($m_{bac\ alim,\ Xi}$) permettra, au moins en partie, d'alimenter le cycle Xi+1. Du fait que la poudre du bac d'alimentation après fabrication ne peut sortir de la machine avant le dernier cycle de la séquence, cette masse de poudre n'est mesurable que pour le dernier cycle de chaque séquence (où elle devra être mesurée). Si cette quantité de poudre ($m_{bac\ alim,\ Xi}$) n'est pas suffisante pour compléter une fabrication, on y ajoutera la masse de poudre récupérée

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

dans le cendrier suite aux fabrications précédentes DE LA MÊME SÉQUENCE ($m_{cendrier,\ Xi}$) qui aura été pesée après chaque cycle. Par ailleurs, cette masse pourra être déterminée en pesant le cendrier à vide avant fabrication ($m_{cendrier\ vide,\ Xi}$) et en le pesant avec la poudre recueillie lors du cycle i ($m_{cendrier\ avec\ poudre,\ Xi}$). Si même après l'ajout de la masse de poudre issue du cendrier, la masse dans le bac d'alimentation n'apparaît pas suffisante, elle pourra être complétée avant le cycle i+1 de la séquence A par une masse $m_{complément\ poudre\ neuve,\ Ai+1}$ issue du lot de poudre neuve. Avant le cycle i de la séquence B, on pourra rajouter une masse $m_{complément\ poudre\ recyclée\ 1x,\ Bi}$ issue de la poudre recyclée en fin de séquence A, etc. Si au cycle précédent (i-1) la quantité restante dans le bac d'alimentation après l'ajout de la poudre récupérée dans le cendrier est suffisante pour réaliser la construction du cycle i, on notera cette masse complémentaire de poudre recyclée égale à 0 (comme c'est le cas pour les premiers cycles de chaque séquence).

Afin de connaître la masse $m_{fondue,\ Xi}$ de poudre fondue au cycle i de la séquence X (construction et support), on pèsera le plateau de fabrication avant fabrication, donc sans pièce ($m_{plateau\ seul,\ Xi}$) et après fabrication avec les pièces attachées ($m_{plateau\ avec\ pièces,\ Xi}$).

À chaque fabrication, une très faible quantité de poudre est définitivement perdue. Cette perte peut provenir de la manipulation de la poudre (poudre restant collée aux parois des conteneurs (bac de fabrication, cendrier, …) dans lesquels elle était stockée, poudre inaccessible dans une zone de la machine où on ne peut pas la récupérer, etc.). Une autre partie de cette perte s'explique par la création de fumées lors de la fabrication des pièces. La masse de poudre perdue au cycle i de la séquence X est alors notée $m_{pertes\ fab,\ Xi} = m_{fumées,\ Xi} + m_{pertes\ machine,\ Xi}$. Cependant, du fait qu'il est impossible de mesurer la masse de matière transformée en fumée ni celle perdue lors de la manipulation à chaque cycle, $m_{pertes\ fab,\ Xi}$ sera évaluée en tant que somme sur chacun des cycles de la séquence considérée comme il sera décrit ci-dessous.

Après chaque fabrication (donc à la fin de chaque cycle), une certaine quantité de poudre infondue reste dans le bac de fabrication autour des pièces consolidées. Cette masse $m_{bac\ fab,\ Xi}$ sera récupérée sous atmosphère protectrice. Si la machine ne le permet pas, le temps de contact entre la poudre et l'air ambiant doit être le plus court possible afin d'éviter l'adsorption d'oxygène et d'eau par la poudre. Pour chacun des cycles, après pesée, cette poudre infondue sera passée au tamis (cf. livrable du lot T2 L2-1-3_Procedure Recyclage Poudre_v3.pdf). La masse récupérée en sortie de tamis $m_{recyclée,\ Xi}$ sera pesée et un petit échantillon (environ 300 grammes) sera prélevé pour différentes analyses et en particulier l'analyse granulométrique et morphologique. Pour les mêmes raisons, un échantillon de masse comparable sera prélevé dans la masse de poudre retenue par le tamis ($m_{pertes\ tamis,\ Xi}$). La masse retenue par le tamis peut être déduite des deux masses précédentes : $m_{pertes\ tamis,\ Xi} = m_{bac\ fab,\ Xi} - m_{recyclée,\ Xi}$. On peut également définir un taux de recyclage par cycle par la formule suivante :

$\tau_{recyclage,\ Xi} = m_{recyclée,\ Xi} / m_{bac\ fab,\ Xi}$

Enfin, une fois la séquence X terminée, les masses $m_{recyclée,\ Xi}$ de chaque cycle d'une même séquence X seront mélangées afin d'alimenter la séquence Y suivante.

A la fin de chacune des séquences, il est possible d'évaluer les pertes dues à la fabrication par l'écriture d'un bilan massique de poudre sur toute la séquence.

Par exemple, pour la séquence A :

$$\sum_{i=1}^{5} m_{pertes\ fab\ ,Ai} = m^{0}_{bac\ alim} + \sum_{i=1}^{5} (m_{complément\ \ poudre\ ne\ uve,\ Ai} - m_{fondue,\ Ai} - m_{bac\ fab,\ A\ i}) - m_{cendrier,\ A5} - m_{bac\ alim,\ A5}$$

et pour la séquence B :

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

$$\sum_{i=1}^{4} m_{pertes\ fab,Bi} = m^{1}_{bac\ alim} + \sum_{i=1}^{4} (m_{complément\ poudre\ recyclée\ 1x,\ Bi} - m_{fondue,\ Bi} - m_{bac\ fab,\ Bi}) - m_{cendrier,\ B4} - m_{bac\ alim,\ B4}$$

etc.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

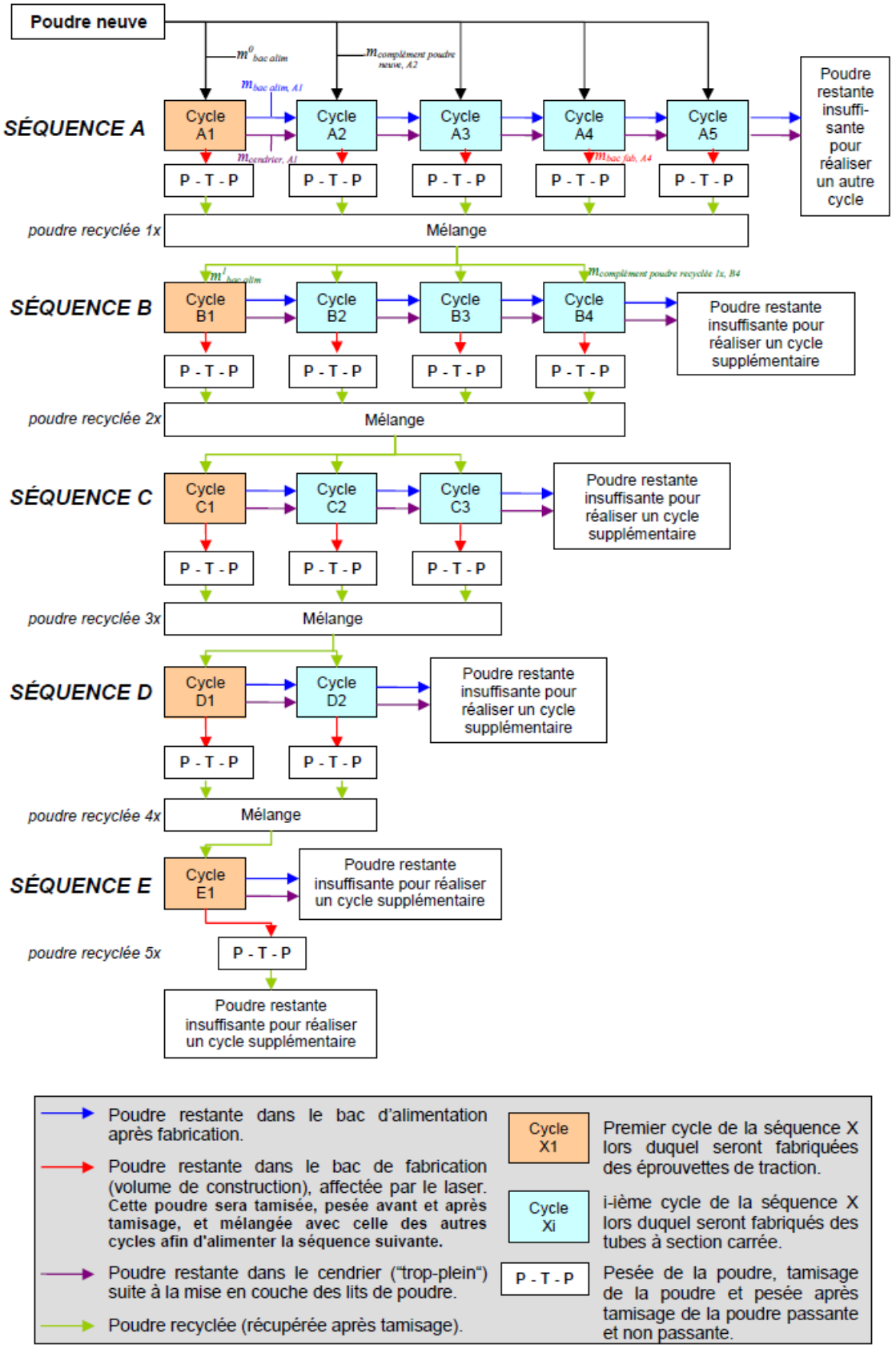


Figure 1 : Schématisation de l'étude du recyclage du TA6V sur la machine Trumpf LF250

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

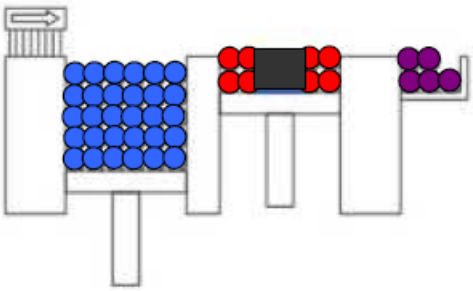


Figure 2 : Poudre à récupérer dans la machine (dans le cas d'un système d'alimentation par piston et non au moyen d'une trémie ou d'un réservoir de poudre)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

ANNEXES : Dimensions des constructions à réaliser par cycle

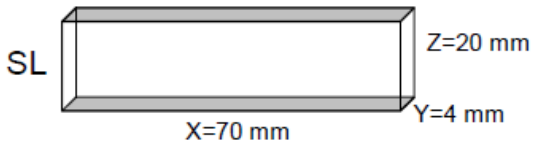
Les directions X et Y sont dans le plan du plateau de fabrication, et Z est la direction de construction (perpendiculaire au plateau).

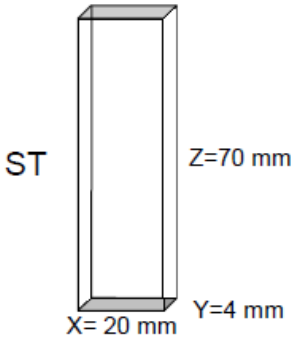
Cycles A1, B1, C1, D1 et E1 :

Éprouvettes de traction :

- 4 éprouvettes SL de X = 70 mm, Y = 4 mm et Z = 20 mm
- 4 éprouvettes ST de X = 20 mm, Y = 4 mm et Z = 70 mm

→ Surface enveloppe totale : 252,8 cm^2



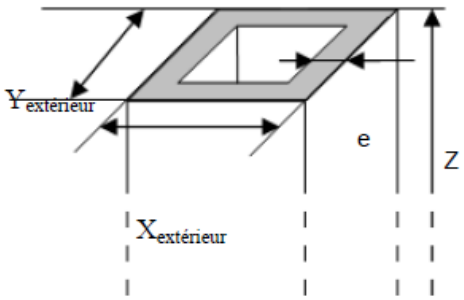


Cycles A2, B2, C2 et D2 :

Tubes à section carrée :

- 5 tubes de $X_{extérieur}$ = 33 mm, $Y_{extérieur}$ = 33 mm, Z = 70 mm, e = 1 mm d'épaisseur

→ Surface enveloppe totale : 896,0 cm^2



Cycles A3, B3 et C3 :

Tubes à section carrée :

- 5 tubes de $X_{extérieur}$ = 22,8 mm, $Y_{extérieur}$ = 22,8 mm, Z = 70 mm, e = 1,5 mm d'épaisseur

→ Surface enveloppe totale : 596,4 cm^2

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Cycles A4 et B4 :

Tubes à section carrée :

- 5 tubes de $X_{extérieur}$ = 18 mm, $Y_{extérieur}$ = 18 mm, Z = 70 mm, e = 2 mm d'épaisseur

→ Surface enveloppe totale : 448,0 cm^2

Cycle A5 :

Tubes à section carrée :

- 5 tubes de $X_{extérieur}$ = 15,3 mm, $Y_{extérieur}$ = 15,3 mm, Z = 70 mm, e = 2,5 mm d'épaisseur

→ Surface enveloppe totale : 358,4 cm^2

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Annexe C Modèle de consolidation avec terme du 2nd ordre

Résumé :

Le Chapitre V a présenté un modèle de consolidation du lit de poudre basé sur la conservation de la matière dans le volume d'interaction laser/poudre. Cependant, les hypothèses présentées ne tiennent pas compte du produit des retraits axial et radial dans l'expression de la porosité du lit de poudre (cf. Eq V-2).

Cette annexe présente les équations et les cartogrtaphies de retrait dans le cas où le modèle tient compte de ce terme du second ordre.

Sommaire :

C.1 Équations.....C-2

C.2 Cartographies de retrait.....C-2

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

C.1 Équations

$$\Psi = \frac{\frac{\Delta X}{X}}{\frac{\Delta Z}{Z}} = \frac{RR}{RA} \qquad \textbf{Eq C-1}$$

$$\begin{cases} P_t = -\frac{\Delta S}{S} = -\left(\frac{\Delta X}{X} + \frac{\Delta Z}{Z} + \frac{\Delta X}{X} \times \frac{\Delta Z}{Z}\right) \\ P_t = RR + RA - RR \times RA \end{cases} \qquad \textbf{Eq C-2}$$

$$\begin{cases} \omega = -\frac{\Delta Z}{Z} = 1 - \frac{H_{app}}{\Delta Z_{poudre}} = RA > 0 \text{ (retrait)} \\ \omega \cdot \Psi = -\frac{\Delta X}{X} = 1 - \frac{e_{app}}{e_{int}} = RR > 0 \text{ (retrait)} \end{cases} \qquad \textbf{Eq C-3}$$

$$\begin{aligned} P_t = \omega + \omega \cdot \Psi - \omega^2 \cdot \Psi &= RA + \Psi \cdot RA - RA^2 \cdot \Psi \\ &= RA \cdot (1 - RA) \cdot \Psi + RA \end{aligned} \qquad \textbf{Eq C-4}$$

$$\begin{cases} RR = \frac{P_t - RA}{1 - RA} \\ \Psi = \frac{P_t - RA}{RA \cdot (1 - RA)} \end{cases} \qquad \textbf{Eq C-5}$$

$$\begin{cases} RA = \frac{1+\Psi}{2\Psi} \pm \sqrt{\left(\frac{1+\Psi}{2\Psi}\right)^2 - \frac{P_t}{\Psi}} & \text{si} \quad P_t < \frac{(1+\Psi)^2}{4\Psi} \\ RA = \frac{2P_t}{1+\Psi} = \frac{1+\Psi}{2\Psi} & \text{si} \quad P_t = \frac{(1+\Psi)^2}{4\Psi} \end{cases} \qquad \textbf{Eq C-6}$$

C.2 Cartographie des retraits

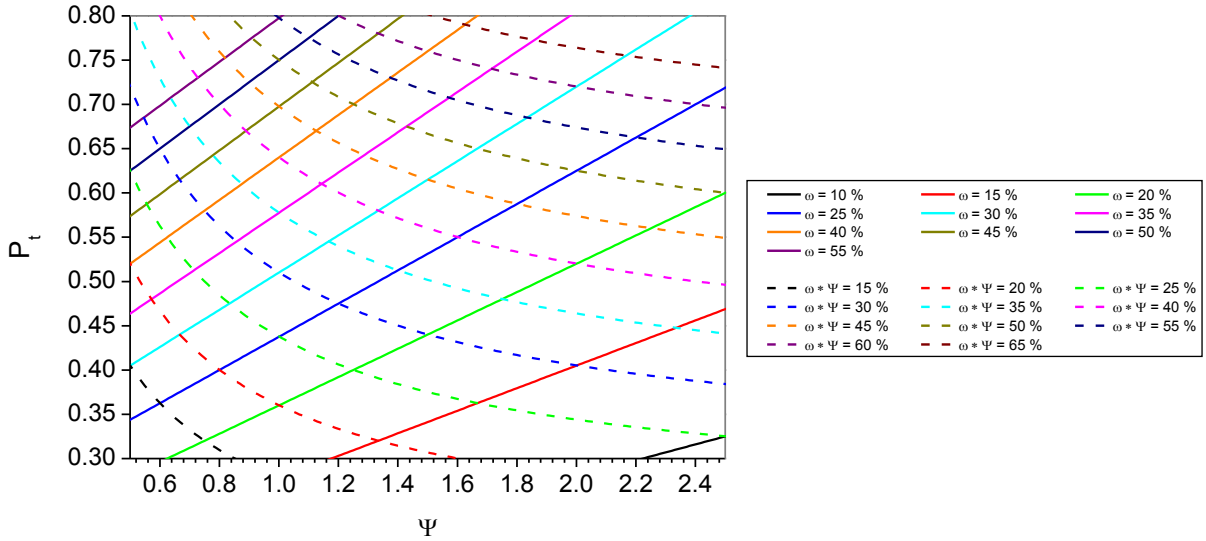


Figure C- 1 : Cartographie de la porosité du lit de poudre en fonction du coefficient d'anisotropie du matériau après consolidation du cordon et selon le modèle bidirectionnel anisotrope tenant compte du produit des retraits pour satisfaire la conservation de la matière : $\omega = -\Delta Z / Z = RA$ et $\omega * \Psi = -\Delta X / X = RR$

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

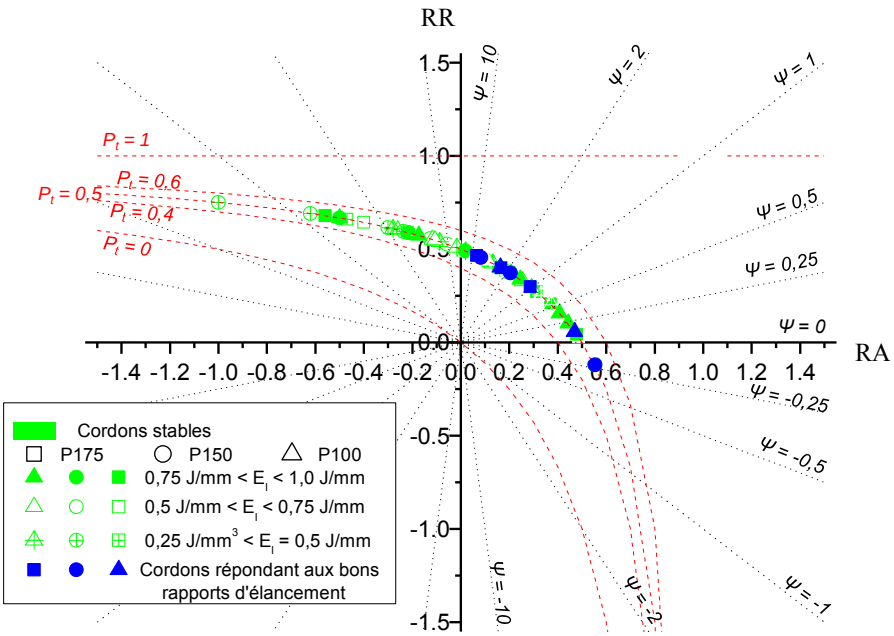


Figure C- 2 : Cartographie du retrait radial *RR* = *ω* * *Ψ* (valeurs calculées en tenant compte du produit des retraits) en fonction du retrait axial *RA* = *ω* (valeurs mesurées) pour une porosité du lit de poudre estimée à 0,5

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

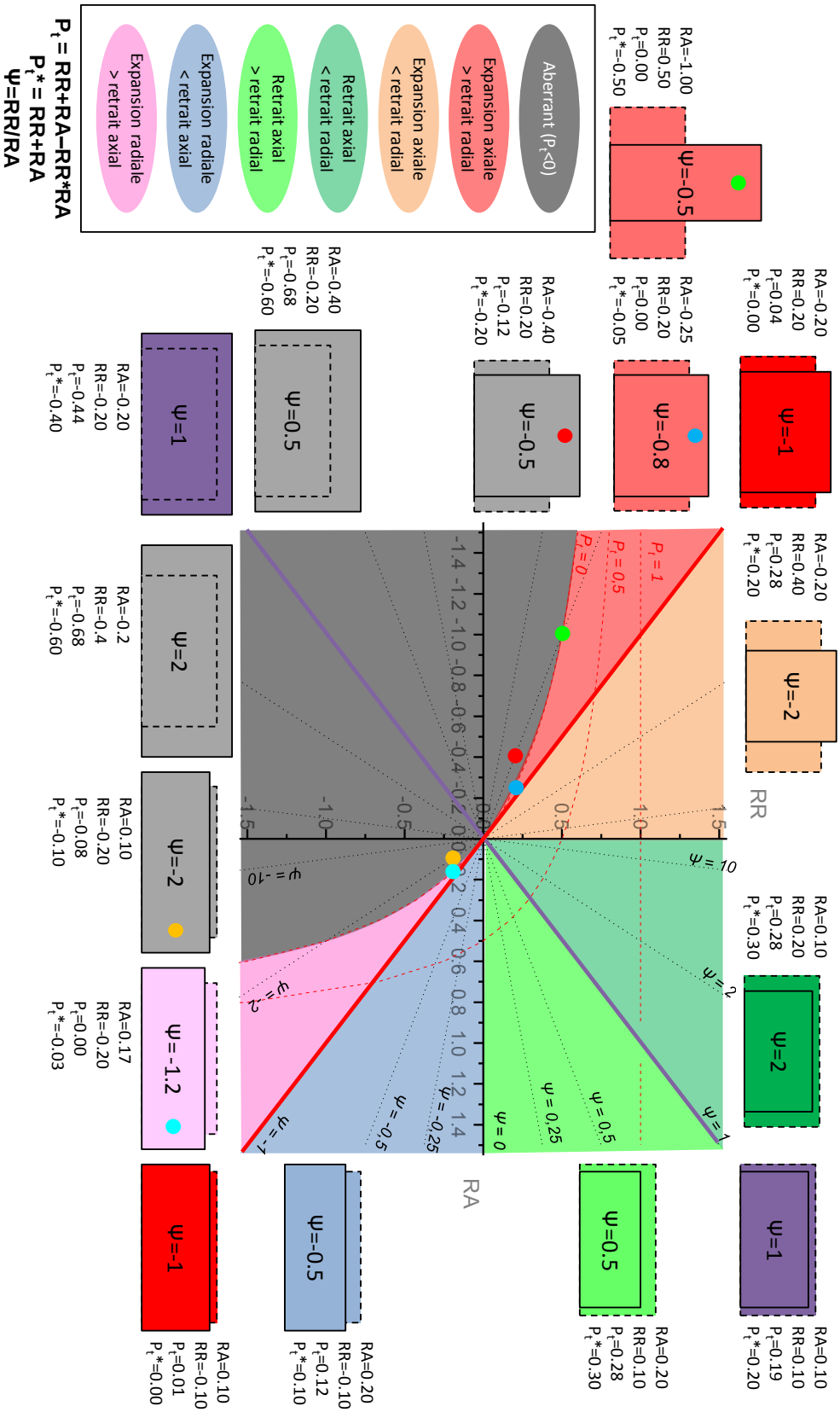


Figure C- 3 : Géométries (simplifiées) des cordons après consolidation et domaines de typologie des cordons

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Fusion sélective par laser de lits de poudre : Étude sur le recyclage de la poudre et détection de défauts au cours de la fabrication par imagerie thermique

RÉSUMÉ : La fabrication directe et additive regroupe un ensemble de technologies de mise en forme des matériaux en rupture avec les procédés conventionnels. L'industrie aéronautique et aérospatiale s'intéresse fortement à ces nouveaux procédés, dont la fusion sélective par laser de lits de poudre métallique (SLM). Cette thèse présentera les enjeux de la fabrication additive ainsi que certains procédés. Une étude bibliographique a été menée sur deux alliages aéronautiques : l'alliage de titane TA6V et le superalliage base nickel Nimonic 263. Les travaux présentés dans ce rapport comprennent l'étude de la poudre métallique brute d'atomisation (morphologie, granulométrie, composition chimique). D'autre part, l'étude de la recyclabilité de la poudre utilisée en SLM est présentée pour le TA6V, tant en ce qui concerne l'évolution de la poudre elle-même que celle des propriétés mécaniques des pièces qui en sont issues. Par ailleurs ce travail traite d'un modèle de consolidation du lit de poudre permettant également d'évaluer la productivité du procédé. Enfin, une étude paramétrique et thermique menée sur le Nimonic 263 en vue de l'établissement d'une solution de contrôle procédé est présentée.

Mots clés : Fabrication additive, SLM, fusion sélective par laser, poudre, imagerie thermique

Selective laser melting of powder beds: Study of the recycling of the unused powder and detection of manufacturing defects by thermal imaging

ABSTRACT : Direct and additive manufacturing regroups several new technologies that are very different from conventional manufacturing processes such as casting. Aeronautic and space industries are really interested in those new processes such as the selective laser melting of metallic powder beds known as the SLM process. This PhD thesis report will show the issues of additive manufacturing and will describe some processes. A bibliography study has been done on two aeronautical alloys: titanium alloy TA6V and nickel-based superalloy Nimonic 263. This work also presents powder characterization (granulometry, morphology, chemical composition) for the gas atomized powder. Besides, study has been done on the recyclability of the TA6V powder for the SLM process, for the powder itself and the mechanical properties of parts built from recycled powder. Moreover, this work deals with a powder bed consolidation model to estimate the productivity of the process. Then, a parametric and thermal study has been done on the Nimonic 263. The coaxial system for thermal visualization is described such as the image processing algorithm used. Finally, this report deals with the study of thermal signature of typical SLM defects.

Keywords : Additive manufacturing, SLM, selective laser melting, powder, thermal imaging

MINES ParisTech

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY