

Fabrication additive par dépôt laser direct de TA6V: étude expérimentale dans des régimes de forte productivité, modèles de comportement et recyclage de la poudre

Toinou Blanc

▶ To cite this version:

Toinou Blanc. Fabrication additive par dépôt las er direct de TA6V: étude expérimentale dans des régimes de forte productivité, modèles de comportement et recyclage de la poudre. Matériaux. Université Paris sciences et let tres, 2017. Français. NNT: 2017PSLEM047. tel-03709972

HAL Id: tel-03709972 https://pastel.hal.science/tel-03709972

Submitted on 30 Jun2022

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.

THÈSE DE DOCTORAT

de l'Université de recherche Paris Sciences et Lettres PSL Research University

Préparée à MINES ParisTech

Fabrication additive par dépôt laser direct de TA6V : étude expérimentale dans des régimes de forte productivité, modèles de comportement et recyclage de la poudre

> École doctorale n°432 SCIENCES DES MÉTIERS DE L'INGÉNIEUR Spécialité SCIENCES ET GÉNIE DES MATÉRIAUX

Thèse confidentielle jusqu'au 3 Avril 2022

Soutenue par **Toinou BLANC** le 3 Avril 2017

Dirigée par Christophe COLIN et Yves BIENVENU



COMPOSITION DU JURY :

P^r Jean-Yves HASCOËT École Centrale de Nantes, *Président*

P^r Pierre SALLAMAND UBFC, *Rapporteur*

P^r Frédéric PRIMA Chimie ParisTech, *Rapporteur*

D^r Pascal AUBRY CEA, *Examinateur*

D^r Gilles SURDON Dassault Aviation, *Examinateur*

M. Bruno MACQUAIRE Safran, *Examinateur*

" Lourd est le parpaing de la réalité sur la tartelette aux fraises de nos illusions." -Boulet-

Avant-propos et remerciements

Avant toute chose, précisons que cette thèse s'est exceptionnellement déroulée sur un peu plus de 6 ans, soit le double de la durée réglementaire initialement prévue. Cet état de fait résulte de causes indépendantes de ma volonté. Le tout est de savoir encaisser – puis rebondir.

Sans plus attendre, je remercie mes encadrants de thèse au Centre des Matériaux, Yves Bienvenu et surtout Christophe Colin, dont la persévérance et le dévouement sont tels que je ne peux m'empêcher d'y voir une certaine forme d'héroïsme. Merci pour la confiance et le soutien apportés tout au long de ce doctorat. Je tiens également à exprimer ma gratitude à l'École des Mines de Paris, à l'école doctorale Sciences des Métiers de l'Ingénieur, ainsi qu'à tous ceux qui ont choisi de m'accorder leur confiance quand le pragmatisme eût pu dicter une autre option, plus prudente mais moins humaine. Merci en particulier à Anne Piant, Jérôme Crépin et Marie-Hélène Berger.

Je tiens également à remercier les membres du consortium FALAFEL, pour m'avoir permis d'accéder aux ressources nécessaires à la conduite en autonomie de ces travaux de recherche, fortement consommateurs de temps et de moyens.

Je remercie les membres de mon jury d'avoir accepté d'évaluer mon travail, en particulier mes deux rapporteurs, qui ne s'attendaient peut-être pas à recevoir un manuscrit de 330 pages. Courage, bientôt une demi-page d'achevée.

Depuis le début de ma thèse en 2010, j'ai eu l'occasion de côtoyer un certain nombre de personnes au Centre des Matériaux. Je remercie tout particulièrement Pierre Vinson pour m'avoir accompagné en tant que 2^{ème} doctorant FALAFEL, mais avant tout comme ami, depuis l'établissement de notre première connection télépathique en école d'ingénieur. Je remercie également tous les cobureaux que j'ai pu fréquenter, dont les personnalités, l'humour et le raffinement ont fait l'honneur du bureau C133 : Olivier, Duy, Xu, Abderrahmen, Mickaël, Emmanuelle, Daniel, Juline, Thibaut, Hiba, Liliana, Aude. Merci également aux nombreux autres collègues qui ont contribué, par leur soutien, leur sympathie et leur humour, à rendre ce parcours doctoral bien plus agréable à arpenter : Delphine, Caroline, Frédéric, Vincent, Emmanuel, Maxime, Guillaume, Laure-Line, Flora, Raphaël, Geoffrey, Samuel, Henri-Alexandre, Amal, Lucie, Claire, Hicham...

Je remercie tous les permanents du Centre des Matériaux avec qui j'ai sympathisé et dont l'aide m'a été précieuse : Karine, Nicole, Anne, Maria, Jean-Do, Gérard, Olivier, Grégory, Lynh-Tyh, Fabrice, René, Brigitte, Odile... Merci également aux personnes des Arts & Métiers avec lesquelles j'ai travaillé quelque temps : Pascal, Kevin, Rezak, Patrice, Corinne, Cyril, Myriam, Tarek. Je remercie tout particulièrement Thierry, pour sa disponibilité et son indéboulonnable bonne humeur.

Merci à mes amis, pour leur personnalité, leur humour et leur écoute : Anatole, Thomas, Marianne, Emmanuel, Anne, Caroline, Nathalie, Marielle, sans oublier Philippe, qui aura soutenu sa thèse tout juste 10 jours avant moi. Merci également à Terminator, feu mon poisson rouge, dont la frétillante présence fût réconfortante en de nombreuses occasions. Merci à mes parents de m'avoir eu. Merci à tous mes proches pour leurs encouragements, et particulièrement à ceux qui ont pu venir assister à ma soutenance. Je remercie aussi tous ceux que je n'ai pas cités mais qui m'ont apporté leur sourire, leur écoute ou juste une part de gâteau.

Enfin, tout comme le bouquet final d'un feu d'artifices en est le point d'orgue, je conclus en remerciant Marianne, avant tout pour sa patience et son soutien tout au long de ce périple doctoral, mais aussi pour toutes les choses que l'on a partagées, et surtout pour toutes celles qui restent à venir.

Sommaire

Sommaire	9	
Démarche d'étude		
Introduction		
Chapitre I Fabrication a	dditive par DLD15	
Chapitre II Productivité	et paramètres du procédé43	
Chapitre III Effet des pa	aramètres secondaires69	
Chapitre IV Étude para	métrique et modèles de comportement 103	
Chapitre V Effet des para 161	amètres opératoires sur la microstructure générée	
Chapitre VI Étude du re	ecyclage des poudres de TA6V 201	
Chapitre VII Effet du r propriétés mécaniques	ecyclage et des traitements thermiques sur les 259	
Synthèse des apports		
Conclusion et perspectives		
Annexes		
Nomenclature générale		
Bibliographie générale 319		
Table des matières générale		

Démarche d'étude



Introduction

La fabrication additive fait l'objet d'un intérêt soutenu depuis une dizaine d'années, aussi bien de la part du grand public qu'auprès de nombreux industriels et académiques. Tandis que des machines de prototypage destinées aux particuliers se démocratisent peu à peu, les moyens mis en œuvre dans l'industrie témoignent d'une volonté de passer à l'échelle supérieure. Cependant, les procédés de fabrication additive ne sont pas encore matures, en particulier pour les applications métalliques. Le projet FUI-9 FALAFEL avait pour but de développer des procédés additifs pour l'industrie aéronautique, dont le Dépôt Laser Direct (DLD) qui fait l'objet de cette thèse. Celui-ci consiste à projeter et à fondre de la poudre métallique sur un substrat.

La démarche globale de la thèse est représentée ci-contre. Un premier axe d'étude est centré sur la maîtrise paramétrique du procédé et un deuxième sur le recyclage de la poudre projetée.

Le <u>Chapitre I</u> donne le contexte de cette thèse. On présente la fabrication additive métallique en se focalisant sur les applications titane. On introduit le procédé DLD en explicitant les notions qui serviront de base pour les chapitres suivants. On pose la problématique et la démarche des travaux.

Le **Chapitre II** vise à traduire l'un des enjeux du projet FALAFEL – l'industrialisation du procédé DLD – en établissant le lien entre les domaines de productivité visés et les variables d'entrée. On identifie les domaines opératoires permettant de mener les différentes études à forte productivité. C'est l'une des spécificités de cette thèse.

Le <u>**Chapitre III**</u> permet de se familiariser avec les différents aspects techniques et technologiques de la mise en œuvre du procédé DLD sur la machine utilisée. Cela doit assurer la pertinence des essais suivants. On évoque également l'importance du choix de la configuration de travail et de plusieurs autres paramètres secondaires.

Le **Chapitre IV** fournit les modèles d'évolution des principaux critères du procédé en fonction des paramètres opératoires. Ces modèles sont établis à partir d'études paramétriques au travers d'une approche empirique. On détaille tout d'abord la démarche suivie, basée sur l'analyse statistique et l'étude graphique des corrélations. On présente ensuite les modèles et résultats obtenus, regroupés par zone métallurgique.

Le **<u>Chapitre V</u>** montre l'effet des paramètres opératoires sur la microstructure obtenue dans un mur à différentes hauteurs de construction. On se base sur des indices métallurgiques pour remonter à l'histoire thermique spécifique subie lors de la fabrication de chaque mur étudié.

Le <u>Chapitre VI</u> étudie l'impact du recyclage de la poudre sur le procédé. On définit une méthodologie d'étude rigoureuse que l'on met en pratique pour obtenir jusqu'à trois utilisations de la poudre. On fait ensuite le bilan de l'influence du niveau de recyclage sur des critères de productivité, puis on compare la poudre neuve et celle issue des différents niveaux de recyclage sur plusieurs caractéristiques importantes en DLD.

Enfin, le **Chapitre VII** vise à déterminer les propriétés mécaniques en traction obtenues par DLD avec l'alliage TA6V. Après avoir spécifié l'effet d'une fabrication couche par couche sur la tenue mécanique d'une construction, on caractérise des murs en traction en fonction du sens de sollicitation, du niveau de recyclage de la poudre et du post-traitement thermique appliqué.

CONTEXTE ET PROBLÉMATIQUE



Chapitre I Fabrication additive par DLD

<u> Résumé :</u>

Ce premier chapitre expose le contexte du travail de thèse. Dans un premier temps, on présentera succinctement la fabrication additive, les familles de procédés qu'elle couvre et la terminologie en usage au regard des dernières avancées normatives. On mettra en avant les problématiques actuelles en se focalisant sur l'industrialisation des applications métalliques, dans laquelle s'inscrit le projet de recherche de cette thèse.

Dans un second temps, on présentera les notions de base destinées à se familiariser avec la mise en œuvre du procédé DLD qui fait l'objet de cette thèse : principe de fonctionnement, applications, synthèses des paramètres d'entrée et de sortie. Ces précisions sont utiles à la compréhension des chapitres suivants. Par choix, ce premier aperçu se veut général. D'autres notions – plus détaillées – seront données au fur et à mesure de ce mémoire.

On terminera sur la définition des objectifs de la thèse et de la démarche adoptée, au regard de la problématique du procédé et des enjeux de son développement industriel.

Sommaire du chapitre

Chapitre I Fabrication additive par DLD	15
Sommaire du chapitre	
Nomenclature du chapitre	
I.1 Fabrication additive (FA)	
I.1.1 Présentation générale	
I.1.2 Intérêts, limitations et usages	
I.1.3 Challenges de la fabrication additive	
I.1.4 Classement des procédés de fabrication additive métalliqu	e24
I.1.5 Projet FALAFEL	
I.2 Procédé étudié : le Dépôt Laser Direct (DLD)	
I.2.1 Présentation du procédé DLD	
I.2.2 Paramètres d'entrée	
I.2.3 Paramètres de sortie	
I.3 Problématique et objectifs de la thèse	
I.3.1 Premier axe d'étude : maîtrise paramétrique du procédé D	LD35
I.3.2 Second axe d'étude : recyclage de la poudre utilisée en DLI)
I.4 Conclusion du chapitre	
Bibliographie du chapitre	
Table des illustrations du chapitre	
•	

Nomenclature du chapitre

Abréviation	Signification		
3D	Tridimensionnel		
AFNOR	Association Française de NOR malisation		
ASTM	American Society for Testing and Materials		
CAO	Conception Assistée par Ordinateur		
CFAO	Conception et Fabrication Assistées par Ordinateur		
CIC	Compaction Isostatique à Chaud (= HIP)		
DED	D irected E nergy D eposition (dépôt de matière sous énergie concentrée)		
DLD	Direct Laser Deposition (Dépôt Direct par Laser)		
DMD	Direct Metal Deposition (Dépôt Direct de Métal)		
FA	Fabrication Additive (= AM, Additive Manufacturing)		
FALAFEL	Fabrication Additive par LAser et Faisceau d'ELectrons		
FUI	Fonds Unique Interministériel		
GIFAS	Groupement des Industries Françaises Aéronautiques et Spatiales		
ISO	International O rganization for S tandardization		
LASER	Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation		
LENS	Laser Engineered Net Shaping		
MAGIC	Machine Aéronautique Gaz Inerte Clad		
NF	Norme Française		
PBF	P owder B ed F usion (Fusion sur lit de poudre)		
PME	Petite et Moyenne Entreprise		
SLM	Selective Laser Melting		
TA6V	Appellation usuelle de l'alliage de titane Ti-6Al-4V		

Tableau I-1 : Abréviations utilisées dans le Chapitre I

Notation	Unité	Description		
Α	%	Allongement à rupture (= déformation plastique maximale)		
Défocl	mm	Défocalisation laser (= distance entre le plan de travail et le point focal laser)		
Dáfaa		Défocalisation poudre (= distance entre le plan de travail et le point focal		
Delocp	111111	poudre)		
d _{GI}	L/min	Débit de gaz interne		
dgp	L/min	Débit de gaz porteur de poudre		
Dm	g/min	Débit massique de poudre en sortie de buse		
Dvfab	cm ³ /h	Débit volumique de fabrication (pour l'ensemble d'une pièce)		
Е	GPa	Module de Young (= module d'élasticité)		
El	J/mm	Énergie linéique (= puissance rapportée à la vitesse de balayage)		
Em	J/g	Énergie massique (= puissance rapportée au débit massique)		
Es	J/mm ²	Énergie surfacique		
Ev	J/mm ³	Énergie volumique		
Happ	mm	Hauteur de la zone apportée lors d'un dépôt (= cordon)		
H _{ZAT}	mm	Hauteur de la zone affectée thermiquement		
Hzr	mm	Profondeur de la zone refondue		
Ι	W/mm ²	Intensité laser (aussi appelée densité de puissance)		
Lapp	mm	Largeur de la zone apportée lors d'un dépôt (= cordon)		

Notation	Unité	Description		
LZAT	mm	Largeur de la zone affectée thermiquement		
L _{ZR}	mm	Largeur de la zone refondue		
Ml	g/mm	Masse linéique (= débit massique rapporté à la vitesse de balayage)		
Р	W	Puissance du faisceau laser incident		
Ra	μm	Rugosité arithmétique moyenne		
reapp	-	Rapport d'élancement de la zone apportée lors d'un dépôt (=cordon)		
rebain	-	Rapport d'élancement du bain de fusion		
Rm	MPa	Résistance maximale à la traction		
R _{mf}	-	Rendement massique de fusion par pesée		
R _{mfab}	-	Rendement massique de fabrication par pesée		
Rp _{0.2}	MPa	Limite d'élasticité conventionnelle à 0.2 % de déformation plastique		
Rt	μm	Rugosité totale		
Sapp	mm ²	Surface de la zone apportée lors d'un dépôt (= cordon)		
t _{fab}	h	Temps total de fabrication d'une pièce		
t _{tempo}	S	Temporisation après lasage d'un motif élémentaire		
V	mm/min	Vitesse de déplacement de la buse (= vitesse de balayage du faisceau laser)		
WD	mm	Distance de travail (Working Distance) entre le plan de travail et la buse		
ΔΖ	mm	Incrément de montée de la buse à chaque couche		
Tdil	-	Taux de dilution		
τr	-	Taux de recouvrement entre deux cordons juxtaposés		
Φ_{L}	mm	Diamètre du spot formé par le faisceau laser sur le plan de travail		
Φ_{P}	mm	Diamètre du spot formé par le faisceau poudre sur le plan de travail		

Tableau I-2 : Notations utilisées dans le Chapitre I

I.1 Fabrication additive (FA)

I.1.1 Présentation générale

La **fabrication additive** (FA) – plus connue sous le nom d'*impression 3D* – génère un engouement croissant auprès du grand public depuis une dizaine d'années. Alimentée par une imagerie issue de la science-fiction contemporaine, la fabrication additive engendre dans l'imaginaire collectif l'idée fantasmatique d'une technologie au potentiel illimité et à la mise en œuvre instantanée. Souvent présentée comme la nouvelle révolution industrielle, la fabrication additive est en fait issue des techniques de prototypage rapide qui existent depuis plus d'une trentaine d'années.

Si le terme de révolution est parfois exagéré¹ et que les techniques existantes nécessitent des ajustements pour chaque pièce, il est cependant clair qu'elles marquent une évolution significative dans le domaine de la fabrication en général. Portée par la commercialisation de machines destinées aux particuliers, l'amplification récente de l'intérêt médiatique a profité au développement industriel de ces techniques et des recherches associées.

La norme internationale NF ISO-ASTM 52900 d'avril 2016 définit la fabrication additive comme suit : « **Procédé consistant à assembler des matériaux pour fabriquer des pièces à partir de données de modèle en 3D, en général couche après couche, à l'inverse des méthodes de fabrication soustractive et de fabrication mise en forme.** » Cette définition littérale de la fabrication additive est illustrée sur le **Schéma I-1** et le **Schéma I-2**. Par métonymie, on entend également par « *fabrication additive* » l'ensemble des procédés de fabrication additive, voire tout le secteur dont l'activité repose sur des procédés de fabrication additive.



(Laverne, et al., 2016)



¹ On constate même dans certains cas un fort manque de discernement, à l'exemple de cet article intitulé

[«] Un chaton paralysé marche de nouveau grâce à la fabrication additive » (Krassenstein, 2015).

I.1.2 Intérêts, limitations et usages

La flexibilité est un des avantages majeurs de la fabrication additive – c'est d'ailleurs celui qui explique en grande partie sa popularité. En effet, les procédés *additifs* permettent de construire une large variété de géométries. La liberté de fabrication est bien plus grande qu'avec les procédés traditionnels par enlèvement de matière, dits *soustractifs*. Ainsi, la FA permet d'obtenir des géométries complexes, lesquelles peuvent se situer à l'intérieur des pièces (conduits de refroidissement, par exemple). Il est aussi possible de construire en une seule étape ce qui, avec les procédés traditionnels, nécessitait l'assemblage de plusieurs pièces. La fabrication additive donne également une grande liberté dans les matériaux utilisables : polymères, métaux et alliages, céramiques, composites à matrice métallique, matériaux à gradient de composition, etc. (Gao, et al., 2015). Des protoypes réalisés par fabrication additive sont donnés en exemple en **Figure I-1**.



Figure I-1 : Exemples d'applications de la fabrication additive d'après (Gao, et al., 2015)

La fabrication additive possède donc un intérêt économique certain : elle permet de limiter le nombre d'étapes, de réduire le temps de fabrication des géométries complexes et des assemblages, de s'affranchir des contraintes liées aux outillages, de réduire les délais entre deux cycles de fabrication ou bien encore de produire simultanément plusieurs pièces. Enfin, les procédés de FA permettent de limiter les pertes de matière – comparativement aux procédés soustractifs – et donc d'obtenir un meilleur *buy-to-fly ratio* (proportion entre la quantité de matière première utilisée et celle présente dans la pièce finale) (Baumers, et al., 2016).

Les procédés de fabrication additive montrent cependant plusieurs inconvénients. La précision dimensionnelle est bridée par l'épaisseur d'une couche, ce qui implique de faire un compromis entre résolution et vitesse de fabrication. Dans tous les cas, la productivité est relativement faible, tandis que l'état de surface obtenu peut être plus grossier qu'avec certains procédés conventionnels. La santé matière et les propriétés obtenues sont loin d'être connues pour tous les matériaux. Une opération de rectification et des traitements thermiques peuvent être nécessaires après fabrication (Frazier, 2014) (Gao, et al., 2015).

La FA trouve habituellement des usages pour l'obtention de pièces en petite série et à forte valeur ajoutée, dans les domaines de l'aéronautique, du spatial, de l'automobile et du médical.

I.1.3 Challenges de la fabrication additive

I.1.3.1 Effet d'échelle et productivité

Dans les procédés traditionnels, le coût unitaire d'une pièce dépend de la quantité produite, notamment en raison de l'utilisation d'outillages. C'est l'effet d'échelle. Pour les petites séries, le nombre de pièces sera le facteur prépondérant sur le coût unitaire. En revanche, pour les grandes séries, c'est la taille des pièces qui devient plus importante.

La fabrication additive dispense de l'utilisation d'outils spécifiques, ce qui tend à gommer partiellement l'effet d'échelle. Si elle présente un intérêt économique certain pour le prototypage et les petites séries, il faut être bien conscient que sa rentabilité va peu évoluer avec la quantité de pièces fabriquées – à l'inverse des procédés conventionnels de mise en forme (moulage, forgeage, extrusion, etc.) (Dutta, et al., 2015). Ces tendances sont représentées de manière simplifiée sur le **Graphe I-1**.



Graphe I-1 : Évolution simplifiée du coût unitaire de production d'une pièce, en fabrication additive et avec des procédés traditionnels, en fonction du nombre d'exemplaires produits (à gauche) et en fonction du degré de complexité ou de customisation (à droite) (Pinkerton, 2016)

Cette particularité doit être bien gardée à l'esprit dans le contexte actuel d'industrialisation de la fabrication additive. Néanmoins, il existe des cas pour lesquels la FA peut rester compétitive même avec des forts volumes de production : les pièces très complexes et les applications de type *personnalisation de masse* (orthodontie par exemple) (Gao, et al., 2015).

Les économies d'échelle étant limitées en fabrication additive, la baisse du coût unitaire d'une pièce est plutôt à chercher dans l'augmentation de la productivité des procédés mis en œuvre. Sans cela, produire des grandes séries par FA implique de multiplier les machines tournant en parallèle – ce qui est certes possible mais n'améliore pas la rentabilité (Baumers, et al., 2016).

Malgré le nombre élevé de travaux de recherche en fabrication additive publiés ces dernières années, peu d'études se sont vraiment intéressées à la productivité et au rendement. Par conséquent, il y a un besoin fort d'étendre la connaissance de ces procédés dans des régimes de haute productivité. Ces données pourront notamment être injectées dans des contrôles procédé en boucle fermée, afin de fabriquer sans interruption des pièces de grande taille avec une bonne santé matière (Frazier, 2014) (Matilainen, et al., 2014).

I.1.3.2 Nécessité d'un changement de paradigme en conception

Les procédés de fabrication additive ne doivent pas simplement se destiner à remplacer des procédés traditionnels pour obtenir les mêmes pièces. Afin d'exploiter leur potentiel – et d'en tirer des avantages économiques – il est nécessaire de repenser en profondeur et de manière transversale toute la chaîne de conception d'un objet (Nelaturi, et al., 2015) (Ponche, 2013).

En effet, comme mentionné précédemment, la fabrication additive peut permettre d'obtenir directement des géométries internes ou externes qui nécessitaient auparavant plusieurs opérations et/ou l'assemblage de plusieurs pièces. Une reconception des modèles 3D permet de supprimer les volumes de matière liés aux précédentes contraintes de mise en forme (passage d'un outil, par exemple) ou d'assemblage (renforts, zones de fixation). Certains volumes denses peuvent aussi être remplacés par des mousses métalliques poreuses ou par des structures spécialement optimisées pour la transmission des efforts auxquels sera soumis l'objet. La fabrication additive peut ainsi permettre un gain de masse significatif.

Cependant, elle apporte aussi quelques contraintes propres : la nécessité de construire sur un support, la difficulté à monter des couches en contre-dépouille (avec certains procédés), la nécessité de rectifier les surfaces fonctionnelles après fabrication, ainsi qu'une plus faible résolution suivant l'axe de montée des couches. Ce dernier point est particulièrement important dans la stratégie de « tranchage » du modèle CAO en couches – d'autant plus que la stratégie choisie peut avoir un impact significatif sur le temps de fabrication (ce point sera développé dans le **Chapitre II**).

I.1.3.3 Poudres de titane en fabrication additive

Les alliages de titane offrent d'excellentes propriétés mécaniques au regard de leur densité, combinées à une bonne résistance à la corrosion. Cependant, leur coût élevé limite leur utilisation aux seules applications à forte valeur ajoutée (aéronautiques, spatiales, médicales), d'autant plus que leur *buy-to-fly ratio* peut s'élever jusqu'à des valeurs de 40. De plus, dans le processus d'obtention d'une pièce, les coûts liés à la mise en forme du matériau sont très importants. Ils peuvent représenter jusqu'à la moitié du coût total d'une pièce (Dutta, et al., 2015).

On comprend donc l'intérêt portés aux techniques dites *near-net-shape* (dont celles relevant de la fabrication additive), c'est-à-dire permettant d'obtenir directement des pièces au plus près de leur géométrie finale. Cela limite donc à la fois les coûts liés à la mise en forme <u>et</u> les pertes en matériau. Il est également compréhensible que l'alliage TA6V – le plus vendu des alliages de titane – soit le matériau qui suscite le plus d'intérêt dans le domaine de la fabrication additive métallique.

La forme du matériau d'apport a également un impact fort sur le coût. La plupart des applications métalliques de la fabrication additive utilisent des poudres sphériques atomisées, particulièrement coûteuses (entre $200 \notin$ /kg et $300 \notin$ /kg pour des poudres de TA6V). Le développement industriel de la fabrication additive métallique implique donc – entre autres – de mener des efforts pour réduire les coûts liés au matériau, que ce soit par la diminution des frais de production des poudres ou par le recyclage de celles-ci. Le **Graphe I-2** montre un exemple de répartition des coûts en fabrication additive titane.





I.1.3.4 Terminologie, propriété intellectuelle et normalisation

Quiconque s'intéresse de près ou de loin à la fabrication additive aura été confronté au nombre élevé de notations que l'on peut y trouver. En l'absence de régulation, chaque fabricant de machine utilise sa propre appellation pour le procédé mis en œuvre, sans doute dans l'espoir de créer un effet d'*antonomase*². Le marché de la fabrication additive étant encore jeune, cette stratégie peut effectivement permettre à un fabricant d'asseoir une position. Elle permet également à tout acteur de la FA (industriel comme académique) de présenter un procédé comme innovant même s'il se base sur une technique existante.

Dans les faits, cela se traduit par un foisonnement d'appellations différentes où chaque technique de fabrication additive peut être désignée par plus d'une dizaine d'acronymes dont certains sont des marques, qu'elles soient issues d'un dépôt (®) ou simplement usitées ([™]). Ces symboles de propriété intellectuelle sont la plupart du temps absents de la littérature, ce qui contribue largement à répandre la confusion. Ce déluge terminologique bride la visibilité des travaux publiés³ et peut restreindre la diffusion du savoir. Cela risque de freiner le développement de la fabrication additive.

Face à la nécessité d'une régulation, une première norme avait été introduite par l'AFNOR en 2011 (*NF E 67-001*), une autre par l'ASTM en 2012 (*ASTM F2792*) avant d'être toutes deux remplacée en 2016 par la norme internationale ISO/ASTM 52900. Celle-ci se complète par plusieurs références, listées dans le **Tableau I-3**. Nul doute que dans les prochaines années, des précisions – terminologiques, notamment – feront l'objet d'amendements à cette norme internationale ou introduisent de nouvelles normes. On attire l'attention du lecteur sur le fait que les travaux de thèse relatés dans ce mémoire – ainsi que ceux cités en référence dans la littérature – sont<u>antérieurs</u> à l'établissement de la norme NF ISO-ASTM 52900. On ne s'étonnera donc pas de trouver plusieurs termes dont l'usage n'est plus approprié (ou qui sont des marques déposées).

² « <u>L'antonomase</u> est un phénomène par lequel un nom de marque est employé progressivement comme un nom commun par la population et les médias (exemple : Karcher, Linoleum, Scotch). » [À noter que l'antonomase fait courir un risque de déchéance de marque pour le titulaire, car il n'est pas possible de détenir un droit de marque sur un mot commun. Le titulaire de la marque doit donc lutter contre l'utilisation abusive de sa marque comme nom commun, notamment au sein des médias.] (Bathelot, 2016).

³ À l'ère numérique, « *visibilité* » peut souvent se traduire par « *nombre de résultats d'un mot-clé entré dans un moteur de recherche* ». La pertinence et la pérennité de la terminologie en FA est donc primordiale.

Référence	Intitulé de la norme
NF ISO-ASTM 52900 (avril 2016) [remplace NF E67-001 d'octobre 2011]	Fabrication additive - Principes généraux - Terminologie
NF ISO 17296-2 (juin 2015)	Fabrication additive - Principes généraux - Partie 2 - Vue d'ensemble des catégories de procédés et des matériaux de base
NF ISO 17296-3 (janvier 2015)	Fabrication additive - Principes généraux - Partie 3 - Principales caractéristiques et méthodes d'essai correspondantes
NF ISO 17296-4 (janvier 2015)	Fabrication additive - Principes généraux - Partie 4 - Vue d'ensemble des échanges de données
NF ISO/ASTM 52915 (avril 2016)	Spécification normalisée pour le format de fichier pour la fabrication
[remplace ISO/ASTM 52915 d'août 2013]	additive (AMF) Version 1.2
NF E67-010 (décembre 2014)	Fabrication additive – Poudres – Spécifications techniques
XP E67-030 (mai 2013)	Fabrication additive - Pièces réalisées par fabrication additive - Cahier des charges et conditions de réception

Tableau I-3 : Normes sur la fabrication additive en vigueur en 2016 en France d'après (AFNOR, 2016)

I.1.4 Classement des procédés de fabrication additive métallique

Suivant la nouvelle norme (NF ISO-ASTM 52900), les procédés de fabrication additive se classent tout d'abord en deux groupes, selon qu'ils soient à <u>étape unique</u> ou <u>multi-étapes</u>. C'est la première catégorie qui nous intéresse ici, pour la fusion d'un matériau métallique (voir **Schéma I-3**). La notion d'<u>étape unique</u> désigne les procédés dans lesquels « *les pièces sont fabriquées en une seule opération, dans laquelle la forme géométrique de base et les propriétés matériau du produit prévu sont obtenues simultanément* » (AFNOR, 2016). Attention : ne sont pas considérées comme des étapes les opérations de séparation d'une pièce de son support, ni l'enlèvement de poudre dans la zone de fabrication, ni les post-traitements thermiques, ni les compactions isostatiques à chaud (CIC).



traduit selon la norme NF ISO-ASTM 52900

d'après (AFNOR, 2016)

Les procédés FA « par fusion d'un matériau métallique à étape unique » peuvent ensuite être triés selon 5 critères : l'état physique du matériau, la forme de la matière première utilisée, le mode d'apport de cette matière première jusqu'à la zone de fabrication, la technique additive de base utilisée et la nature de la source énergétique. Ces critères permettent de situer une technique spécifique dans une catégorie de procédé – dont l'appellation fait référence – comme indiqué sur le **Schéma I-4**.

On se place donc dans la catégorie de « *dépôt de matière sous énergie concentrée* ». On préfèrera cependant employer la dénomination anglaise : *Directed Energy Deposition*. En effet, sa notation abrégée **DED** – qui sera sans doute la plus utilisée – est reconnue par la norme et ne pourra pas faire l'objet d'une propriété intellectuelle. Les procédés DED sont ceux dans lesquels « *l'énergie thermique focalisée est utilisée pour faire fondre les matériaux pendant leur dépôt* ». La source d'énergie peut être un laser, un faisceau d'électron ou un arc plasma (AFNOR, 2016). On peut noter que les procédés DED ne s'appliquent qu'aux matériaux métalliques.



d'après (AFNOR, 2016)

Contrairement à sa catégorie d'appartenance – DED – la technique qui nous intéresse ici ne s'est cependant pas encore vue attribuer de dénomination normée (en **rouge** sur le **Schéma I-4**). On choisit donc d'utiliser l'appellation DLD (*Direct Laser Deposition*) pour 3 raisons : la similarité avec l'abréviation DED, l'absence de propriété intellectuelle⁴ (contrairement aux marques *LENS*® (Sandia National Laboratories) ou *DMD*® (DM3D) qui désignent la même technique) et le fait que ce soit le nom générique qui est retenu dans la littérature récente lorsqu'elle tient compte de l'appellation DED (Thompson, et al., 2015) (Shamsaei, et al., 2015). Des exemples de noms couvrant une technique de type DLD sont donnés dans le **Tableau I-4**.

Dénomination	Abréviation
Construction Laser Additive Directe	CLAD®
Direct Laser Deposition	DLD
Direct Metal Deposition	DMD®
Directed Light Fabrication	DLF
Laser Augmented Manufacturing	LAM
Laser Cladding	LC
Laser Direct Casting	LDC
Laser Direct Fabrication	LDF
Laser Direct Manufacturing	LDM
Laser Engineered Net Shaping	LENS®
Laser Powder Deposition	LPD
Laser Powder Fusion	LPF
Laser Rapid Forming	LRF

Tableau I-4 : Quelques notations utilisées pour désigner les techniques de fabrication additive par fusion de poudre projetée à l'aide d'un faisceau laser⁵ d'après (Thompson, et al., 2015) (Shamsaei, et al., 2015)

En français, on préfèrera utiliser la traduction exacte (**Dépôt Laser Direct**), afin de conserver l'abréviation DLD. On remarque que la norme emploie pour DED l'adjectif « *Directed* » (focalisé) et non l'adjectif « *Direct* ». Dans l'absolu, il serait donc plus cohérent de parler de « *Directed Laser Deposition* » (Dépôt de matière sous Laser Focalisé), mais on ne souhaite pas introduire encore une nouvelle désignation. On pourra cependant se référer au procédé DLD par l'expression courante « *projection laser* ». Cela ne fera <u>aucunement</u> référence à la catégorie « *projection de matière* » de la norme (*Material Jetting*)⁶.

⁴ Soumis à changement tant que l'appellation sera absente de la norme

⁵ Il est possible que certaines marques n'aient pas été identifiées comme telles (®).

⁶ Cette technique, propre aux polymères, consiste à déposer sélectivement des gouttelettes du matériau fabriqué (AFNOR, 2016).

I.1.5 Projet FALAFEL

Cette thèse s'inscrivait dans le projet FUI-9 **FALAFEL** (acronyme de *Fabrication Additive par procédés LAser et Faisceau d'ELectrons*). Ce projet, conduit entre 2010 et 2015, était essentiellement soutenu par le pôle Astech dans le cadre du 9^{ième} Fond Unique Interministériel. Il regroupait des industriels du GIFAS (*Dassault Aviation, Airbus Group, Airbus Helicopters, MBDA, Safran Aircraft Engines*), des PME (*Arès Laser, Irepa Laser, Poly-Shape, TPSH*) et des laboratoires (*Mines-ParisTech, Arts & Métiers ParisTech, ENISE, UTBM*).

Le but du projet FALAFEL était d'accompagner le développement des procédés additifs de poudres métalliques en vue de leur industrialisation suivant les exigences aéronautiques. Deux procédés ont été étudiés : l'un était le procédé DLD, de type *Directed Energy Deposition* (DED). L'autre procédé était de type « fusion sur lit de poudre » (*Powder Bed Fusion*, ou PBF). Il s'agissait du SLM, pour *Selective Laser Melting* (fusion sélective par laser de lits de poudre métallique). Une nouvelle machine de DLD a été conçue par Irepa Laser dans le cadre du projet (voir **Figure I-2**).



Figure I-2 : Machine de DLD « *MAGIC LF6000* » conçue par Irepa Laser dans le cadre du projet FALAFEL

(Irepa Laser, 2015)

Parallèlement au présent travail sur le procédé DLD, l'étude du procédé SLM a fait l'objet d'une deuxième thèse au Centre des Matériaux de Mines-Paristech, menée par *Pierre Vinson* et soutenue en décembre 2015 (Vinson, 2015). Une troisième thèse avait pour but le développement de modèles thermiques, métallurgiques et mécaniques afin de simuler numériquement le procédé DLD et le procédé SLM. Cette-ci, menée par *Guillaume Marion*, a été soutenue en octobre 2016 (Marion, 2016).

Le présent travail de thèse fait suite à celui effectué par *Julie Maisonneuve* sur le procédé DLD, dans le cadre du projet PROFIL précédant le projet FALAFEL (Maisonneuve, 2008).

I.2 Procédé étudié : le Dépôt Laser Direct (DLD)

I.2.1 Présentation du procédé DLD

I.2.1.1 Principe



Schéma I-5 : Principe du procédé DLD

Le procédé de **Dépôt Laser Direct**, ou DLD, est le procédé étudié dans cette thèse. Il consiste à projeter sous gaz inerte une poudre au travers d'une buse coaxiale et de la fondre avec une partie du substrat ou de la pièce en construction à l'aide d'un faisceau laser focalisé. Le but est d'obtenir par couches successives une pièce 3D proche des cotes désirées (voir **Schéma I-5**).

I.2.1.2 Intérêts et limitations

En fabrication additive métallique, il est d'usage de comparer les deux principales catégories de procédés (cf. **Schéma I-4** p. **25**) : ceux de type DED (*Directed Energy Deposition*) et ceux de type PBF (*Powder Bed Fusion*). Les procédés DED (dont le DLD) permettent de former des dépôts de dimensions bien plus importantes, tout en assurant un plus fort débit volumique de construction – autrement dit, une productivité plus élevée. Cela est illustré sur le **Graphe I-3**.

Les techniques de type DED permettent également de fondre simultanément des matériaux différents, par exemple pour obtenir des matériaux à gradient de composition. Elles offrent également la possibilité d'utiliser une pièce existante comme support de fabrication, ce qui autorise leur emploi pour de la réparation ou de l'ajout de fonctions.



Graphe I-3 : Comparaison de la productivité des technologies FA de type PBF (*Powder Bed Fusion*) et DED (*Directed Energy Deposition*) d'après (Dutta, et al., 2015)

En revanche, les techniques de type DED offrent une précision dimensionnelle plus limitée que les techniques de fusion sur lits de poudres. Ainsi, elles ne permettent pas de fabriquer des mousses métalliques ou des canaux de refroidissement internes, par exemple. Pour résumer, le procédé DLD est donc réservé aux pièces de grandes dimensions et de géométrie peu complexe, qui nécessitent souvent une rectification des surfaces fonctionnelles et tolèrent une forte rugosité partout ailleurs.

Ce procédé trouve un intérêt dans la fabrication de pièces en petite série, habituellement usinées dans la masse avec un fort taux de copeaux. Signalons également que les fabrications s'effectuent avec le substrat initial pour seul support, n'ayant pas de lit de poudre pour soutenir la matière consolidée. Au-delà d'un certain angle de contre-dépouille (~ 30°), il est nécessaire d'inclure des supports dans la construction, lesquels devront être supprimés post-fabrication (voir **Schéma I-6**).



Schéma I-6 : Exemples de géométries dont les surfaces orientées vers le bas peuvent nécessiter des supports (Marion, 2016)

I.2.1.3 Bain de fusion

Le **bain de fusion** – ou *bain liquide* – est la zone chauffée au-delà de la température de fusion du matériau. Il se forme au contact du faisceau laser et de la matière déjà construite, sous la buse, et se déplace avec elle à la même vitesse. Il se caractérise entre autres par des propriétés physiques (absorbance, rayonnement...), thermiques (vitesse de refroidissement, gradients thermiques...) et géométriques (forme, dimensions...). Le bain est thermodynamiquement instable et ses propriétés à un instant donné sont le résultat de nombreux facteurs (voir **Schéma I-7**).



Schéma I-7 : Phénomènes physiques liés à l'interaction laser/matière (Marion, 2016)

Le bain de fusion s'alimente en captant et en fondant la poudre projetée en continu par la buse. Le rapport de la masse de poudre captée par rapport à la masse projetée par la buse définit un critère essentiel du procédé, le rendement massique de fusion \mathbf{R}_{mf} . L'énergie transférée du bain à la poudre solide pour la faire fondre permet d'abaisser sa température, ce qui augmente ses tensions de surface et tend à le stabiliser. Dès lors que l'apport énergétique cesse, le bain se refroidit puis se solidifie. Les vitesses de refroidissement atteintes en DLD sont comprises entre 10^3 et 10^4 K/s.

I.2.1.4 Maîtrise du procédé

La maîtrise de la microstructure (phases) et de la macrostructure (grains) obtenues passe d'une part par le contrôle des gradients de température et des vitesses de chauffe et de refroidissement du bain et d'autre part par la connaissance de la température de recuit qui s'installe dans la pièce au cours de sa construction. À l'inverse du soudage ou du rechargement laser, il a notamment été démontré qu'augmenter la profondeur de la zone refondue améliorait considérablement la santé métallurgique des pièces en fabrication rapide (Maisonneuve, 2008) (Vilaro, 2011).

En effet, la refusion de plusieurs couches préalablement consolidées permet de limiter le gradient thermique du bain dans la direction de construction et d'homogénéiser un peu mieux la microstructure. Un traitement post-fabrication reste nécessaire car cette microstructure reste sensiblement hors équilibre. Cette profonde zone refondue permet également de supprimer les manques de fusion (particules infondues) et de drainer vers le haut de la pièce les pores de gaz occlus.

Pour certains matériaux, des défauts peuvent apparaître lors de la construction : défauts relatifs à la fabrication (manque de matière, manque d'adhérence, manque de fusion, effondrement...) et des défauts liés au matériau (gaz occlus, fissuration à chaud, liquation, manque de ductilité, fissuration à froid). Tous les défauts de fabrication doivent être surmontés par une optimisation des paramètres d'entrée du procédé. La maîtrise de la thermique du bain formé à la surface de la pièce, de sa taille et de sa forme est quant à elle primordiale pour atténuer voire supprimer les défauts liés au matériau.

I.2.2 Paramètres d'entrée

Le procédé DLD combine des paramètres relatifs à l'installation de projection laser, des paramètres relatifs à la poudre et des paramètres relatifs au substrat. Une liste non exhaustive est donnée dans le **Tableau I-5**. Les catégories de paramètres d'entrée les plus importantes sont présentées ci-après.

Catégorie	Groupe		Paramètres et notations correspondantes
Paramètres	Paramètres opératoires (simples) (cf. Chapitre II , Chapitre III, Chapitre IV , Chapitre V. Chapitre VI)		Puissance du laser P (W) Vitesse de déplacement de la buse V (mm/min) Débit massique de poudre projeté Dm (g/min)
principaux	Paramètres combinés		Énergie linéique El (J/mm) = P/V
(= paramètres	(doubles) (cf.	Chapitre IV,	Énergie massique Em $(I/g) = P/Dm$
du 1 ^{er} ordre)	Chapit	<u>tre V)</u>	Masse linéique Ml (g/mm) = Dm/V
	Paramètres combinés (étendus) (cf. <u>Chapitre IV</u>)		Densité de puissance I (W/mm ²) Énergie surfacique Es (J/mm ²) Énergie volumique Ev (J/mm ³)
Paramètres secondaires	Stratégie de construction des couches	Stratégie de balayage	Motif de balayage choisi Taux de recouvrement entre cordons τ_r Temporisation t_{tempo} (s)
	(cf. Chapitre II,	Stratégie	Incrément de montée de la buse ΔZ (mm)
	<u>Chapitre III</u>)	d'empilement	Changement d'orientation d'une couche à l'autre
	Paramètres relatifs à la configuration de travail (cf. <u>Chapitre III</u> , <u>Chapitre IV</u>)		Distance de travail WD (mm) Défocalisation laser Défoc _L (mm) Défocalisation poudre Défoc _P (mm)
du 2 nd ordre)			Diamètre de spot laser $\Phi_{\rm L}$ (mm)
			Diamètre de spot poudre Φ_P (mm)
	Débits (cf. Chapitre III)		Débit de gaz interne d _{GI} (L/min) Débit de gaz porteur d _{GP} (L/min)
	Environnement de travail		Type d'atmosphère protectrice, pression, concentration en O_2 , concentration en H_2O
Paramètres relatifs à la poudre		poudre	Matériau, distribution granulométrique, morphologie,
(cf. Chapitre VII)			contamination, présence de gaz occlus
Paramètres relatifs au substrat		ubstrat	Matériau, épaisseur, conductivité thermique, état de surface, réflectivité, absorbance, température initiale

Tableau I-5 : Paramètres d'entrée les plus courants du procédé DLD, classés par catégorie, et chapitres du mémoire dans lesquels ils sont étudiés

I.2.2.1 Paramètres principaux

Les **paramètres opératoires**, aussi appelés paramètres principaux ou paramètres du 1^{er} ordre, sont les suivants : la puissance du faisceau laser incident, **P** (W), la vitesse de déplacement de la buse, **V** (mm/min), et le débit massique de poudre en sortie de buse, **Dm** (g/mn). On choisit également de considérer comme paramètres principaux tous les paramètres combinés issus de ces trois paramètres opératoires simples. En l'absence de précision, l'expression « paramètres principaux » fera uniquement référence au triplet **P**, **V**, **Dm**.

Le néologisme « *paramétrie* » désigne une combinaison spécifique des 3 paramètres opératoires (**P**; **V**; **Dm**), exprimée sous une notation simplifiée. Par exemple, la paramétrie **P**1000 **V**500 **Dm**10 indique un réglage de la puissance **P** à 1000 W, un réglage de la vitesse d'avance **V** à 500 mm/min et un réglage du débit massique de poudre **Dm** à 10 g/min.

La mise en œuvre technique et technologique des paramètres opératoires sera traitée dans le <u>Chapitre III</u>. L'étude de l'influence des paramètres principaux (simples comme combinés) fera l'objet d'études paramétriques dont les résultats seront présentés dans le <u>Chapitre IV</u> et le <u>Chapitre V</u>.

I.2.2.2 Configuration de travail

La **configuration de travail** fait référence à l'agencement géométrique du plan de travail (support de dépôt), de l'extrémité de la buse, du faisceau poudre et du faisceau laser (voir **Schéma I-8**). Les paramètres afférents sont les suivants : la distance de travail **WD** (mm) est la distance entre le plan de travail et la buse. La défocalisation laser **Défoc**_L (mm) est la distance entre le plan de travail et le point focal laser. Enfin, la défocalisation poudre **Défoc**_P (mm) est la distance entre le plan de travail et le point focal poudre.



Schéma I-8 : Paramètres relatifs à la configuration de travail du procédé DLD

La mise en œuvre technique et technologique des paramètres relatifs à la configuration de travail sera traitée dans le <u>Chapitre III</u>. La comparaison de configurations de travail différentes sera présentée dans le <u>Chapitre III</u> et les résultats seront détaillés dans le <u>Chapitre IV</u>.

I.2.2.3 Stratégie de construction

La **stratégie de construction** se définit pour un modèle CAO donné. Elle comprend deux sousstratégies.

La première, la **stratégie de balayage**, intervient à l'échelle d'une couche. Elle comprend tous les facteurs qui influencent le déplacement de la buse. Il s'agit en premier lieu du motif de remplissage (voir **Schéma I-9**) mais aussi du nombre de sous-éléments constituants une couche, de la taille de ceux-ci, des temps de pause programmés. La stratégie de balayage a un effet significatif sur la thermique induite dans le matériau et les déformations résiduelles du substrat, comme l'a montré *J. Yu* (voir **Graphe I-4**).



Schéma I-9 : Exemples de motifs de remplissage d'une couche : (a) trame, (b) décalage interne, (c) décalage externe, (d) fractal

(Yu, et al., 2011)



Graphe I-4 : Comparaison des déformations du substrat pour divers motifs de remplissage : (a) trame, (b) décalage interne, (c) décalage externe, (d) fractal

d'après (Yu, et al., 2011)

La **stratégie d'empilement** intervient à l'échelle de la pièce. Elle concerne tous les facteurs pouvant changer d'une couche à l'autre. Elle vise essentiellement à limiter l'anisotropie de construction afin d'obtenir des couches stables et exemptes de défauts de fabrication (manques de fusion, manques de matière). Dans le cas où on remplit chaque couche suivant un motif de cordons parallèles, une stratégie d'empilement couramment utilisée est l'alternance [0°/90°] (voir **Schéma I-10**). De la sorte, les cordons sont croisés d'une couche à l'autre. Cette stratégie permet de limiter l'anisotropie thermique et d'obtenir une meilleure santé matière. La stratégie d'empilement peut aussi consister à décaler les vecteurs de projection des cordons, de sorte à combler plus efficacement les creux inter-cordons de la couche précédente.

La simulation de l'effet de certains paramètres de la stratégie de construction d'une pièce sur la productivité du procédé DLD sera étudiée dans le **Chapitre II**. La mise en œuvre et l'étude de l'influence de trois paramètres de la stratégie sur la construction d'un mur sera traitée dans le **Chapitre III**.



Schéma I-10 : Stratégie d'empilement [0°/90°]

I.2.2.4 Constructions courantes

Dans la mesure du possible, on essayera de distinguer le terme de *fabrication* de celui de *construction*, tous deux employés de nombreuses fois dans ce mémoire. On entend par *fabrication* <u>l'action de fabriquer</u>, autrement dit l'opération effectuée par le procédé. Le terme de *construction* désigne le résultat de cette opération, à savoir la <u>pièce construite</u>. Les constructions dont il sera question par la suite sont illustrées en **Figure I-3**.

- Un **cordon** (ou *dépôt*) est issu d'un seul passage de la buse de projection.
- Un **recouvrement** consiste en plusieurs cordons déposés horizontalement les uns contre les autres de sorte à former une couche continue de matière.
- Un mur monocordon (ou *mur fin*) est une construction rectiligne de plusieurs couches de haut, chacune de ces couches n'étant composée que d'un seul cordon chacune.
- Un **mur multicordon** (ou *mur épais*) est une construction rectiligne de plusieurs couches de haut, chacune de ces couches étant composée d'un recouvrement de plusieurs cordons.



Figure I-3 : Constructions considérées et notations équivalentes

I.2.3 Paramètres de sortie

Les paramètres de sortie – ou *critères* – sont nombreux. On peut les grouper dans plusieurs catégories, contenant eux-mêmes plusieurs groupes. Une liste non-exhaustive d'exemples est donnée dans le **Tableau I-6**, à titre informatif. Tous les paramètres utilisés dans les chapitres suivants seront clairement explicités, y compris les exemples de ce tableau. De plus, une nomenclature reprend au début de chaque chapitre les notations qu'il contient. Enfin, une nomenclature générale est également accessible à la fin du manuscrit (p. **311**). Celle-ci reprend une organisation par catégorie comme dans le **Tableau I-6**,

Catégorie	Groupe	Exemples de paramètres et notations correspondantes		
		Hauteur du dépôt (<mark>H_{app})</mark>		
	Matière apportée lors	Largeur du dépôt (<mark>L_{app})</mark>		
	d'un dépôt	Surface transversale du dépôt (<mark>S_{app})</mark>		
Critères		Rapport d'élancement du dépôt (re_{app})		
géométriques	Zone refondue (ZR)	Profondeur de la zone refondue (H _{ZR})		
(cf. <u>Chapitre IV</u> ,		Largeur de la zone refondue (L _{ZR})		
<u>Chapitre V</u>)	Zone affectée	Profondeur de la zone affectée thermiquement (H _{ZAT})		
	thermiquement (ZAT)	Largeur de la zone affectée thermiquement (LZAT)		
	Géométrie de bain	Rapport d'élancement du bain (re_{bain})		
	liquide	Taux de dilution (τ_{dil})		
Critères	Phases	Nature et proportion des phases en présence, morphologie		
métallurgiques	Grains	Taille de grains, morphologie		
(cf. <u>Chapitre V</u> ,	Dáfaute	Types de défaute dimensions		
<u>Chapitre VII</u>)	Delauts	l ypes de delauts, dimensions		
Dropriótós		Module d'élasticité (E)		
	Propriétés en traction	Limite d'élasticité (Rp 0.2)		
mécaniques		Résistance maximale (Rm)		
(cf. <u>Chapitre VII</u>)		Allongement à rupture (A)		
	Propriétés en fatigue	Ténacité, Nombre de cycles à rupture HCF, LCF		
	Autres	Dureté, résilience, contraintes résiduelles		
Critères	Productivitá	Débit volumique de fabrication (Dv _{fab})		
économiques	Toudetivite	Temps de fabrication (t _{fab})		
(cf. <u>Chapitre II</u> ,				
<u>Chapitre III</u> ,	Rendement massique	Rendement massique de fabrication (R _{mfab})		
<u>Chapitre IV</u> ,	Rendement massique	Rendement massique de fusion (R _m f)		
<u>Chapitre VI</u>)				

Tableau I-6 : Critères de sortie les plus courants du procédé DLD, classés par catégorie, et chapitres du mémoire dans lesquels ils sont étudiés

I.3 Problématique et objectifs de la thèse

I.3.1 Premier axe d'étude : maîtrise paramétrique du procédé DLD

Une étude paramétrique est nécessaire afin de connaître le comportement du couple procédé/matériau. En effet, il n'existe pas, pour l'instant, de loi de comportement transférable de manière fiable à plusieurs machines et/ou plusieurs matériaux. Il y a donc un fort intérêt scientifique et industriel à rechercher des modèles comportementaux pouvant être découplés de la technologie mise en œuvre ou du matériau utilisé. Cependant, avant de pouvoir se pencher de manière pertinente sur la question, il est déjà nécessaire d'avoir une compréhension suffisante du procédé étudié dans l'application d'une technologie spécifique sur un matériau donné.
Dans le cadre de ces travaux de thèse et du projet FALAFEL, les objectifs de l'étude paramétrique sont les suivants :

- Étudier l'influence des principaux paramètres de projection sur machine de grande dimension avec une productivité industrielle, sur l'alliage TA6V.
- Définir un modèle de comportement du procédé, pour des cordons et des murs. Pour une configuration de travail donnée, ce modèle doit déterminer l'influence des paramètres opératoires sur les caractéristiques des constructions (qualités géométriques et métallurgiques, propriétés mécaniques, critères économiques). Ce modèle doit permettre d'en tirer des tendances globales, transférables à une autre machine ou un autre matériau.
- Construire des cartographies de fabrication liant les différents paramètres d'entrée et de sortie observés (critères géométriques et topographiques/dimensionnels, phases en présence, morphologie des grains, défauts, critères économiques). Elles permettront de déterminer des domaines de stabilité de construction et de bonne santé matière.
- Comparer différentes configurations de travail durant la fabrication, en s'attachant en particulier aux aspects rendement de fusion, santé matière et stabilité du bain. Il s'agit également de confirmer les acquis du projet précédent (PROFIL).
- Déterminer des paramétries optimales permettant une construction stable avec un rendement massique de fusion *supérieur à 60%*. Les points de fonctionnement ainsi déterminés sont nécessaires à l'étude du recyclage. Celle-ci doit en effet se baser sur des paramétries éprouvées afin de s'assurer que l'on étudie uniquement l'influence du recyclage de la poudre. Le choix de ces paramétries optimales se fera sur les critères suivants : stabilité de construction, absence de défauts de construction, micro et macrostructures recherchées (phases et grains), épaisseur des parois, qualité topographique, qualité dimensionnelle (respect des cotes), propriétés mécaniques, critères économiques.

À noter : Une des spécificités de ce travail de thèse est l'étude dans un régime de productivité élevée. On entend par là un « réglage de débit de matière projetée suffisant pour avoir, théoriquement, la possibilité d'atteindre le domaine de productivité visé ». Le domaine de forte productivité que l'on vise est compris **entre 100 et 300 cm³/h** (pour du TA6V). Cette productivité est un paramètre de sortie du procédé, donné par la combinaison du débit de matière projeté (paramètre d'entrée) et du rendement massique obtenu (paramètre de sortie). Lorsqu'on parle d'essais « à forte productivité » ou « dans un domaine de forte productivité », on entend implicitement « dans un <u>régime de fonctionnement</u> qui permette d'atteindre un domaine de forte productivité », puisqu'on ne peut pas présager des valeurs de rendement massique que l'on va obtenir en sortie. On considère que le régime que l'on qualifie de « forte productivité » correspond à un **débit massique projeté supérieur ou égal à 10 g/min de TA6V** (soit 136 cm³/h). Ce réglage de débit implique donc d'obtenir un rendement massique minimal de 73.5 % pour avoir une productivité supérieure à 100 cm³/h.

I.3.2 Second axe d'étude : recyclage de la poudre utilisée en DLD

Les caractéristiques de la poudre utilisée ont un impact fort sur le procédé. Par exemple, sa taille moyenne influe sur la stabilité du bain, le rendement de fusion, la rugosité des parois du mur, la forme et la taille de la microstructure. Sa morphologie joue plutôt sur son écoulement à travers le distributeur et la buse et sa répartition granulométrique influe sur l'homogénéité du faisceau de poudre. La poudre peut présenter plusieurs défauts intrinsèques : gaz occlus, satellites, agglomérats, particules difformes et éclaboussures.

Comme on l'a mentionné précédemment, les poudres utilisées coûtent entre 200 et 300 €/kg pour le TA6V et ne sont actuellement pas réutilisées. Cet alliage de titane – le plus commercialisé – est avide d'oxygène et sensible à l'hygrométrie, en particulier sous forme pulvérulente (haute surface spécifique) et lors de montées en température. Ces contaminations, parmi d'autres facteurs, ont un impact significatif sur les propriétés mécaniques des constructions. Ces propriétés d'usage sont le critère d'acceptation principal des pièces construites. Pour ces différentes raisons, l'alliage TA6V est un excellent candidat pour étudier l'influence du recyclage en DLD.

Dans le cadre de ces travaux de thèse et du projet FALAFEL, l'étude du recyclage présente les objectifs suivants :

- Définir une méthodologie de recyclage permettant d'obtenir de la poudre recyclée jusqu'à 3 fois.
- Caractériser l'influence du recyclage sur le comportement du procédé, dans les conditions opératoires choisies (rendement massique de fusion, consommation de poudre, stabilité des dépôts).
- Caractériser l'influence du recyclage sur les poudres utilisées (taille moyenne, répartition granulométrique, morphologie, écoulement, masse volumique apparente ou porosité, structure cristalline, composition chimique globale, contamination, ségrégation chimique, transformations de phases, microstructure (phases, grains)).
- Caractériser l'influence du recyclage sur les pièces construites (microstructures générées, propriétés mécaniques).
- Caractériser l'impact de traitements thermiques sur les pièces obtenues à partir de poudre recyclée (microstructures générées, propriétés mécaniques).

I.4 Conclusion du chapitre

Les procédés de fabrication additive métallique ne sont pas encore adaptés à une utilisation industrielle garantissant fiabilité et rentabilité. C'est dans cette optique qu'a été lancé le projet FALAFEL sur deux procédés additifs, dont le DLD qui fait l'objet de cette thèse.

Deux problématiques ont orienté les recherches : d'une part une problématique « procédé » – à savoir le manque de connaissances sur le comportement du procédé DLD, en particulier dans des régimes de forte productivité – et d'autre part une problématique « matériau », à savoir le coût élevé des poudres de titane et l'importance de leurs caractéristiques sur les constructions.

Pour un aperçu synthétique de la structure du manuscrit et de la démarche d'étude, on pourra se référer au diagramme donné avant l'introduction, en page **10**.

Bibliographie du chapitre

AFNOR. 2014. Norme NF E67-010. Fabrication additive - poudres - spécifications techniques. 2014.

AFNOR. 2015. Norme NF ISO 17296-2. *Fabrication additive - Principes généraux - Partie 2 : Vue d'ensemble des catégories de procédés et des matériaux de base.* 2015.

AFNOR. 2015. Norme NF ISO 17296-3. *Fabrication additive - Principes généraux - Partie 3 : Principales caractéristiques et méthodes d'essai correspondantes.* 2015.

AFNOR. 2015. Norme NF ISO 17296-4. *Fabrication additive - Principes généraux - Partie 4 : Vue d'ensemble des échanges de données.* 2015.

AFNOR. 2016. Norme NF ISO/ASTM 52900. *Fabrication additive - Principes généraux - Terminologie.* 2016.

AFNOR. 2016. Norme NF ISO/ASTM 52915. *Spécification normalisée pour le format de fichier pour la fabrication additive (AMF) Version 1.2.* 2016.

AFNOR. 2013. NormeXP E 67-030. *Fabrication additive - Pièces réalisées par fabrication additive - Cahier des charges et conditions de réception.* 2013.

Bathelot, B. 2016. Définition : Antonomase. *Définitions marketing.* [En ligne] 13 Janvier 2016. http://www.definitions-marketing.com/definition/antonomase/.

Baumers, M., Dickens P., Tuck C. et al. 2016. The cost of additive manufacturing : machine productivity, economies of scale and technology-push. *Technological Forecasting and Social Change*. 2016, Vol. 102, pp. 193-201.

Dutta, B. et Froes, F. H. 2015. The additive manufacturing (AM) of titanium alloys. in : *<u>Titanium</u> Powder Metallurgy*. 2015, ed. M. Qian, F.H. Froes, Elsevier, pp. 447-468.

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

Gao, Wei, et al. 2015. The status, challenges, and future of additive manufacturing in engineering. *Computer-Aided Design.* 2015, Vol. 69, pp. 65-89.

Irepa Laser. 2015. MAGIC LF 6000. *irepa-laser.com.* [En ligne] 16 06 2015. http://www.irepa-laser.com/sites/default/files/styles/parc_machine_640x640/public/fa_parc_machine.jpg?itok=cBP9 Pfej?1480328643709.

Krassenstein, E. 2015. Paralyzed Kitten Walks Again Thanks to a 3D Printed Wheelchair. *3Dprint.* [En ligne] 29 mai 2015. https://3dprint.com/66087/paralyzed-cat-3d-printed-chair/.

Laverne, F., Segonds, F. et Dubois, P. 2016. Fabrication additive - Principes généraux. *Techniques de l'ingénieur*. BM 7017, 2016.

Maisonneuve, J. 2008. *Fabrication directe de pièces aéronautiques en TA6V et IN718 : projection et fusion sélective par laser.* <u>Thèse de doctorat</u>, MINES-ParisTech, 2008.

Marion, G., 2016. *Modélisation de procédés de fabrication additive de pièces aéronautiques et spatiales en Ti-6Al-4V par projection laser et fusion sélective d'un lit de poudre par laser : Approche thermique, métallurgique et mécanique.* <u>Thèse de doctorat</u>, MINES-Paristech, 2016.

Matilainen, V., Piili H., Salminen A., et al. 2014. Characterization of Process Efficiency Improvement in Laser Additive Manufacturing. *Physics Procedia*. 2014, Vol. 56, pp. 317-326.

Nelaturi, S. et Shapiro, V. 2015. Representation and analysis of additively manufactured parts. *Computer-Aided Design.* 2015, Vol. 67-68, pp. 13-23.

Pinkerton, A.J. 2016. Lasers in additive manufacturing. *Optics & Laser Technology.* 2016, Vol. 78, Part A, pp. 25-32.

Ponche, R. 2013. *Méthodologie de conception pour la fabrication additive, application à la projection de poudres.* <u>Thèse de doctorat</u>. École Centrale Nantes, 2013.

Qiu, Chunlei, Ravi, G.A., et al. 2015. Fabrication of large Ti–6Al–4V structures by direct laser deposition. *Journal of Alloys and Compounds.* 2015, Vol. 629, pp. 351-361.

Shamsaei, N., Yadollahi A., Bian, L. et al. 2015. An overview of Direct Laser Deposition for additive manufacturing Part II Mechanical behavior, process parameter optimization and control. <u>*Additive Manufacturing.*</u> 2015, Vol. 8, pp. 12-35.

Thompson, S.M., Bian, L. et al. 2015. An overview of Direct Laser Deposition for additive manufacturing ; Part I : Transport phenomena, modeling and diagnostics. *Additive Manufacturing.* 2015, Vol. 8, pp. 36-62.

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. <u>Thèse de</u>

Vinson, P. 2015. Fabrication rapide et directe de pièces aéronautiques et spatiales au moyen d'un procédé additif et innovant - la fusion sélective par laser de lits de poudre métallique. <u>Thèse de doctorat.</u> MINES-Paristech, 2015.

Yu, Jun, et al. 2011. Influence of laser deposition patterns on part distortion, interior quality and mechanical properties by laser solid forming (LSF). *Materials Science and Engineering.* 2011, Vol. 528, pp. 1094-1104.

Table des illustrations du chapitre

Figures

Figure I-1 : Exemples d'applications de la fabrication additive	20
Figure I-2 : Machine de DLD « MAGIC LF6000 » conçue par Irepa Laser dans le cadre du projet FAL	AFEL
	27
Figure I-3 : Constructions considérées et notations équivalentes	34

Graphes

Graphe I-1 : Évolution simplifiée du coût unitaire de production d'une pièce, en fabrication additive et
avec des procédés traditionnels, en fonction du nombre d'exemplaires produits (à gauche) et en
fonction du degré de complexité ou de customisation (à droite)21
Graphe I-2 : Répartition standard des coûts liés à la fabrication additive en titane, pour des séries de
10 - 30 pièces, de géométrie simple et de taille moyenne (dimension principale comprise entre
600 mm et 900 mm)23
Graphe I-3 : Comparaison de la productivité des technologies FA de type PBF (Powder Bed Fusion) et
DED (Directed Energy Deposition)
Graphe I-4 : Comparaison des déformations du substrat pour divers motifs de remplissage : (a) trame,
(b) décalage interne, (c) décalage externe, (d) fractal

Schémas

Schéma I-1 : Principe de la fabrication additive	19
Schéma I-2 : Chaîne numérique associée à la FA	19
Schéma I-3 : Principes des procédés FA à étape unique et multi-étapes,	24
Schéma I-4 : Vue d'ensemble des principes des procédés FA à étape unique pour les ma	atériaux
métalliques, traduit selon la norme NF ISO-ASTM 52900 – à l'exception du terme 'DLD'	25
Schéma I-5 : Principe du procédé DLD	28
Schéma I-6 : Exemples de géométries dont les surfaces orientées vers le bas peuvent nécess	iter des
supports	29
Schéma I-7 : Phénomènes physiques liés à l'interaction laser/matière	30
Schéma I-8 : Paramètres relatifs à la configuration de travail du procédé DLD	32
Schéma I-9 : Exemples de motifs de remplissage d'une couche : (a) trame, (b) décalage inte	erne, (c)
décalage externe, (d) fractal	
Schéma I-10 : Stratégie d'empilement [0°/90°]	34

Tableaux

Tableau I-1 : Abréviations utilisées dans le Chapitre I	17
Tableau I-2 : Notations utilisées dans le Chapitre I	18
Tableau I-3 : Normes sur la fabrication additive en vigueur en 2016 en France	24
Tableau I-4 : Quelques notations utilisées pour désigner les techniques de fabrication ad	ditive par
fusion de poudre projetée à l'aide d'un faisceau laser	26
Tableau I-5 : Paramètres d'entrée les plus courants du procédé DLD, classés par catégorie, et	chapitres
du mémoire dans lesquels ils sont étudiés	31
Tableau I-6 : Critères de sortie les plus courants du procédé DLD, classés par catégorie, et ch	apitres du
mémoire dans lesquels ils sont étudiés	35

PREMIÈRE PARTIE

MAÎTRISE PARAMÉTRIQUE DU PROCÉDÉ DLD



Chapitre II Productivité et paramètres du procédé

<u> Résumé :</u>

Dans ce chapitre, on cherche à établir un modèle de fabrication simplifié permettant d'étudier l'influence de plusieurs facteurs sur la productivité, au travers du temps de fabrication et du débit volumique de matière consolidée. En se basant sur des optima de fabrication issus du projet PROFIL, on étudie l'influence individuelle de certains paramètres opératoires, de paramètres liés à la stratégie de fabrication ou à la géométrie du cordon. Cela nous permet de déterminer les plages de variation les plus pertinentes pour chacun de ces paramètres.

On utilise également le modèle pour situer des points de fonctionnement issus de résultats existants, dans la perspective d'une application industrielle sur des pièces de grandes dimensions en TA6V. Ces hypothèses de travail mettent en évidence la nécessité d'obtenir des débits volumiques élevés (entre 100 et 300 cm³/h) pour atteindre des temps de fabrication industriellement acceptables. Pour ce faire, il est donc nécessaire d'augmenter le débit volumique projeté mais aussi de maximiser le rendement massique de fusion, en étant toutefois limité par les capacités physiques des distributeurs et de la buse.

Sommaire du chapitre

Chapitre II Productivité et paramètres du procédé 43	
Sommaire du chapitre	
Nomenclature du chapitre	
II.1 Modèle de construction	
II.1.1 But du modèle	
II.1.2 Variables de productivité utilisées	47
II.1.3 Hypothèses du calcul	49
II.1.4 Expression du temps de fabrication	50
II.1.5 Expression du volume de pièce	
II.1.6 Expression du débit volumique de fabrication	53
II.2 Résultats du modèle : Influences paramétriques	
II.2.1 Approche 1 : Influence de la stratégie de fabrication sur la productivit	é54
II.2.2 Approche 2 : Influence de la géométrie du cordon sur la productivité	58
II.2.3 Approche 3 : Influence des paramètres d'entrée sur la productivité	60
II.2.4 Synthèse du modèle	63
II.3 Application aux résultats issus du projet PROFIL	
II.3.1 Problématique	64
II.3.2 Voies d'amélioration	65
II.4 Conclusion du chapitre	
Bibliographie du chapitre	
Table des illustrations du chapitre	

Nomenclature du chapitre

Abréviation	Signification
CAO	Conception Assistée par Ordinateur
DLD	Direct Laser Deposition (Dépôt Direct par Laser)
FALAFEL	Fabrication Additive par LAser et Faisceau d'ELectrons
MAGIC	Machine Aéronautique Gaz Inerte Clad
SLM	Selective Laser Melting
TA6V	Appellation usuelle de l'alliage de titane Ti-6Al-4V

Tableau II-1 : Abréviations utilisées dans le Chapitre II

Notation	Unité	Description	
Dv ^{max '} instantané	cm ³ /h	Débit volumique instantané alternatif (selon paramètres d'entrée)	
Dv ^{max} instantané	cm ³ /h	Débit volumique instantané (pour une section de dépôt maximisée)	
R ^{max} _{mg}	-	Rendement massique géométrique d'après section de dépôt maximisée	
t ^{approché}	h	Temps approché de fabrication d'une pièce	
t ^{min}	h	Temps minimum de fabrication d'une pièce	
Dm	g/min	Débit massique de poudre en sortie de buse	
DVfab	cm ³ /h	Débit volumique de fabrication (pour l'ensemble d'une pièce)	
Dvfusion	cm ³ /h	Débit volumique de fusion et consolidation (sans temporisations)	
DV instantané	cm ³ /h	Débit volumique instantané (pour une section de dépôt)	
Dv projeté	cm ³ /h	Débit volumique en sortie de buse (= débit volumique maximum)	
Ev	mm	Écart-vecteur entre deux cordons juxtaposés	
Happ	mm	Hauteur de la zone apportée lors d'un dépôt (= cordon)	
Hcouche	mm	Hauteur d'une couche	
Hpièce	mm	Hauteur d'une pièce parallélépipédique	
Lapp	mm	Largeur de la zone apportée lors d'un dépôt (= cordon)	
Lcarré	mm	Longueur d'un carré élémentaire	
Ncarrés/couche	-	Nombre de carrés élémentaires dans une couche	
Ncordons/carré	-	Nombre de cordons par carré élémentaire	
Ncouches	-	Nombre total de couches d'une pièce	
N _{Ev/carré}	-	Nombre d'écarts-vecteurs par carré élémentaire	
Р	W	Puissance du faisceau laser incident	
R _{mf}	-	Rendement massique de fusion par pesée	
Rmfab	-	Rendement massique de fabrication par pesée	
R _{mg}	-	Rendement massique géométrique d'après une section de dépôt	
Sapp	mm ²	Surface de la zone apportée lors d'un dépôt (= cordon)	
Sbase	mm ²	Surface de la base d'une pièce parallélépipédique	
Scouche	mm ²	Surface d'une couche	
t _{fab}	h	Temps total de fabrication d'une pièce	
t _{lasage/carré}	h	Temps de lasage d'un carré élémentaire	
tlasage/cordon	h	Temps de lasage d'un cordon	
tlasage/couche	h	Temps de lasage d'une couche	
t _{tempo}	S	Temporisation après lasage d'un motif élémentaire	
V	mm/min	Vitesse de déplacement de la buse (= vitesse de balayage du faisceau laser)	
vol _{max}	cm ³	Volume utile maximum	
volpièce	cm ³	Volume de la pièce à construire	
β	-	Facteur de forme liant la largeur de cordon au diamètre de spot laser	
Г	-	Taux de remplissage du volume utile	
ΔΖ	mm	Incrément de montée de la buse à chaque couche	
ρτα6ν	g/cm ³	Masse volumique du TA6V	
$ au_{ m r}$	-	Taux de recouvrement entre deux cordons juxtaposés	
$\Phi_{\rm L}$	mm	Diamètre du spot formé par le faisceau laser sur le plan de travail	

Tableau II-2 : Notations utilisées dans le Chapitre II

II.1 Modèle de construction

II.1.1 But du modèle

Le projet FALAFEL vise l'industrialisation des procédés de fabrication additive, notamment par la construction d'une machine DLD industrielle, nommée « MAGIC » (*Machine Aéronautique Gaz Inerte Clad*). Celle-ci, achevée en 2012, permet la fabrication de pièces de grand volume : le diamètre maximum est de 600 mm et la longueur maximum est de 1000 mm (soit un volume utile de 282 dm³). La masse admissible est de 300 kg – soit l'équivalent d'un volume de TA6V totalement dense de 68 dm³ (cette limite en masse sera occultée dans ce chapitre).

Le présent travail de thèse s'oriente vers la connaissance du procédé dans des régimes opératoires « industriels », non étudiés jusque-là. Ces domaines de fonctionnement sont les suivants :

- Contournement en mono-cordon : débit volumique de fabrication entre 10 et 30 cm³/h.
- Remplissage en multi-cordons : débit volumique de fabrication entre 100 et 300 cm³/h. C'est uniquement ce deuxième régime qui nous intéresse.

De plus, l'obtention des débits volumiques désirés doit être couplée avec un rendement massique **supérieur à 60 %**.

On a mis en place un modèle de fabrication d'une pièce par DLD. Celui-ci doit seulement nous permettre de déterminer analytiquement l'influence des paramètres opératoires et de la stratégie de fabrication sur la productivité du procédé, indépendamment de la machine ou du matériau. Cela nous permettra de définir les plages de variation des paramètres étudiés permettant d'atteindre les domaines de productivité visés.

Un modèle analogue à celui présenté ici a été développé par *P. Vinson* dans le cas du procédé SLM pour le projet FALAFEL (Vinson, 2015). Il inclut des facteurs propres à la fusion d'un lit de poudre (retrait axial et radial lors de la consolidation, porosité du lit de poudre, temps de mise en couche). Les domaines de productivité atteints en DLD sont sensiblement plus élevés que ceux atteints en SLM – ces deux procédés ne se destinant pas aux mêmes applications.

Rappelons un **point important de la fabrication additive** : la mise en œuvre industrielle doit s'inscrire dans une **démarche globale d'optimisation** entre la pièce à produire et le procédé utilisé. L'amélioration de la productivité est à chercher tant lors de la fabrication (comme on l'a étudié avec notre modèle) qu'en amont de celle-ci. Cela nécessite une **méthodologie de conception** aussi judicieuse que possible, tant au niveau CAO (reconception de pièces adaptées à la fabrication additive) que CFAO (positionnement de la pièce, épaisseur des couches, angles limites de contre-dépouille...).

Le gain sur le temps de fabrication peut être significatif. Ainsi, *Ashan* donne l'exemple d'une pièce issue d'un même modèle CAO pour laquelle la fabrication dure entre 306 min et 368 min suivant la méthodologie appliquée, soit un écart de 17 % sur le temps de fabrication (Ahsan, et al., 2015). On pourra également se référer aux travaux de thèse de *Rémi Ponche* sur la méthodologie de conception appliquée au procédé DLD (Ponche, 2013).

II.1.2 Variables de productivité utilisées

Avant de poursuivre, il convient de se familiariser avec les différentes variables de débit et de rendement utilisées dans ce manuscrit. Tout d'abord, le débit massique de poudre **Dm** (g/min) peut être converti en un débit volumique projeté **Dv**_{projeté} (cm³/h). Ces deux débits sont des paramètres opératoires qui définissent seulement la quantité de matière projetée par la buse.

$$\mathbf{D}\mathbf{v}_{\mathbf{projet}\acute{e}} = rac{\mathbf{D}\mathbf{m}}{\mathbf{\rho}_{\mathrm{TA6V}}}$$
 II-1

La productivité *effective* repose sur un débit volumique de fabrication Dv_{fab} (cm³/h). Il se présente comme le rapport entre un volume de pièce $vol_{pièce}$ (cm³) et le temps de fabrication pour y parvenir t_{fab} (h) :

$$Dv_{fab} = \frac{vol_{pièce}}{t_{fab}}$$
 II-2

Ce débit volumique de fabrication Dv_{fab} est lié au débit volumique projeté $Dv_{projeté}$ par le rendement massique de fabrication R_{mfab} :

$$R_{mfab} = \frac{Dv_{fab}}{Dv_{projet\acute{e}}}$$
II-3

Le temps de fabrication t_{fab} peut être divisé en deux composantes : la durée totale d'activation du laser pour fondre la matière, t_{fusion} (h), et la durée cumulée de toutes les temporisations durant la fabrication, $t_{tempo \ total}$ (h):

$$\mathbf{t_{fab}} = \mathbf{t_{fusion}} + \mathbf{t_{tempo \ total}}$$
 II-4

Cette précision est importante, puisque, pour une paramétrie donnée, le temps de fusion sera incompressible. En revanche, la durée totale de temporisation relève de la stratégie de construction. Elle peut donc varier suivant la méthodologie de conception choisie, comme montré en section **II.1.1**.

On définit alors un débit volumique de fusion Dv_{fusion} (cm³/h) qui ne traduit que la matière fondue et consolidée, sans tenir compte des temporisations.

$$Dv_{fusion} = \frac{vol_{pièce}}{t_{fusion}}$$
II-5

Le rendement massique de fusion, \mathbf{R}_{mf} , est un critère essentiel dans les chapitres suivant puisque c'est lui que l'on cherchera à optimiser par la maîtrise du procédé.

$$R_{mf} = \frac{Dv_{fusion}}{Dv_{projet\acute{e}}}$$
II-6

Dv_{fusion} comme **R**_{mf} ne dépendent pas de la méthodologie de conception. C'est sur la base de ces deux critères que l'on pourra objectivement juger des gains de performances entre plusieurs configurations de travail et plusieurs paramétries (ce point sera l'objet des résultats présentés dans le <u>Chapitre IV</u>). Ce sont également ces critères qui permettent de se comparer avec d'autres travaux sur le DLD ou même d'autres procédés de FA. Dans la littérature, **Dv**_{fusion} et **R**_{mf} sont souvent appelés « vitesse de construction » (*build rate*) et « rendement » (*deposition efficiency*). Cependant, il n'est pas toujours possible de s'en assurer puisque ces termes sont parfois utilisés sans être suffisamment explicités.

On définit également un débit volumique « instantané », $Dv_{instantané}$ (cm³/h). Celui-ci donne une approximation du débit volumique en se basant uniquement sur la géométrie d'un cordon et sur la vitesse d'avance programmée de la buse, V. Pour S_{app} la section transversale d'un cordon à un instant donné, l'expression de $Dv_{instantané}$ est la suivante :

$$Dv_{instantané} = S_{app} * V$$
 II-7

À ce débit $Dv_{instantan\acute{e}}$ correspond un rendement massique que l'on nomme rendement massique géométrique R_{mg} défini comme tel :

$$R_{mg} = \frac{Dv_{instantané}}{Dv_{projeté}}$$
II-8

La plupart du temps, on ne dispose pas de la mesure de la section transversale du cordon S_{app} . On est alors amené à assimiler le cordon à un parallélépipède, de telle sorte que la section transversale soit égale à un rectangle de hauteur H_{app} et de largeur L_{app} . Cette géométrie maximale n'est pas possible en pratique, mais elle sert à donner une limite supérieure au volume de cordon dans notre modèle. Les dimensions H_{app} et L_{app} sont celles données par la forme du cordon réel. L'expression de ce débit volumique instantané maximisé est la suivante :

$$Dv_{instantané}^{max} = H_{app} * L_{app} * V$$
 II-9

À ce débit $\mathbf{Dv}_{instantané}^{max}$ correspond un rendement massique géométrique maximisé \mathbf{R}_{mg}^{max} :

$$\mathbf{R}_{mg}^{max} = \frac{\mathbf{D}\mathbf{v}_{instantan\acute{e}}^{max}}{\mathbf{D}\mathbf{v}_{projet\acute{e}}}$$
II-10

La synthèse de ces notations est présentée dans le **Tableau II-3**. Les relations entre ces différentes variables sont données dans les équations **II-11**, **II-12**, **II-13** et **II-14**.

Débit volumique	Rendement	Remarque
Dv projeté	-	Référence
Dv _{fusion}	R _{mf}	Ne tient pas compte des temps de pause
Dv _{fab}	R _{mfab}	Intègre tous les facteurs, y compris la stratégie de fabrication
Dv instantané	R _{mg}	Se base uniquement sur une section de cordon
Dv ^{max} instantané	R ^{max} _{mg}	Se base uniquement sur une section de cordon maximisée

Tableau II-3 : Correspondance des variables de productivité et rendement de l'étude

$$Dv_{projet\acute{e}} > Dv_{fusion} > Dv_{fab}$$
 II-11

$$R_{mf} > R_{mfab}$$
 II-12

$$Dv_{instantan\acute{e}}^{max} > Dv_{instantan\acute{e}} > Dv_{fab}$$
 II-13

$$\mathbf{R}_{\mathrm{mg}}^{max} > \mathbf{R}_{\mathrm{mg}} > \mathbf{R}_{\mathrm{mfab}}$$
 II-14

II.1.3 Hypothèses du calcul

Les hypothèses faites pour établir ce modèle sont les suivantes (voir **Schéma II-1**) : on considère que la fabrication se fait en continu, sans interruption machine. On construit une pièce parallélépipédique parfaitement dense. La stratégie de fabrication retenue consiste à décomposer cette pièce en couches identiques, puis à décomposer chaque couche en un nombre fini de motifs élémentaires. Le motif élémentaire retenu est un pavé formant un carré dans le sens de la couche. Enfin, chaque carré se compose d'un nombre fini de cordons parallélépipédiques juxtaposés.



Schéma II-1 : Décomposition d'une pièce à construire en motifs élémentaires

On cherche une expression du débit volumique de fabrication Dv_{fab} (cm³/h). On peut l'écrire comme le rapport entre le volume de pièce à construire $vol_{pièce}$ (cm³) et le temps de fabrication pour y parvenir t_{fab} (h) :

$$Dv_{fab} = \frac{vol_{pièce}}{t_{fab}}$$
II-15

On veut exprimer ce débit volumique en fonction des paramètres d'entrée du procédé. On va pour cela procéder en deux temps : on recherche en premier une expression de t_{fab} , puis ensuite une expression de $vol_{pièce}$.

II.1.4 Expression du temps de fabrication

On veut définir une relation entre le temps de fabrication t_{fab} d'une pièce et les paramètres d'entrée retenus. Soit $N_{couches}$ le nombre total de couches nécessaires pour construire la pièce (défini d'après le tranchage CAO de celle-ci) et $t_{lasage/couche}$ le temps mis pour consolider une couche complète de matière. Le temps de fabrication s'exprime sous la forme :

$$\mathbf{t_{fab}} = \mathbf{N_{couches}} * \mathbf{t_{lasage/couche}}$$
 II-16

On choisit une stratégie de fabrication consistant à décomposer une même couche en plusieurs volumes identiques, de surface carrée. $N_{carrés/couche}$ est le nombre de carrés formant une couche. Si $t_{lasage/carré}$ est le temps nécessaire pour consolider un seul carré de matière, le temps de lasage d'une couche complète s'exprime donc sous la forme :

$$t_{lasage/couche} = N_{carrés/couche} * t_{lasage/carré}$$
II-17

Pour consolider un carré de matière, la buse dépose un nombre $N_{cordons/carré}$ de cordons juxtaposés par allers-retours (alternance de cordons [90°/-90°] de sorte à limiter les déplacements de la buse et homogénéiser la thermique de la construction). La buse se déplace à une vitesse **V**. On néglige le temps de déplacement pour se repositionner correctement en début de cordon. En revanche, la buse observe un temps de pause t_{tempo} après chaque carré, à minima pour se repositionner au début du carré suivant. Si **L**_{carré} est la longueur du côté d'un carré, c'est donc aussi la longueur de chacun des cordons. On peut donc exprimer le temps de lasage par carré sous la forme :

$$t_{lasage/carré} = t_{lasage/cordon} * N_{cordons/carré} + t_{tempo}$$
 II-18

$$t_{lasage/cordon} = \frac{L_{carré}}{V}$$
 II-19

À partir des équations **II-16**, **II-17**, **II-18**, **II-19**, on obtient donc l'expression suivante pour le temps de fabrication total :

$$t_{fab} = N_{couches} * N_{carrés/couche} * \left(\frac{L_{carré}}{V} * N_{cordons/carré} + t_{tempo}\right)$$
 II-20

On a donc une expression du temps de fabrication dépendant de la stratégie de fabrication (nombre total de couches, nombre de carrés composant une couche, nombre de cordons composant un carré, la longueur d'un carré, temporisation après chaque carré) et de la vitesse de déplacement de la buse. Cette expression dépend donc essentiellement de la stratégie de fabrication mais ne nous renseigne que sur l'influence d'un seul paramètre de projection, **V**.

On cherche à obtenir une expression qui prend en compte les dimensions des constructions. Pour cela, on considère un carré non pas suivant la direction de dépôt mais transversalement aux cordons (voir **Schéma II-2**). Chacun de ces cordons possède une même hauteur H_{app} et une même largeur L_{app} . À noter : cette largeur apparente d'un dépôt, L_{app} , est parfois appelée e_{app} dans certains travaux, pour *épaisseur apparente*. Cette appellation est à proscrire : l'épaisseur désigne généralement la dimension la plus faible d'une forme, ce qui peut prêter à confusion avec H_{app} .

On définit l'écart-vecteur $\mathbf{E}_{\mathbf{v}}$ (mm) comme la distance séparant la ligne directrice de chaque cordon. Pour $\mathbf{E}_{\mathbf{v}} < \mathbf{L}_{app}$, il y a recouvrement entre cordons juxtaposés.



Schéma II-2 : Écart-vecteur entre cordons juxtaposés

Si on fait le bilan d'un carré transversalement aux cordons, on voit que sa largeur $L_{carré}$ est égale à la somme des écarts-vecteur entre chacun de ses cordons, à laquelle il faut ajouter la moitié de la largeur du premier cordon déposé ainsi que la moitié de la largeur du dernier. En effet, ces cordons ne sont recouverts que d'un côté. Pour un nombre $N_{cordons/carré}$ de cordons, il y a un nombre ($N_{cordons/carré}$ -1) d'écarts-vecteur, puisque ceux-ci représentent un intervalle. On peut donc écrire :

$$L_{carré} = N_{E_v/carré} * E_v + 2 * \left(\frac{1}{2} * L_{app}\right) = \left(N_{cordons/carré} - 1\right) * E_v + L_{app} \qquad \text{II-21}$$

 E_v rajoute cependant une variable alors qu'il dépend directement de L_{app} . On veut donc simplifier la formule en l'exprimant en fonction de ce dernier. Pour cela, on préfère définir le recouvrement par un paramètre *adimensionnel* relevant de la stratégie de fabrication, le taux de recouvrement τ_r :

$$\tau_r = \frac{L_{app} - E_v}{L_{app}} = 1 - \frac{E_v}{L_{app}} \qquad \qquad \text{II-22}$$

On peut ainsi exprimer E_v en fonction de L_{app} :

$$\mathbf{E}_{\mathbf{v}} = \mathbf{L}_{\mathbf{app}} * (\mathbf{1} - \mathbf{\tau}_{\mathbf{r}})$$
 II-23

En remplaçant **E**_v par son expression dans l'équation **II-21**, on obtient donc :

$$L_{carr\acute{e}} = \left(N_{cordons/carr\acute{e}} - 1\right) * L_{app} * (1 - \tau_r) + L_{app} \qquad \qquad \text{II-24}$$

On préfère cependant exprimer $N_{cordons/carré}$ en fonction de $L_{carré}$ plutôt que l'inverse. En effet, les deux paramètres relèvent de la stratégie de fabrication, mais dans la pratique c'est la taille d'un motif élémentaire (donc $L_{carré}$) qui va être utilisée comme paramètre de réglage, car elle est plus pertinente. L'équation II-24 nous permet donc d'écrire :

$$\left(N_{cordons/carr\acute{\mathrm{e}}}-1\right)=\frac{L_{carr\acute{\mathrm{e}}}-L_{app}}{L_{app}*(1-\tau_r)} \hspace{1.5cm} \text{II-25}$$

Donc
$$\left(N_{cordons/carré} - 1\right) = \left[\frac{L_{carré}}{L_{app} * (1 - \tau_r)}\right] - \left(\frac{1}{1 - \tau_r}\right)$$
 II-26

$$N_{cordons/carré} = \left[\frac{L_{carré}}{L_{app} * (1 - \tau_r)}\right] - \left(\frac{1}{1 - \tau_r}\right) + \left(\frac{1 - \tau_r}{1 - \tau_r}\right)$$
II-27

On obtient finalement l'expression du nombre de cordons par carré qui est fonction du taux de recouvrement τ_r , de la largeur apparente du cordon L_{app} et de la longueur $L_{carré}$ du côté d'un carré.

$$N_{cordons/carré} = \left[\frac{L_{carré}}{L_{app} * (1 - \tau_r)}\right] - \left(\frac{\tau_r}{1 - \tau_r}\right)$$
II-28

Il faut bien noter que contrairement à τ_r et $L_{carré}$, une valeur de L_{app} n'est valable que pour une paramétrie (**P**, **V**, **Dm**) définie.

On peut enfin remplacer $N_{cordons/carre}$ par son expression dans l'équation II-20 du temps global de fabrication :

$$t_{fab} = N_{couches} * N_{carrés/couche} * \left[\frac{L_{carré}}{V} * \left(\frac{L_{carré}}{L_{app}} * (1 - \tau_r) - \frac{\tau_r}{1 - \tau_r} \right) + t_{tempo} \right]$$
 II-29

II.1.5 Expression du volume de pièce

On peut exprimer le volume de pièce $vol_{pièce}$ (cm³) en fonction du volume utile maximum de la machine, vol_{max} (cm³), en faisant appel à un taux de remplissage Γ :

$$vol_{pièce} = \Gamma * vol_{max}$$
 II-30

On peut également exprimer le volume de pièce $vol_{pièce}$ (cm³), supposée parallélépipédique et parfaitement dense, comme le produit de sa surface de base par sa hauteur :

$$vol_{pièce} = S_{base} * H_{pièce}$$
 II-31

La surface de base S_{base} est égale à la surface d'une couche S_{couche} (mm²), qui peut s'exprimer en fonction du découpage en motifs élémentaires, dans notre cas des carrés de côté $L_{carré}$ (mm) :

$$S_{base} = S_{couche} = N_{carrés/couche} * S_{carré} = N_{carrés/couche} * (L_{carré})^2$$
 II-32

La hauteur $H_{pièce}$ est quant à elle égale à la somme de la hauteur de chaque couche H_{couche} (mm), supposée constante, qui est donnée par la hauteur d'un cordon H_{app} (mm). On a donc :

$$H_{pièce} = N_{couches} * H_{couche} = N_{couches} * H_{app}$$
 II-33

L'équation II-31 devient donc :

$$vol_{pièce} = N_{couches} * N_{carrés/couche} * H_{app} * (L_{carré})^2$$
 II-34

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Donc

II.1.6 Expression du débit volumique de fabrication

On peut donc exprimer le débit volumique de fabrication **Dv**_{fab} à partir des équations **II-29** et **II-34** :

$$Dv_{fab} = \frac{vol_{pièce}}{t_{fab}} = \frac{N_{couches} * N_{carrés/couche} * H_{app} * (L_{carré})^2}{N_{couches} * N_{carrés/couche} * \left[\frac{L_{carré}}{V} * \left(\frac{L_{carref}}{L_{app} * (1 - \tau_r)} - \frac{\tau_r}{1 - \tau_r}\right) + t_{tempo}\right]}$$
II-35

On obtient :

$$Dv_{fab} = \frac{H_{app} * (L_{carré})^{2}}{\frac{L_{carré}}{V} * \left(\frac{L_{carré}}{L_{app} * (1 - \tau_{r})} - \frac{\tau_{r}}{1 - \tau_{r}}\right) + t_{tempo}}$$
II-36

Pour simplifier la formule, on exprime plutôt **t**_{fab} en fonction de **Dv**_{fab} et **vol**_{pièce} :

$$\mathbf{t}_{fab} = \frac{\mathbf{vol}_{pièce}}{\mathbf{Dv}_{fab}} = \frac{\mathbf{vol}_{pièce}}{\mathbf{H}_{app} * (\mathbf{L}_{carré})^2} * \left[\frac{\mathbf{L}_{carré}}{\mathbf{V}} * \left(\frac{\mathbf{L}_{carré}}{\mathbf{L}_{app} * (1 - \tau_r)} - \frac{\tau_r}{1 - \tau_r} \right) + \mathbf{t}_{tempo} \right] \quad \text{II-37}$$

Soit en développant :

$$t_{fab} = \frac{vol_{pièce}}{H_{app} * V} * \left(\frac{1}{L_{app} * (1 - \tau_r)} - \frac{1}{L_{carré}} * \frac{\tau_r}{1 - \tau_r}\right) + \frac{vol_{pièce}}{H_{app} * (L_{carré})^2} * t_{tempo}$$
 II-38

Soit:
$$\mathbf{t}_{fab} = \frac{\mathbf{vol}_{pièce}}{\mathbf{H}_{app} * \mathbf{L}_{app} * \mathbf{V}} * \left(\frac{1}{(1 - \tau_r)} - \frac{\mathbf{L}_{app}}{\mathbf{L}_{carré}} * \frac{\tau_r}{1 - \tau_r}\right) + \frac{\mathbf{vol}_{pièce}}{\mathbf{H}_{app} * (\mathbf{L}_{carré})^2} * \mathbf{t}_{tempo}$$
II-39

Comme précisé dans les hypothèses, on considère que :

$$Dv_{instantané}^{max} = H_{app} * L_{app} * V$$
 II-40

Ce qui donne donc comme expression du temps de fabrication de la pièce :

$$t_{fab} = vol_{pièce} * \left[\frac{1}{Dv_{instantané}^{max}} * \left(\frac{1}{(1 - \tau_r)} - \frac{L_{app}}{L_{carré}} * \frac{\tau_r}{1 - \tau_r} \right) + \frac{1}{H_{app} * (L_{carré})^2} * t_{tempo} \right]$$
 II-41

Cette expression nous permet de mettre en évidence un temps de fabrication minimum t_{fab}^{min} (h), aussi appelé temps de fabrication critique. Celui-ci est logiquement obtenu sans aucun recouvrement entre cordons (τ_r nul) et sans temporisation après chaque motif élémentaire (t_{tempo} inexistante). Il ne représente pas une condition réellement atteignable mais l'asymptote vers laquelle tend ce modèle :

$$\mathbf{t}_{fab}^{min} = \frac{\mathbf{vol}_{pièce}}{\mathbf{Dv}_{instantan\acute{e}}^{max}}$$
II-42

On peut remarquer que dans la pratique $L_{carré}$ sera souvent bien supérieure à L_{app} . Dans ce cas, l'équation **II-41** va tendre vers une expression plus simple. En effet :

$$\lim_{L_{carré} \gg L_{app}} \left(\frac{L_{app}}{L_{carré}} \right) = 0$$
 II-43

De plus

us
$$\frac{1}{H_{app} * (L_{carré})^2} = \left(\frac{L_{app}}{L_{app}}\right) * \frac{1}{H_{app} * (L_{carré})^2} = \left(\frac{1}{H_{app} * L_{app}}\right) * \left(\frac{L_{app}}{(L_{carré})^2}\right)$$
II-44

Donc
$$\lim_{L_{carré} \gg L_{app}} \left(\frac{1}{H_{app} * (L_{carré})^2} \right) = \lim_{L_{carré} \gg L_{app}} \left(\frac{1}{H_{app} * L_{app}} * \frac{L_{app}}{(L_{carré})^2} \right) = 0$$
 II-45

On définit la limite de cette simplification comme un temps approché de fabrication :

$$t_{fab}^{approché} = \frac{vol_{pièce}}{Dv_{instantané}^{max}} * \frac{1}{1 - \tau_r} = t_{fab}^{min} * \frac{1}{1 - \tau_r}$$
 II-46

L'expression du débit volumique de fabrication s'obtient à partir de l'équation II-41 :

$$\mathbf{Dv}_{fab} = \left[\frac{1}{\mathbf{Dv}_{instantan\acute{e}}}^{max} * \left(\frac{1}{(1-\tau_r)} - \frac{\mathbf{L}_{app}}{\mathbf{L}_{carr\acute{e}}} * \frac{\tau_r}{1-\tau_r}\right) + \frac{1}{\mathbf{H}_{app} * (\mathbf{L}_{carr\acute{e}})^2} * \mathbf{t}_{tempo}\right]^{-1} \quad \text{II-47}$$

II.2 Résultats du modèle : Influences paramétriques

II.2.1 Approche 1 : Influence de la stratégie de fabrication sur la productivité

II.2.1.1 Conditions d'application retenues

Cette première approche du modèle correspond au cas où l'on connaît la forme du cordon (H_{app}, L_{app}) et le triplet associé (P, V, Dm). L'expression du temps de fabrication ne change pas (voir l'équation **II-41**). On peut alors étudier l'influence des variables restantes dans la formule, à savoir le volume de pièce **vol_{pièce}** ainsi que les paramètres liés à la stratégie de fabrication ($L_{carré}, \tau_r, t_{tempo}$).

Pour définir les constantes, on se place dans une paramétrie optimisée issue des travaux de *J. Maisonneuve* dans le cadre du projet PROFIL (Maisonneuve, 2008). Il s'agit du point de fonctionnement étudié dont la productivité est la plus élevée : P = 950 W; V = 1016 mm/min; Dm = 18 g/min (soit $Dv_{projeté} = 244 \text{ cm}^3/\text{h}$). Ces résultats ont été obtenus avec le même couple machine/matériau que pour les essais de cette thèse, à savoir la projection de TA6V avec une machine *Optomec LENS 850R*. Ces conditions ont donné une hauteur de cordon H_{app} de 0.584 mm et une largeur de cordon L_{app} de 2.9 mm. Elles correspondent à un rendement massique géométrique de 42 %, ce qui correspond à un débit volumique $Dv_{instantané}^{max}$ de 103 cm³/h. Les plages de variation choisies pour les variables sont les suivantes : le volume **vol**_{pièce} va **de 0 à 282 dm**³, soit **entre 0 et 100** % du volume utile de la machine MAGIC construite pour le projet FALAFEL (en supposant qu'il n'y ait pas de limite de masse). La longueur d'un carré élémentaire L_{carré} varie **de 0 à 40 mm**. Le taux de recouvrement τ_r varie **de 0 à 100** %. Enfin, la temporisation après lasage d'un carré élémentaire t_{tempo} va **de 0 à 5 s**.

On a mis en évidence sur les graphes des domaines de productivité *optimisés* (en vert clair). Il s'agit des domaines dans lesquels il est préférable de faire évoluer chaque paramètre pour maximiser la productivité atteinte (ou bien pour limiter l'impact négatif de ce paramètre, selon le point de vue adopté). Ces domaines sont inférieurs aux domaines visés dans le cadre de FALAFEL (100 – 300 cm³/h). *Cela est normal* puisque chaque domaine ne concerne qu'un seul paramètre, or ce n'est pas le réglage d'une unique variable qui doit permettre d'atteindre les domaines de forte productivité mais la combinaison de *tous* les paramètres. Pour cette première approche, on considère que les domaines optimisés sont tels que l'écart entre **Dv**_{fab} et **Dv**_{instantané} est inférieur à 35 cm³/h.





Graphe II-1 : Influence du volume à construire sur le temps de fabrication et le débit volumique (avec $L_{carré}$ = 25 mm ; τ_r = 30 % ; t_{tempo} = 2 s ; V = 1016 mm/min ; H_{app} = 0.584 mm ; L_{app} = 2.9 mm)

Le **Graphe II-1** montre une dépendance linéaire des temps de fabrication t_{fab} , $t_{fab}^{approché}$ et t_{fab}^{min} avec le volume construit **vol**_{pièce}. Cela est logique étant donné que ce volume apparaissait comme facteur prépondérant dans la formule utilisée (voir l'équation **II-41**). Les temps de fabrication obtenus sont élevés, mais il faut relativiser : le maximum (plus de 170 jours) suppose de construire un bloc parfaitement dense de 282 dm³ (le volume maximum), ce qui ne présente aucun intérêt en fabrication additive. Les pièces « réalistes » auront un volume de matière dense bien inférieur, même celles de « grandes » dimensions (approchant les limites de la zone utile de la machine suivant un ou deux axes). Cependant, il faut bien se rendre compte du temps pris par une construction, même à volume « raisonnable » (30 jours pour une pièce de 50 dm³).

Le calcul du temps de fabrication approché $t_{fab}^{approché}$ semble pertinent : l'écart avec t_{fab} est faible, bien qu'il s'accentue avec le volume $vol_{pièce}$. L'écart est en revanche non négligeable avec t_{fab}^{min} , et ce dès les faibles valeurs. Comme dit précédemment, celui-ci vise à définir une limite, pas une condition réaliste.

Le calcul du débit volumique ne dépendant pas de **vol**_{pièce}, il est donc normal d'obtenir des valeurs constantes pour les débits Dv_{fab} et $Dv_{instantané}^{max}$. L'écart entre les deux est significatif, mais tout comme t_{fab}^{min} , $Dv_{instantané}^{max}$ fixe une limite, pas une condition réaliste. La valeur de Dv_{fab} trouvée (proche de 70 cm³/h) est éloignée des domaines de forte productivité visés (100 à 300 cm³/h), soulignant le défi à relever dans le projet FALAFEL.



II.2.1.3 Influence de la longueur d'un carré élémentaire

Graphe II-2 : Influence de la longueur d'un carré élémentaire sur le temps de fabrication et le débit volumique (avec vol_{pièce} = 94 dm³ ; τ_r = 30 % ; t_{tempo} = 2 s ; V = 1016 mm/min ; H_{app} = 0.584 mm ; L_{app} = 2.9 mm)

Le **Graphe II-2** montre un fort impact de $L_{carré}$ sur le temps de fabrication t_{fab} pour les faibles valeurs : cela va multiplier le nombre de motifs élémentaires, et donc le nombre de temporisations inter-motif. Les temporisations étant absentes des formules de $t_{fab}^{approché}$ et t_{fab}^{min} , leurs valeurs ne sont pas pertinentes ici. On constate donc que passer de carrés de côté 5 mm à des carrés de côté 10 mm diminue par deux le temps total de fabrication. En revanche, l'influence de $L_{carré}$ s'amoindrit au-delà de 10 mm et devient négligeable au-delà de 25 mm. Comme indiqué sur le graphe, c'est donc ce domaine de fabrication qui est préférentiel.



II.2.1.4 Influence du taux de recouvrement entre cordons

Graphe II-3 : Influence du taux de recouvrement entre cordons sur le temps de fabrication et le débit volumique (avec vol_{pièce} = 94 dm³ ; L_{carré} = 25 mm ; t_{tempo} = 2 s ; V = 1016 mm/min ; H_{app} = 0.584 mm ; L_{app} = 2.9 mm)

Le **Graphe II-3** montre une faible influence du taux de recouvrement sur le temps de fabrication pour des valeurs inférieures à 30%, une influence significative entre 30% et 60% et un très fort impact négatif au-delà. En effet, à **vol**_{pièce} constant, augmenter le recouvrement entre cordons signifie augmenter le nombre de cordons par motifs élémentaires, donc le temps de déplacement de la buse par carré. Il est donc préférable de se situer à faible taux de recouvrement (τ_r <30 %). Le débit volumique de fabrication décroît quasi-linéairement avec τ_r .

Cette différence est une limite du modèle : elle s'explique par l'hypothèse faite que H_{app} et L_{app} restent constants tout en ayant une pièce fabriquée parfaitement dense. Autrement dit, on suppose que le volume de matière d'un motif élémentaire est constant. En réalité, changer de taux de recouvrement implique la modification du taux de porosité dans la pièce et/ou une modification de la géométrie du bain de fusion ; or celui-ci est liquide donc incompressible. Il faut être bien conscient que le taux de recouvrement n'est pas un paramètre opératoire direct, contrairement à l'écart-vecteur, et que ce dernier dépend d'une géométrie de cordon spécifique.



II.2.1.5 Influence du temps de pause entre chaque carré élémentaire

Graphe II-4 : Influence du temps de pause entre chaque carré élémentaire sur le temps de fabrication et le débit volumique (avec vol_{pièce} = 94 dm³ ; L_{carré} = 25 mm ; τ_r = 30 % ; V = 1016 mm/min ; H_{app} = 0.584 mm ; L_{app} = 2.9 mm)

Comme on peut le constater sur le **Graphe II-4**, l'impact du temps de pause inter-carré sur la productivité est moins fort que celui des précédentes variables sur leur plage de variation. On note tout de même une légère baisse de productivité. Il est donc préférable d'employer un temps court si possible ($t_{tempo} \le 2$ s), à minima permettant à la buse de se positionner. Dans le cas où le point de début de construction suivant est proche du dernier cordon terminé, il peut être utile de rallonger ce délai pour laisser au dernier bain formé du temps de refroidissement et améliorer la stabilité de construction du nouveau cordon.

II.2.2 Approche 2 : Influence de la géométrie du cordon sur la productivité

II.2.2.1 Conditions d'application retenues

Cette approche du modèle correspond au cas où l'on a fixé les paramètres relevant de la stratégie de fabrication. On souhaite alors étudier l'influence de la hauteur de cordon H_{app} et de sa largeur L_{app} . Le lien entre cette géométrie de cordon et les paramètres d'entrée dépend de nombreux facteurs : paramètres de projection, configuration de travail, machine, matériau, etc. Dans notre cas, l'influence des paramètres de projection est l'objet de l'étude paramétrique (voir <u>Chapitre IV</u>).

Les constantes considérées sont les suivantes : le volume à construire **vol**_{pièce} est de **94 dm**³, L_{carré} vaut **25 mm**, le taux de recouvrement τ_r est fixé à **30 %** et enfin une pause t_{tempo} de 2 s est observée après chaque carré élémentaire. Les plages de variation choisies pour les variables sont les suivantes : La largeur de cordon L_{app} varie de **0.25 mm à 6 mm** et la hauteur de cordon H_{app} est comprise entre **0.1 mm et 1.5 mm**. Cette fois-ci, on a mis en évidence sur les graphes des domaines de productivité optimisée pour $Dv_{instantané}^{max} \ge 100 \text{ cm}^3/\text{h}.$

II.2.2.2 Influence des dimensions d'un cordon

Les **Graphe II-5** et **Graphe II-6** montrent des influences identiques : une augmentation de la productivité (Dv_{fab} et $Dv_{instantané}^{max}$) avec l'augmentation de la taille du bain liquide, que ce soit via H_{app} ou L_{app} . Cette tendance va de pair avec une diminution significative du temps de fabrication, qu'il s'agisse de la valeur normale, approchée ou minimale. Pour assurer la productivité désirée au point de fonctionnement choisi, on doit viser $H_{app} > 0.55$ mm ou $L_{app} > 2.75$ mm.



Graphe II-5 : Influence de la largeur de cordon sur le temps de fabrication et le débit volumique (avec vol_{pièce} = 94 dm³ ; L_{carré} = 25 mm ; τ_r = 30 % ; t_{tempo} = 2 s ; V = 1016 mm/min ; H_{app} = 0.584 mm)



Graphe II-6 : Influence de la hauteur par couche sur le temps de fabrication et le débit volumique (avec vol_{pièce} = 94 dm³ ; L_{carré} = 25 mm ; τ_r = 30 % ; t_{tempo} = 2 s ; V = 1016 mm/min ; L_{app} = 2.9 mm)

II.2.3 Approche 3 : Influence des paramètres d'entrée sur la productivité

II.2.3.1 Expression du temps de fabrication

Cette dernière approche du modèle est <u>bien plus approximative</u> que la précédente, qui lui est préférable. Elle correspond au cas où l'on ne connait <u>pas</u> la forme du cordon ou bien si on <u>ne sait pas</u> la prédire. En effet, il a été montré que la géométrie du cordon varie avec les paramètres d'entrée du procédé DLD, notamment par *J. Maisonneuve* dans le projet PROFIL (Maisonneuve, 2008). L'étude de ces dépendances est précisément le but de l'étude paramétrique qui sera traitée dans le **Chapitre IV**

Pour l'instant, on veut simplement étudier des tendances de productivité. On doit donc remplacer dans l'équation **II-41** les variables H_{app} et L_{app} par des formules dépendant uniquement des paramètres d'entrée du procédé.

On fait l'hypothèse que la hauteur de cordon H_{app} est égale à l'incrément de montée programmé ΔZ (dans la pratique, c'est au contraire ΔZ qui est réglé pour être égal à H_{app} en régime de construction permanent). Quant à L_{app} , on suppose qu'il est possible de l'exprimer en fonction du diamètre du spot laser Φ_L , par l'intermédiaire d'un facteur de forme β :

$$\mathbf{L}_{\mathrm{app}} = \mathbf{\beta} * \mathbf{\phi}_{\mathrm{L}} \qquad \qquad \text{II-48}$$

La largeur L_{app} dépend des paramètres opératoires du procédé. C'est donc aussi le cas du facteur de forme β . Cependant, on fait ici l'hypothèse que $\beta = 1$, afin de pouvoir exprimer le débit volumique sans introduire de nouvelles variables. On obtient donc un débit volumique instantané alternatif, que l'on nomme $Dv_{instantané}^{max \prime}$:

$$Dv_{instantané}^{max \prime} = \Delta Z * \phi_L * V$$
 II-49

La nouvelle expression du temps de fabrication est alors la suivante :

$$t_{fab} = vol_{pièce} * \left[\frac{1}{Dv_{instantané}^{max\,\prime}} * \left(\frac{1}{(1 - \tau_r)} - \frac{\varphi_L}{L_{carré}} * \frac{\tau_r}{1 - \tau_r} \right) + \frac{1}{\Delta Z * (L_{carré})^2} * t_{tempo} \right]$$
 II-50

Les constantes considérées sont les suivantes : le volume à construire **vol**_{pièce} est de **94 dm**³, L_{carré} vaut **25 mm**, le taux de recouvrement τ_r est fixé à **30**% et enfin une pause t_{tempo} de 2 s est observée après chaque carré élémentaire. Les plages de variation choisies pour les variables sont les suivantes : la vitesse **V** varie **de 0 à 1600 mm/min**. Le diamètre du faisceau laser sur le plan de travail Φ_L varie **de 0 à 5 mm**. Enfin, l'incrément de montée de la buse ΔZ est pris **entre 0 et 1 mm**.

On a de nouveau mis en évidence sur les graphes des domaines de productivité *optimisée* tels que $Dv_{instantané}^{max} \ge 100 \text{ cm}^3/\text{h}$.



II.2.3.2 Influence des paramètres d'entrée du procédé

Graphe II-7 : Influence de la vitesse d'avance de la buse sur le temps de fabrication et le débit volumique (avec vol_{pièce} = 94 dm³ ; L_{carré} = 25 mm ; τ_r = 30 % ; t_{tempo} = 2 s ; ΔZ = 0.584 mm ; φ_L = 2.9 mm)



Graphe II-8 : Influence du diamètre du spot laser sur le temps de fabrication et le débit volumique (avec vol_{pièce} = 94 dm³ ; L_{carré} = 25 mm ; τ_r = 30 % ; t_{tempo} = 2 s ; V = 1016 mm/min ; ΔZ = 0.584 mm)



Graphe II-9 : Influence de l'incrément de montée entre couches sur le temps de fabrication et le débit volumique (avec vol_{pièce} = 94 dm³ ; L_{carré} = 25 mm ; τ_r = 30 % ; t_{tempo} = 2 s ; V = 1016 mm/min ; ϕ_L = 2.9 mm)

Les **Graphe II-7**, **Graphe II-8** et **Graphe II-9** montrent des résultats quasiment identiques : une augmentation de la productivité (Dv_{fab} et $Dv_{instantané}^{max}$) avec l'augmentation des paramètres d'entrée (V; ϕ_L ; ΔZ) ainsi qu'une diminution significative du temps de fabrication, qu'il s'agisse de la valeur normale, approchée ou minimale. Cependant, on ne peut pas se prononcer en raison d'une limitation du modèle : la variation d'un seul paramètre à la fois en supposant les autres fixes. Cela revient par exemple à définir une géométrie de bain constante (H_{app} , L_{app}) alors que la vitesse V varie. Dans les faits, la taille de bain diminue lorsque la vitesse augmente (et réciproquement). On ne peut donc pas en l'état définir l'évolution des débits volumiques et des temps de fabrication : il serait en premier lieu nécessaire de déterminer l'évolution de $Dv_{instantané}^{max \prime}$ dont dépend le modèle.



II.2.4 Synthèse du modèle

Schéma II-3 : Synoptique du procédé DLD et paramètres utilisés dans le modèle de productivité

Les paramètres d'entrée considérés dans l'établissement de ce modèle sont donc (voir Schéma II-3) :

- **vol**_{pièce} (cm³) : volume de la pièce à construire
- **Γ** : Taux de remplissage du volume utile de la machine
- V (mm/min) : vitesse de déplacement de la buse
- ΔZ (mm) : incrément de montée de la buse à chaque couche
- Φ_L (mm) : diamètre du spot formé par le faisceau laser sur le plan de travail
- t_{tempo} (s): temporisation après lasage d'un motif élémentaire
- L_{carré} (mm) : longueur d'un côté d'un carré élémentaire
- τ_r: taux de recouvrement entre deux cordons juxtaposés
- **E**_v (mm) : écart-vecteur entre deux cordons juxtaposés

Les paramètres de sortie considérés dans l'établissement de ce modèle sont donc (voir Schéma II-3) :

- **H**_{app} (mm) : hauteur apparente d'un cordon
- **L**_{app} (mm) : largeur apparente d'un cordon

t^{approché} fab Dv^{max} instantané t^{min} tfab Paramètre Remarque t_{fab} **Dv**_{fab} Temps de fabrication 7 7 7 volpièce = = proportionnel à **vol**pièce <u>À éviter</u> : L_{carré} < 25 mm Approche 1 7 \mathbf{r} = Lcarré = = <u>À favoriser</u> : L_{carré} > 25 mm <u>À éviter</u> : **τ**r > 30 % 7 7 \mathbf{Y} = = τ_{r} <u>À favoriser</u> : $\tau_r < 30 \%$ $\underline{A} \underline{eviter}$: $\mathbf{t}_{tempo} > 2 s$ 7 = = = t_{tempo} <u>À favoriser</u> : t_{tempo} < 2 s <u>À éviter</u> : **V** < 1000 mm/min Approche 2 (et 3) 7 7 V $\mathbf{\lambda}$ 7 \mathbf{r} <u>À favoriser</u> : **V** > 1000 mm/min <u>À éviter</u> : L_{app} < 2,75 mm 7 7 L_{app} (ou Φ_L) <u>À favoriser</u> : L_{app} > 2,75 mm <u>À éviter</u> : **H**_{app} < 0,55 mm 1 \mathbf{Y} \mathbf{Y} \mathbf{Y} 7 H_{app} ou ΔZ <u>À favoriser</u> : **H**_{app} > 0,55 mm

Le Tableau II-4 résume les influences paramétriques suivant l'approche du modèle de fabrication.

Tableau II-4 : Synthèse de l'influence des paramètres considérés par type d'approche sur le tempsde fabrication et le débit volumique du procédé DLD

II.3 Application aux résultats issus du projet PROFIL

II.3.1 Problématique

On représente sur le **Graphe II-10** les régimes de fonctionnement issus du projet PROFIL en fonction du débit volumique en sortie de buse $Dv_{projeté}$ (valeur consigne) et du débit volumique de fabrication effectif (par le calcul de $Dv_{instantané}^{max}$). Le lien entre les deux est le rendement massique géométrique maximisé R_{mg}^{max} (cf. équation **II-10**).

On voit apparaître **deux régimes de fabrication** : un à faible productivité sur banc d'essai « *Limoges* ». Ce régime ne peut se destiner qu'à la construction de cordons/murs fins ou au contournement de pièces, puisque son débit $Dv_{instantané}^{max}$ se situe aux alentours de **15 cm³/h**.

Le deuxième régime est celui qui nous intéresse particulièrement : il possède une productivité plus conséquente ($Dv_{instantané}^{max}$ aux alentours de **100 cm³/h**). Il se destine à la fabrication de cordons épais ou au remplissage. La machine utilisée est dans ce cas une *LENS 850R* d'*Optomec*, la même que dans le présent travail de thèse. C'est une machine commerciale permettant d'atteindre les débits – *théoriques* – des domaines de productivité du projet *FALAFEL*. On peut le constater sur le **Graphe II-10** : la valeur de débit consigne permettrait d'atteindre la zone voulue. Cependant, on constate que le rendement (aux alentours de 40%) doit être amélioré. C'est l'un des objectifs de l'étude paramétrique (voir **Chapitre IV**).



Graphe II-10 : Points de fonctionnement issus du projet PROFIL et domaine de productivité industrielle visé dans le projet FALAFEL

Si on s'intéresse au temps de fabrication d'une pièce, plus parlant du point de vue de l'occupation machine, on peut calculer un exemple de pièce construite dans le domaine de forte productivité de PROFIL. On utilise pour cela les constantes adoptées dans la première ET dans la deuxième approche du modèle, à savoir : la paramétrie [**P** = **950 W**; **V** = **1016 mm/min**; **Dm** = **18 g/min**] présentant un débit volumique projeté de **244 cm³/h**. Le cordon correspondant présente une hauteur **H**_{app} de **0.584 mm** et une largeur **L**_{app} de **2.9 mm**.

Concernant la stratégie de fabrication, le volume à construire **vol**_{pièce} est de **94 dm**³, L_{carré} vaut **25 mm**, le taux de recouvrement τ_r est fixé à **30 %** et enfin une pause t_{tempo} de **2 s** est observée après chaque carré élémentaire. Tout cela nous donne un temps total de fabrication de **8 semaines sans interruption**.

II.3.2 Voies d'amélioration

D'après notre modèle, diminuer le temps de fabrication d'une pièce peut se faire par plusieurs moyens (voir **Schéma II-4**) :

- Modifier la stratégie de fabrication : ce ne sont cependant pas les paramètres les plus influents (dans leur plage de variation choisie).
- Diminuer le volume de la pièce à construire : si cela est bien entendu impossible pour un modèle CAO donné, l'un des avantages de la fabrication additive est de pouvoir envisager une reconception des pièces permettant de les alléger. Cette approche amont n'est pas celle qui nous intéresse ici.

- Augmenter le débit volumique obtenu. Pour cela, on peut agir à différents niveaux :
 - Augmenter la vitesse d'avance V. Dans ce cas, il faudra également jouer sur P pour contrôler le bain.
 - Optimiser la morphologie du cordon : Il s'agit d'augmenter le volume déposé, donc d'accroître H_{app} et L_{app}.
 - S Augmenter le débit volumique théorique, soit le débit de matière projetée par la buse.
 - ✤ Maximiser le rendement de fusion.



Schéma II-4 : Synthèse du fonctionnement du modèle de fabrication

II.4 Conclusion du chapitre

On retiendra que les paramètres t_{tempo} et $L_{carré}$ ont une influence limitée dès lors qu'ils sont dans la plage opératoire définie. Les paramètres $vol_{pièce}$ et τ_r , quant à eux, ne sont pas directement des paramètres de réglage. Enfin, la géométrie du cordon (H_{app} , L_{app}) dépend des paramètres principaux P, V, Dm. Les modèles de comportement (voir <u>Chapitre IV</u>) vont établir leurs dépendances et leurs évolutions.

Le modèle met en évidence des **voies d'amélioration** pour augmenter le débit volumique. Cependant, celles-ci sont bridées par les capacités physiques des distributeurs de poudre et de la buse. En matière d'écoulement, les débits volumiques théoriques (*stables*) atteignent un plafond dépendant de la technologie (entre 300 et 400 cm³/h). Il faut également bien noter que **les temps de fabrication restent importants**, même à fort débit volumique (un mois de fabrication pour une pièce de 50 dm³). L'utilisation simultanée de plusieurs têtes laser est à envisager afin de réduire le temps de fabrication par pièce à des durées industriellement acceptables (deux ou trois jours).

Dans tous les cas, la **nécessité d'un contrôle procédé** transparaît clairement. Celui-ci doit être précis et suffisamment robuste pour garantir la possibilité de construire une pièce en continu, avec un minimum de défauts, sur des durées de plusieurs heures à plusieurs semaines.

Bibliographie du chapitre

Ahsan, AMM Nazmul, Habib, Md Ahasan et Khoda, Bashir. 2015. Resource based process planning for additive manufacturing. *Computer-Aided Design*. 2015, Vol. 69, pp. 112-125.

Maisonneuve, J. 2008. *Fabrication directe de pièces aéronautiques en TA6V et IN718 : projection et fusion sélective par laser.* <u>Thèse de doctorat</u>, MINES-ParisTech, 2008.

Ponche, R. 2013. *Méthodologie de conception pour la fabrication additive, application à la projection de poudres.* <u>Thèse de doctorat.</u> École Centrale Nantes, 2013.

Vinson, P. 2015. Fabrication rapide et directe de pièces aéronautiques et spatiales au moyen d'un procédé additif et innovant - la fusion sélective par laser de lits de poudre métallique. <u>Thèse de doctorat</u>. MINES-Paristech, 2015.

Table des illustrations du chapitre

Graphes

Graphe II-1 : Influence du volume à construire sur le temps de fabrication et le débit volumique (avec Graphe II-2 : Influence de la longueur d'un carré élémentaire sur le temps de fabrication et le débit volumique (avec $vol_{pièce} = 94 \text{ dm}^3$; $\tau_r = 30 \%$; $t_{tempo} = 2 \text{ s}$; V = 1016 mm/min; $H_{app} = 0.584 \text{ mm}$; Graphe II-3 : Influence du taux de recouvrement entre cordons sur le temps de fabrication et le débit volumique (avec vol_{pièce} = 94 dm³; $L_{carré}$ = 25 mm; t_{tempo} = 2 s; V = 1016 mm/min; H_{app} = 0.584 mm; Graphe II-4 : Influence du temps de pause entre chaque carré élémentaire sur le temps de fabrication et le débit volumique (avec vol_{pièce} = 94 dm³; $L_{carré}$ = 25 mm; τ_r = 30 %; V = 1016 mm/min; Graphe II-5 : Influence de la largeur de cordon sur le temps de fabrication et le débit volumique (avec Graphe II-6 : Influence de la hauteur par couche sur le temps de fabrication et le débit volumique (avec $vol_{pièce} = 94 \text{ dm}^3$; $L_{carré} = 25 \text{ mm}$; $\tau_r = 30 \%$; $t_{tempo} = 2 \text{ s}$; V = 1016 mm/min; $L_{app} = 2.9 \text{ mm}$60 Graphe II-7 : Influence de la vitesse d'avance de la buse sur le temps de fabrication et le débit volumique (avec vol_{pièce} = 94 dm³; L_{carré} = 25 mm; τ_r = 30 %; t_{tempo} = 2 s; ΔZ = 0.584 mm; ϕ_L = 2.9 mm)61 Graphe II-8 : Influence du diamètre du spot laser sur le temps de fabrication et le débit volumique (avec $vol_{pièce} = 94 \text{ dm}^3$; $L_{carré} = 25 \text{ mm}$; $\tau_r = 30 \%$; $t_{tempo} = 2 \text{ s}$; V = 1016 mm/min; $\Delta Z = 0.584 \text{ mm}$)......62 Graphe II-9 : Influence de l'incrément de montée entre couches sur le temps de fabrication et le débit volumique (avec $vol_{pièce} = 94 \text{ dm}^3$; $L_{carré} = 25 \text{ mm}$; $\tau_r = 30 \%$; $t_{tempo} = 2 \text{ s}$; V = 1016 mm/min; Graphe II-10: Points de fonctionnement issus du projet PROFIL et domaine de productivité

Schémas

Schéma II-1 : Décomposition d'une pièce à construire en motifs élémentaires	49
Schéma II-2 : Écart-vecteur entre cordons juxtaposés	51
Schéma II-3 : Synoptique du procédé DLD et paramètres utilisés dans le modèle de productivité	63
Schéma II-4 : Synthèse du fonctionnement du modèle de fabrication	66

Tableaux

Tableau II-1 : Abréviations utilisées dans le Chapitre II	44
Tableau II-2 : Notations utilisées dans le Chapitre II	45
Tableau II-3 : Correspondance des variables de productivité et rendement de l'étude	48
Tableau II-4 : Synthèse de l'influence des paramètres considérés par type d'approche sur le temp	os de
fabrication et le débit volumique du procédé DLD	64



Chapitre III Effet des paramètres secondaires

<u> Résumé :</u>

Le procédé DLD possède de nombreux paramètres. Avant de pouvoir étudier les paramètres principaux (P, V, Dm), il est nécessaire de se familiariser avec le procédé dans son ensemble et de maîtriser les paramètres secondaires. Cette approche permet également de mettre en lumière certains aspects techniques ou technologiques essentiels à la compréhension de la problématique du procédé DLD.

On présentera dans ce chapitre le moyen d'essai utilisé, l'Optomec LENS 850R, en détaillant les différents organes permettant de mettre en forme le faisceau poudre comme le faisceau laser. On s'attardera ensuite sur l'importance de la configuration de travail. On comparera une configuration de projection standard à une configuration optimisée identifiée par J. Maisonneuve lors du projet PROFIL, dont la spécificité est de s'affranchir de l'interaction laser/poudre entre la buse et le bain de fusion. On abordera de nouveau la productivité du procédé mais cette fois-ci sous l'angle expérimental, en étudiant des constructions obtenues lors du projet FALAFEL.

Enfin, on étudiera l'influence de paramètres secondaires intervenant lors de la construction d'un mur monocordon : l'incrément de montée de la buse entre chaque couche, le temps de pause aux extrémités du mur et la température de préchauffage du substrat. On s'attachera en particulier à l'importance du lien entre configuration de travail et incrément de montée de la buse dans l'optique d'une parfaite maîtrise industrielle du procédé.

Sommaire du chapitre

80
ction d'un mur 89
'un mur94

Abréviation	Signification
CLAD	Construction Laser Additive Directe
DLD	Direct Laser Deposition (Dépôt Direct par Laser)
FALAFEL	Fabrication Additive par LAser et Faisceau d'ELectrons
LENS	Laser Engineered Net Shaping
MAGIC	Machine Aéronautique Gaz Inerte Clad
PFL	Point Focal Laser
PFP	Point Focal Poudre
PROFIL	PROjection et FrIttage Laser
TA6V	Appellation usuelle de l'alliage de titane Ti-6Al-4V

Nomenclature du chapitre

Tableau III-1 : Abréviations utilisées dans le Chapitre III

Notation	Unité	Description
Dv ^{max} instantané	cm ³ /h	Débit volumique instantané (pour une section de dépôt maximisée)
R ^{max} _{mg}	-	Rendement massique géométrique d'après section de dépôt maximisée
Défocl	mm	Défocalisation laser (= distance entre le plan de travail et le point focal laser)
Défocp	mm	Défocalisation poudre (= distance entre le plan de travail et le point focal
		poudre)
dgi	L/min	Débit de gaz interne
d _{GP}	L/min	Débit de gaz porteur de poudre
Dm	g/min	Débit massique de poudre en sortie de buse
D _{PFL}	mm	Distance entre l'extrémité de la buse et le point focal laser
D _{PFP}	mm	Distance entre l'extrémité de la buse et le point focal poudre
DVfab	cm ³ /h	Débit volumique de fabrication (pour l'ensemble d'une pièce)
Dvfusion	cm ³ /h	Débit volumique de fusion et consolidation (sans temporisations)
Dv projeté	cm ³ /h	Débit volumique en sortie de buse (= débit volumique maximum)
Happ	mm	Hauteur de la zone apportée lors d'un dépôt (= cordon)
Lapp	mm	Largeur de la zone apportée lors d'un dépôt (= cordon)
Р	W	Puissance du faisceau laser incident
R _{mf}	-	Rendement massique de fusion d'après pesée
R _{mfab}	-	Rendement massique de fabrication d'après pesée
t _{tempo}	S	Temporisation après lasage d'un motif élémentaire
V	mm/min	Vitesse de déplacement de la buse (= vitesse de balayage du faisceau laser)
WD	mm	Distance de travail (Working Distance) entre le plan de travail et la buse
ΔΖ	mm	Incrément de montée de la buse à chaque couche
ΔΖο	mm	Incrément de montée optimal de la buse à chaque couche
$\Phi_{\rm L}$	mm	Diamètre du spot formé par le faisceau laser sur le plan de travail
Φ_{L0}	mm	Diamètre minimum du spot formé par le faisceau laser (au point focal laser)
Φ	mm	Diamètre du spot formé par le faisceau poudre sur le plan de travail
Φ P interne	mm	Diamètre interne de la couronne de poudre au niveau du plan de travail

Tableau III-2 : Notations utilisées dans le Chapitre III
III.1 Introduction

Avant de débuter l'étude paramétrique principale (en <u>Chapitre IV</u> et <u>Chapitre V</u>), il a été nécessaire d'étudier les différents aspects du procédé afin de maîtriser sa variabilité (réglage de la configuration de travail, étalonnage des paramètres de projection). On voulait aussi être en mesure de figer les paramètres secondaires à des valeurs optimales. En effet, on souhaite approfondir uniquement l'étude des paramètres de projection principaux (**P**, **V** et **Dm**).

Les objectifs de l'étude sont :

- Étre en mesure de régler précisément la configuration de travail (par l'étude du faisceau laser et du faisceau poudre).
- Comparer entre elles différentes configurations de travail pour ce qui est du rendement de fusion, de la santé matière, et de la stabilité du bain.
- Valider les acquis du projet précédent (PROFIL) quant à l'emploi d'une configuration de travail sans interaction laser/poudre.
- Étudier l'influence de paramètres secondaires intervenant lors de la construction d'un mur et choisir à quelle valeur les figer pour le reste de l'étude paramétrique.

III.2 Présentation du moyen d'essai

III.2.1 Optomec LENS 850R

Le système de projection laser utilisé est une machine industrielle de marque Optomec, modèle *LENS 850R*, présentant un volume utile de 900*1500*900 mm³. La zone de fabrication se trouve dans une enceinte en surpression de gaz neutre (non-réactif vis-à-vis du matériau). Cela permet de limiter significativement la contamination en oxygène, à défaut de l'éviter. Cet aspect est critique pour l'alliage TA6V, particulièrement avide d'oxygène.

Tous les essais de projection de cette thèse se sont donc déroulés sous atmosphère protectrice d'argon, avec une pression régulée entre 1.2 et 3 bars. Une sonde à oxygène permet de surveiller le taux d'oxygène dans l'enceinte, stabilisé entre 5 et 35 ppm à l'arrêt. En fabrication, ce taux peut atteindre 150 ppm. Un hygromètre permet de surveiller le taux d'humidité dans l'enceinte. Pour cela, il détermine le point de rosée de l'atmosphère contrôlée et émet une alarme si l'on s'écarte de l'intervalle fixé (entre - 65 °C et – 35°C). La régulation de l'atmosphère se fait sur la pression et le débit de recirculation. Durant cette recirculation dynamique, l'atmosphère traverse un circuit de régénération comprenant des cristaux d'aluminium (fortement hydrophiles).

Les parois de l'enceinte sont munies de vitres afin d'observer la fabrication in-situ. Ces vitres sont teintées afin de pouvoir observer les pièces durant la fabrication sans devoir se munir de lunettes de protection. Une boîte à gants permet de manipuler dans l'enceinte. De même, un sas cylindrique permet de transférer des échantillons et outils entre l'intérieur et l'extérieur de l'enceinte de fabrication sans rompre l'atmosphère (voir **Figure III-1**).



Figure III-1 : Optomec LENS 850R (à gauche), circuit de régénération (au milieu), sas (à droite)

La zone de fabrication elle-même se compose d'une commande numérique 5 axes : la buse de projection se déplace en translation suivant X, Y et Z tandis que la table supportant la construction peut pivoter ou s'incliner. Ces deux dernières fonctionnalités ne seront pas utilisées ici, la table demeurant en permanence immobile et parfaitement horizontale (la planéité a été vérifiée). Les substrats sont posés sur un support massif en acier inoxydable, lui-même placé dans un bac destiné à récupérer la poudre non fondue lors de la fabrication (voir **Figure III-2**).



Figure III-2 : Zone de travail : buse, substrat, support, bac de récupération de poudre

III.2.2 Buse de projection

La buse de projection employée pour les essais a été conçue par les Arts & Métiers. On définit ici la buse comme l'ensemble des éléments responsables de la mise en forme du faisceau poudre <u>et</u> du faisceau laser. Suivant cette définition, elle se compose des éléments suivants (voir **Figure III-3**) :

- En haut, la lentille de focalisation destinée à faire converger le faisceau laser en un diamètre minimum ϕ_{L0} situé à 200 mm sous celle-ci. Ce point de convergence est appelé point focal laser, ou PFL.
- Dessous, un support fileté destiné à recevoir la partie cylindrique de la buse. Ce support permet d'ajuster la position relative du faisceau poudre (cinématiquement lié au bas de la buse) et du faisceau laser (cinématiquement lié à la lentille de focalisation). Le réglage horizontal se fait par l'intermédiaire de deux molettes et sert à obtenir la concentricité des deux faisceaux. Le réglage vertical passe par l'ajout de bagues d'une épaisseur choisie (le pas de réglage minimum étant de 1 mm, soit l'épaisseur de la bague la plus fine). Ces bagues permettent de régler l'écart entre le point focal laser (PFL) et l'extrémité de la buse.

- Le corps cylindrique de la buse, venant se visser sur le support de réglage. À l'intérieur, un hublot isole le haut du chemin optique pour éviter toute détérioration de celui-ci par la poudre. Sous le hublot, un point d'injection de gaz souffle de l'argon en interne autour du faisceau laser pour empêcher les particules de remonter dans la buse et ainsi atténuer le faisceau laser. Ce corps cylindrique reçoit également l'alimentation en poudre et l'injecte en 4 points équidistants dans la partie basse de la buse.
- Le faisceau de poudre est mis en forme entre deux cônes concentriques. Le cône externe comprend un circuit étanche de refroidissement par eau. À l'extrémité de la buse (là où la poudre sort), le cône externe mesure 8 mm de diamètre, tandis que le cône interne est de diamètre 6 mm et d'angle 42°.



Figure III-3 : Éléments constitutifs de la buse de projection

III.3 Réglage du faisceau laser

III.3.1 Étalonnage de la puissance laser

Le bloc laser relié au système de projection est un Nd :YAG *HL 3006* de marque Trumpf, de longueur d'ondes 1064 nm. Il délivre une puissance maximum de 3000 W. Celle-ci est transmise au travers d'une fibre optique jusqu'à l'enceinte. Le faisceau est divergent en sortie de fibre. Il est parallélisé au travers d'une lentille de collimation, puis rendu convergent en passant au travers d'une lentille de focalisation (voir **Schéma III-1**).

La commande du bloc laser se fait au travers d'un poste spécifique. De là, on programme la puissance laser et la forme d'impulsion d'onde. Dans notre cas, on se place toujours en mode continu. On n'utilise pas non plus de rampe de montée ou de descente de puissance. Le signal laser envoyé est donc un échelon.

On procède à l'étalonnage de la puissance transmise <u>en sortie de buse</u> à l'aide d'un calorimètre surfacique, <u>sans</u> projeter de poudre. Cette réponse est parfaitement linéaire, mais elle peut subir un coefficient d'atténuation pouvant atteindre 20 %. Le contrôle et l'entretien régulier du chemin optique sont donc indispensables (nettoyage des optiques, vérification des raccords, changement du hublot de la buse s'il est dégradé).

III.3.2 Détermination de la forme du faisceau laser

On détermine l'évolution du diamètre du faisceau laser Φ_L (mm) en réglant la buse le plus haut possible sur son pas-de-vis, sans aucune bague. Dans cette configuration, le PFL (situé à 200 mm sous la lentille de focalisation, cf. **Schéma III-1**) se trouve <u>à *l'extérieur*</u> de la buse. On caractérise ensuite la forme du faisceau laser en fonction de l'éloignement du plan de travail par rapport à l'extrémité de la buse. Pour cela, on procède à des tirs lasers de 10 ms sur une plaque d'aluminium anodisé, à différentes distances de travail WD.

La mesure des impacts créés nous permet également de déterminer la position et le diamètre du point focal laser. Celui-ci correspond à un diamètre minimal $\Phi_{L0} = 0.77$ mm (le diamètre minimal théorique du spot laser est de 600 µm, mais on choisit de prendre comme référence la valeur mesurée par impact). On peut ainsi tracer le diamètre mesuré de l'empreinte laser en fonction de la défocalisation laser (voir **Graphe III-1**).



III.3.3 Centrage des faisceaux laser et poudre

Une caméra est installée sur le chemin optique du faisceau laser, en amont de la buse. Par retour inverse de la lumière, on peut ainsi obtenir une visualisation coaxiale du substrat et de l'ouverture centrale de la buse. Les impacts lasers sur la plaque anodisée indiquent précisément l'axe vertical du faisceau laser. On corrige ensuite la position de la buse pour que l'ouverture centrale de celle-ci soit concentrique à l'impact (voir **Figure III-4**).



Figure III-4 : Moniteur de centrage des faisceaux laser et poudre

III.4 Réglage du faisceau poudre

III.4.1 Étalonnage du débit massique de poudre

L'Optomec *LENS 850R* utilisée possède 2 distributeurs de poudres indépendants, lui permettant par exemple de mélanger au sein de la buse des poudres de différentes natures afin de créer des matériaux à gradient de composition. Un seul distributeur est utilisé dans le cadre de ces travaux de thèse – il est exclusivement dédié à l'utilisation de TA6V. Il se compose d'une trémie cylindrique venant alimenter par gravité un tambour d'entraînement de la poudre.

Un vibreur pneumatique est activé durant chaque fabrication afin de faciliter l'écoulement de la poudre dans le tambour. Au fond de celui-ci, une roue percée d'une multitude de petits trous tourne en entraînant la poudre en face de la valve d'injection, où un flux de gaz porteur l'emmène en direction de la buse. Tout l'ensemble est fermé et maintenu sous argon (voir **Figure III-5**). La capacité totale de ce distributeur est de 2300 cm³, soit l'équivalent de 4.8 kg de poudre de TA6V versée (50 % dense). En pratique, l'utilisation du vibreur lors du remplissage permet de tasser la poudre et d'atteindre une capacité de 5 kg de TA6V.



Figure III-5 : Distributeur de poudre (à gauche) – détails sur le tambour d'entraînement : en fonctionnement (à droite – haut) et sans poudre (à droite – bas)

Il a tout d'abord été nécessaire d'étalonner le distributeur afin de traduire une consigne de vitesse de rotation de la roue d'entraînement en un débit massique de poudre en sortie de buse. On a procédé à cet étalonnage pour 3 débits de gaz porteur (**d**_{GP}) : 3, 4 et 5 L/min (voir **Graphe III-2**). On a constaté que c'était le débit de 3 L/min qui donnait la réponse la plus linéaire et permettait d'atteindre les débits massiques les plus importants.

On a donc fixé ce paramètre à 3 L/min. Il faut noter que ce distributeur présente des limites. Concernant sa plage opératoire, tout d'abord : il permet de monter jusqu'à un débit massique maximal de 27 g/min (cas du TA6V), mais il est inadapté pour les « faibles » débits puisqu'il ne permet pas d'assurer correctement des **Dm** inférieurs à 5 g/min (et ce quel que soit le débit de gaz porteur).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE



Graphe III-2 : Influence du débit de gaz porteur d_{GP} sur le débit massique de poudre en sortie de buse Dm

Pour ce qui est de sa précision, des essais de répétabilité ont montré que les débits massiques obtenus sur la plage opératoire (5 - 27 g/min) n'étaient précis qu'à \pm 0.5 g/min. Enfin, il possède une inertie importante : 8 secondes à l'activation avant d'obtenir un jet de poudre stable. Quant à la désactivation, on a pu constater la projection de particules jusqu'à 30 secondes après la consigne d'arrêt. On est donc contraint de projeter de la poudre sans interruption durant une fabrication.

III.4.2 Influence du débit de gaz interne

L'observation de la forme du faisceau de poudre s'est faite avec l'aide de *R. Mezari*, doctorant aux Arts & Métiers participant également au projet FALAFEL (Mezari, 2014). Le dispositif utilisé consistait à couper le faisceau poudre par un plan lumineux dans la direction choisie. Ce plan lumineux était issu d'une source laser externe de faible puissance. Une projection verticale nous a permis d'observer l'effet du débit de gaz interne **d**_{GI} sur la forme du faisceau poudre. On retrouve un résultat observé par *J. Maisonneuve* (Maisonneuve, 2008) : l'augmentation de ce débit abaisse la position du point focal poudre (voir **Figure III-6**). On fixe le débit de gaz interne **d**_{GI} à 5 L/min.



Figure III-6 : Intersection du faisceau poudre par un plan lumineux vertical et effet de d_{GI} sur la position du PFP pour Dm = 15 g/min)

III.4.3 Détermination de la forme du faisceau de poudre

Tout comme pour le faisceau laser, on détermine l'évolution du diamètre du faisceau poudre Φ_P (mm) en fonction de l'éloignement du plan de travail par rapport à l'extrémité de la buse (WD). On utilise de nouveau le dispositif d'intersection du faisceau poudre par un plan lumineux, cette fois-ci horizontalement (voir **Figure III-7**). Les sections observées sont des couronnes : cela montre clairement que le jet de poudre forme un cône. L'épaisseur des couronnes est celle du jet de poudre. L'analyse d'image des clichés pris à différentes distances de travail nous permet de déterminer le diamètre externe de la couronne de poudre Φ_P ainsi que son diamètre interne Φ_P interne (mm).

Lorsqu'on augmente progressivement **WD**, les couronnes formées rétrécissent tout en s'épaississant, tandis que leur contour interne et externe sont moins bien marqués. Cela témoigne de la dispersion du jet de poudre lorsqu'on s'éloigne de l'extrémité de la buse. À partir d'une certaine distance de travail (~ 10 mm), on n'observe plus qu'un disque plein. Ce disque de poudre rétrécit jusqu'à atteindre un diamètre minimal à mi-hauteur Φ_{P0} = 2.71 mm (voir **Graphe III-3**). C'est le **P**oint Focal Poudre (ou **PFP**).



Figure III-7 : Intersection du faisceau poudre par un plan lumineux horizontal et effet de WD sur le diamètre externe ϕ_P et le diamètre interne du cône de poudre pour Dm = 15 g/min



Graphe III-3 : Évolution du diamètre extérieur du faisceau poudre obtenu par analyse d'image (à gauche) ; représentation de la densité de poudre en fonction de la distance de travail (à droite)

III.5 Influence de la configuration de travail

III.5.1 Paramètres de réglage et hypothèses associées

La configuration de travail regroupe trois paramètres indépendants et directement réglables :

- WD (mm) : La distance de travail (*Working Distance*) entre l'extrémité de la buse et le plan de travail. Le plan de travail est le plan perpendiculaire à la direction de construction et tangent à la surface du support de fabrication. Lors d'une construction, le plan de travail initial est donc le substrat, puis à chaque nouvelle couche, le plan se décale au sommet de la couche précédente
- D_{PFL} (mm) : La distance entre l'extrémité de la buse et le point focal laser. Elle est négative dans le cas où le point focal laser est situé dans la buse.
- **D**_{PFP} (mm) : La distance entre l'extrémité de la buse et le point focal poudre.

Cependant, on préfère souvent substituer à ces deux derniers paramètres des paramètres de défocalisation, qui sont interdépendants et non directement réglables :

- Défoc_L (mm) : Défocalisation laser = distance entre le plan de travail et le point focal laser. Elle est égale à WD D_{PFL}.
- Défoc_P (mm) : Défocalisation poudre = distance entre le plan de travail et le point focal poudre.
 Elle est égale à WD D_{PFP}.

Une configuration de travail donnée définit le diamètre du spot du faisceau laser sur le plan de travail (ϕ_L) et celui du faisceau poudre sur le plan de travail (ϕ_P). Ceux-ci vont avoir un effet sur les géométries des bains formés, comme illustré sur le **Graphe III-4**.



Graphe III-4 : Influence de P et de φ_L sur H_{app} (à gauche) et sur L_{app} (à droite) pour le dépôt d'un cordon d'un superalliage base nickel par LMD avec une buse coaxiale

(Zhang, et al., 2007)

Il faut être conscient que la notion de « plan » de travail est une <u>approximation</u> prise pour simplifier la définition d'une configuration de travail. En pratique, le support de chaque nouveau dépôt n'est jamais parfaitement plat puisqu'il s'agit de la précédente couche solidifiée (hormis dans le cas du tout premier cordon déposé sur un substrat plan). Ainsi, les surfaces formées par l'intersection du faisceau laser et du faisceau poudre avec la matière « support » ne sont jamais exactement des disques. Elles vont non seulement varier avec la géométrie du support (couche précédente dans le cas d'un mur monocordon) mais également avec la stratégie de fabrication (taux de recouvrement entre cordons juxtaposés, morphologie des cordons adjacents, stratégie de balayage).

De plus, la couche en cours de dépôt va légèrement modifier la configuration de travail : en effet, le bain liquide formé sous l'axe de projection va entraîner une élévation entre l'amont et l'aval du bain. La complexité du problème impose donc de faire l'hypothèse de la planéité et de l'orthogonalité de la surface de support avec l'axe de projection (considération d'un « plan » de travail).

III.5.2 Résultats antérieurs

Les études menées dans le cadre du projet PROFIL ont mis en avant l'intérêt d'une configuration de travail sans interaction laser/poudre à l'extérieur du bain (Maisonneuve, 2008). Le point focal poudre est situé dans le substrat et le point focal laser au-dessus, de telle sorte que le diamètre du faisceau poudre soit légèrement supérieur à celui du laser sur le plan de travail. La largeur du bain doit être juste suffisante pour permettre l'intégration de toutes les particules de poudre projetées et maximiser ainsi le rendement de fusion. Ces particules pénètrent donc « froides » dans le bain liquide formé immédiatement après la mise en marche du laser. Cela a pour effet de diminuer rapidement sa température moyenne et son gradient thermique au fur et à mesure que son volume s'accroît. La rapide diminution des mouvements convectifs et l'élévation des tensions de surface liquide/vapeur améliorent la stabilité du bain.



Graphe III-5 : Mesure de l'atténuation de la puissance laser due au nuage de poudre, en fonction de Dm pour différentes valeurs de P [avec WD = 8 mm et gaz porteur = He] (à gauche) et en fonction de Dm pour différentes WD [avec DPFL = -3 mm et gaz porteur = Ar] (à droite) (Longuet, 2010)

Cette configuration permet en outre de limiter très fortement le phénomène d'écrantage du faisceau laser par le nuage de poudre. Ainsi, il y a très peu d'atténuation de la puissance laser reçue par la matière. Arnaud Longuet avait lié cette atténuation au débit massique de poudre **Dm** et à la distance de travail buse-substrat **WD** (voir **Graphe III-5**). L'intérêt d'une telle configuration avait également été identifié par *G. Zhu* pour le dépôt d'acier 316L (Zhu, et al., 2012).

Pour résumer, les bénéfices apportés par cette configuration sans interaction laser/poudre sont les suivants : une meilleure stabilité de bain quelle que soit la nature du matériau, un besoin énergétique réduit et le découplage du débit de poudre projeté et de la puissance reçue par le bain. Ces aspects sont particulièrement importants pour maîtriser le bain, déterminer des modèles de comportement (**Chapitre IV)** ou mettre en place un contrôle procédé. Cette configuration a donné lieu à un brevet suite au projet PROFIL.

III.5.3 Réglage de la configuration de travail

On a cherché à se placer dans une configuration permettant de travailler à forte productivité, donc d'obtenir des dépôts les plus larges possibles. Pour cela, on doit obtenir le spot laser sur le plan de travail (Φ_L) le plus large possible. Cela nous conduit à remonter aussi haut que possible le point focal laser dans la buse, en utilisant les bagues de réglages sur le support fileté (voir **Figure III-3**). On obtient un **D**_{PFL} de -4.1 mm, que l'on fixe pour la suite des essais. La buse, le point focal laser et le point focal poudre sont donc cinématiquement liés. Ces réglages permettent de passer d'une configuration sans interaction à une configuration standard par simple modification de la distance de travail (voir **Schéma III-2**). En pratique, il suffit donc de déplacer verticalement la buse au moyen de la commande numérique.



Schéma III-2 : Configurations de travail avec et sans interaction laser/poudre et distances associées (avec D_{PFL} fixé à -4.1 mm et D_{PFP} fixé à 10.9 mm)



III.5.4 Configuration avec interaction laser/poudre

Schéma III-3 : Configuration de travail avec interaction laser/poudre (adaptée aux dépôts épais)

La configuration avec interaction considérée ici consiste à placer la surface de travail au niveau du point focal poudre (voir **Schéma III-3**). Cela correspond à **WD** = **10.9 mm**, **Défoc**_L = **+15.0 mm** et **Défoc**_P = **0 mm**. On obtient ϕ_L = 1.29 mm et ϕ_P = ϕ_{P0} = 2.71 mm au niveau du plan de travail. Cette configuration permet de former des cordons de grandes dimensions. Elle se destine à la fabrication de murs monocordons épais (comme illustré en **Figure III-8**) ou bien au remplissage. Par exemple, la paramétrie P1245 V500 Dm10 permet d'obtenir un mur monocordon avec H_{app} = 0.81 mm, L_{app} = 4.22 mm et **R**_{mf} = 70 % (pour 50 couches déposées).



Figure III-8 : Observation de la zone d'interaction laser/poudre lors de la construction d'un mur

III.5.5 Configuration sans interaction laser/poudre

La recherche de la configuration sans interaction s'est faite en trouvant la distance de travail où les faisceaux laser et poudre se croisent (voir **Schéma III-4** et **Graphe III-6**). Cette configuration pourrait également être atteinte en descendant le point focal laser *sous* le plan de travail et *sous* le point focal poudre. Cependant, la configuration choisie a pour avantage de faire se croiser des faisceaux qui évolue dans le sens contraire. Cela limite l'amplitude verticale sur laquelle peut se déplacer le plan de croisement, par exemple en cas de variation de la géométrie du faisceau poudre.







Graphe III-6 : Croisement des diamètres mesurés du faisceau poudre et de la limite interne du faisceau poudre

En amont du point focal poudre, la section horizontale du faisceau poudre forme une couronne (voir **Figure III-7**). C'est donc l'évolution du diamètre <u>intérieur</u> qui nous importe ici pour déterminer l'intersection avec le faisceau laser. Cela nous donne **WD** = **9.1 mm**, **Défoc**_L = **+13.2 mm** et **Défoc**_P = **- 1.8 mm**. On obtient ϕ_L = 1.29 mm et ϕ_P = 3.31 mm et ϕ_P interne = 1.33 mm au niveau du plan de travail. On a volontairement choisi un léger écart entre Φ_L et Φ_P interne pour ne pas être *exactement* au croisement théorique des faisceaux poudre et laser.

Cette configuration sans interaction laser/poudre permet de former des cordons de grandes dimensions. Elle se pose comme alternative à la configuration « classique » avec interaction pour la fabrication de murs épais ou pour du remplissage. Si on prend l'exemple de la même paramétrie qu'en configuration avec interaction (P1245 V500 Dm10), on obtient un mur monocordon avec $H_{app} = 0.89$ mm, $L_{app} = 4.90$ mm et $R_{mf} = 87$ % (pour 50 couches déposées).

III.5.6 Configuration focalisée

On a essayé une configuration avec le faisceau laser et le faisceau poudre focalisés sur le plan de travail (voir **Schéma III-5**). C'est le <u>seul</u> essai présenté dans ce manuscrit qui n'ait pas été fait avec les réglages de **D**_{PFL} et **D**_{PFP} définis précédemment (cf. section **III.5.3**). Cela correspond à **WD** = 10.9 mm, **Défoc**_L = 0 mm et **Défoc**_P = 0 mm. Ce type de configuration est destinée à construire des murs fins ou à faire du contournement de pièces. *J. Maisonneuve* avait déterminé que la largeur de cordon **L**_{app} dépendait de **P** et de **V** : elle augmente avec la puissance et diminue avec la vitesse (Maisonneuve, 2008). On a donc délibérément choisi une puissance faible (**P** = 415 W) et une vitesse élevée (**V** = 1500 mm/min) pour obtenir des dépôts fins.



Schéma III-5 : Configuration de travail avec les faisceaux laser et poudre focalisés sur la surface de travail (dans le but d'obtenir des dépôts fins)



Figure III-9 : Mur monocordon de 50 couches construit dans la paramétrie P415 V1500 Dm20, avec les faisceaux poudre et laser focalisés sur le plan de travail (H_{app} = 0.57 mm ; L_{app} = 1.59 mm ; R_{mf} = 25 %)

On a construit un mur monocordon de 50 couches dans la paramétrie P415 V1500 Dm20 (voir Figure III-9). Celui-ci présentait un H_{app} de 0.57 mm, un L_{app} de 1.59 mm et un R_{mf} de 25 %. Ce faible rendement massique de fusion s'explique par deux raisons. D'une part, le débit de poudre projetée est bien trop important au regard du volume de matière consolidée. À titre de comparaison sur une machine non-industrielle (banc d'essai *Limoges*), *J. Maisonneuve* avait construit des murs dans la paramétrie P200 V400 Dm1, soit un débit massique de poudre 20 fois plus faible que dans le cas présent. Elle avait obtenu $H_{app} = 0.32$ mm, $L_{app} = 1.50$ mm et $R_{mf} = 78$ % (Maisonneuve, 2008). Sur l'Optomec, des essais à plus faible débit massique de poudre ne montrent pas de changement majeur du rendement massique de fusion, malgré une légère amélioration ($R_{mf} = 31$ % à Dm15 et $R_{mf} = 35$ % à Dm10).

D'autre part, ce faible rendement de fusion s'explique par le fait que dans cette configuration focalisée, le diamètre du faisceau laser au niveau du plan de travail est 3.5 fois plus petit que le diamètre du faisceau poudre (voir **Schéma III-5**). La surface du bain formée est étroite et ne permet de capter qu'une fraction mineure de la quantité de poudre projetée. Ce modèle de machine Optomec se montre donc inadapté pour des constructions fines à rendement massique correct (> 60 %) : d'une part, le distributeur installé ne permet pas d'obtenir un débit massique assez bas, et d'autre part, la buse ne permet pas de concentrer suffisamment le faisceau poudre pour que le spot poudre ait une taille proche du spot laser minimal.

III.5.7 Configurations de travail et productivité

On compare la productivité obtenue dans les différentes configurations étudiées en mettant à jour le graphe établi au **Chapitre II** avec les points de fonctionnement connus. On place les résultats de FALAFEL obtenus dans la présente étude avec la machine Optomec *LENS 850R* ainsi que ceux de la machine *MAGIC* conçue par IREPA Laser. On obtient alors le **Graphe III-7**.



Graphe III-7 : Comparaison de la productivité de points de fonctionnement issus du projet PROFIL, de la machine *MAGIC* conçue par IREPA laser ainsi que des présents travaux de thèse sur machine Optomec *LENS 850R* dans le cadre du projet FALAFEL , pour la fabrication de murs

On constate que le domaine de forte productivité visé par FALAFEL est bien atteint sur les machines industrielles (Optomec *LENS 850R* et machine *MAGIC*). Il faut noter que l'augmentation de la productivité se traduit par une élévation de la rugosité générée sur les constructions, comme illustré en **Figure III-10**. Ces rugosités s'avèrent élevées, et ce même à « faible » débit (Pour **Dm** = 10 g/min : **Ra** = 24 µm et **Rt** = 141µm). Cela s'explique par l'augmentation de la taille des ménisques formés lors de la solidification de chaque couche. En effet, pour une vitesse donnée, accroître le débit volumique de fabrication signifie accroître le volume du bain formé à chaque couche – et donc le risque que celuici s'affaisse et forme un ménisque de grande taille lors de la solidification.

La maîtrise des fortes productivités – et de la rugosité générée – passe donc par la capacité à stabiliser un bain de fusion de volume bien plus volumineux que dans les études précédentes. C'est l'un des intérêts de la configuration sans interaction laser/poudre : en faisant rentrer les particules de poudre « froides » dans le bain liquide, on abaisse sa température. Cela permet d'élever les tensions de surface liquide/vapeur et liquide/solide en limite de bain, et donc d'améliorer sa tenue. La comparaison des géométries des murs construits avec et sans interaction laser/poudre confirme cet effet. Ce point sera développé au **Chapitre IV** dans lequel l'effet de deux configurations sur la géométrie du bain sera comparé en détail.

Quant à la fabrication de parois fines, on voit clairement que l'utilisation d'un dispositif adapté (comme la buse *micro-CLAD* montée sur la machine *MAGIC*) est plus avantageuse sur le plan du rendement massique que l'adaptation d'un dispositif « haut débit » en configuration focalisée (Sankaré, et al., 2009).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE



Figure III-10 : Murs de 50 couches construits en configuration sans interaction laser/poudre à même puissance (P1245) et même vitesse (V500) – donc même temps de fabrication (6 min 38 s). Seul varie le débit de poudre projeté : (de gauche à droite) Dvprojeté = 136 cm³/h, Dvprojeté = 204 cm³/h, Dvprojeté = 271 cm³/h, Dvprojeté = 339 cm³/h

III.6.1 Influence de l'incrément de montée de la buse

III.6.1.1 Évolution des dimensions du cordon dans les premières couches d'un mur

Dans un mur, les premiers cordons déposés subissent un pompage calorifique important du substrat, ce qui entraîne un régime thermique transitoire dans le bas de la construction. Il a été montré que cela se traduit par une évolution rapide de leur section d'une couche à l'autre. *J. Maisonneuve* avait notamment représenté cette évolution dans le cas d'un mur monocordon de 50 couches construit sur machine *Limoges* en configuration <u>avec</u> interaction laser/poudre avec la paramétrie P300 V300 Dm1 (voir Graphe III-8). On a souhaité faire de même pour un mur construit sur machine *Optomec* à plus forte productivité. On choisit un mur monocordon de 50 couches en configuration <u>sans</u> interaction laser/poudre avec la paramétrie P830 V500 Dm10. Il s'agit du mur qui va nous servir de référence pour étudier l'influence de paramètres secondaires dans ce chapitre.

L'évolution de H_{app} et de L_{app} en fonction de la couche du mur est représentée sur le **Graphe III-9**. Tout comme *J. Maisonneuve*, on constate une rapide évolution de la géométrie de cordon sur les 5 premières couches suivi d'une évolution moins marquée, jusqu'à se stabiliser entre la 10^{eme} et la 15^{eme} couche – le reste du mur présentant alors une géométrie de cordon constante. Cependant, on constate dans notre cas que la largeur <u>et</u> la hauteur de cordon augmentent de pair alors que *J. Maisonneuve* notait une légère diminution de la hauteur de cordon. Nous verrons dans le <u>Chapitre V</u> que le nombre de couches nécessaire pour atteindre une géométrie stable dépend de la paramétrie choisie (le maximum constaté lors de nos essais étant de 30 couches).



Graphe III-8 : Évolution de la hauteur et de la largeur de cordon suivant la couche d'un mur monocordon de 50 couches construit sur machine *Limoges* en paramétrie P300 V300 Dm1 dans une configuration de travail <u>avec</u> interaction laser/poudre d'après (Maisonneuve, 2008)



Graphe III-9 : Évolution de la hauteur et de la largeur de cordon suivant la couche d'un mur monocordon de 50 couches construit sur machine Optomec *LENS 850R* en paramétrie P830 V500 Dm10 dans une configuration de travail <u>sans</u> interaction laser/poudre

III.6.1.2 Incrément de montée

L'incrément de montée ΔZ (mm) est la hauteur que prend la buse entre chaque couche, programmée en début de construction. Pour une paramétrie donnée, il existe une valeur optimale de cet incrément de montée, noté ΔZ_0 . L'intérêt d'un incrément de montée optimisé fixe se retrouve dans la littérature (Pinkerton, et al., 2004). Ce ΔZ_0 doit être égal à la hauteur de couche H_{app} (mm) obtenue en régime permanent. Le régime de construction permanent est atteint après plusieurs couches, dès lors que l'on est suffisamment éloigné du substrat pour qu'il n'exerce plus de pompage thermique. Le cycle thermique subi est alors identique pour chaque nouvelle couche déposée. Ce point sera détaillé dans le **Chapitre V**.

III.6.1.3 Démarche de recherche de l'incrément de montée optimal

Pour chaque mur étudié, on veut déterminer précisément le ΔZ_0 . Celui-ci dépend de la paramétrie adoptée, de la configuration de travail et de la stratégie de fabrication. Comme mis en évidence par *J. Maisonneuve*, il faut procéder par une démarche itérative visant à tendre asymptotiquement vers cet incrément de montée optimal.

Pour des réglages donnés, cette méthodologie de recherche de ΔZ_0 est la suivante : on part de la hauteur H_{app} d'un cordon déposé sur le substrat. Cette valeur nous donne un premier réglage de ΔZ pour construire un mur. Celui-ci doit avoir suffisamment de couches pour atteindre le régime de construction permanent. La hauteur moyenne par couche obtenue en régime permanent dans ce mur nous permet de fabriquer un nouveau mur en ajustant le ΔZ . On procède de la sorte jusqu'à obtenir un mur présentant en régime permanent une hauteur par couche égale à l'incrément de montée programmé, qui est donc le ΔZ_0 recherché.

Dans la pratique, les ressources (temps, matériau, substrat) sont limitées. On a constaté expérimentalement que trois itérations permettaient déjà de réduire significativement l'écart sur ΔZ . On a donc jugé que l'on avait atteint le ΔZ_0 avec une précision suffisante au troisième mur construit. On a également considéré que l'effet du régime transitoire était négligeable sur la hauteur moyenne par couche du mur dès lors qu'il y avait au moins 30 couches déposées. En d'autres termes, si un mur fait plus de 30 couches, on considère que la hauteur de couche en régime permanent est égale à la hauteur moyenne par couche en considérant tout le mur. De ce fait, le H_{app} moyen de chaque mur peut être calculé rapidement post-fabrication, ce qui permet d'enchaîner immédiatement sur la construction d'un nouveau mur à ΔZ ajusté.

III.6.1.4 Influence de la désadaptation de l'incrément de montée

Dans la pratique, il est rare de connaître précisément le ΔZ_0 pour chaque construction. Les valeurs de ΔZ programmées sont donc plus ou moins éloignées de l'optimum. Il est donc utile de caractériser la capacité du procédé à rester stable en présence d'une désadaptation de l'incrément de montée par rapport à sa valeur optimale. Autrement dit, on veut tester la robustesse du procédé vis-àvis de l'incrément de montée. Étudier la désadaptation consiste à délibérément programmer un ΔZ différent du ΔZ_0 déjà connu, tous les autres paramètres étant fixés.

Une étude de désadaptation du ΔZ avait été menée par *J. Maisonneuve* sur banc d'essai *Limoges*, pour la construction d'un mur monocordon de 50 couches en configuration <u>avec</u> interaction et la paramétrie P300 V300 Dm1. On a souhaité étudier l'influence de la désadaptation sur *Optomec* en se plaçant en configuration <u>sans</u> interaction et pour un débit massique de poudre 10 fois supérieur (paramétrie utilisée : P830 V500 Dm10).

Chaque point de mesure est également issu de la construction d'un mur monocordon de 50 couches, afin d'être sûr d'avoir atteint le régime permanent. Comme les machines et paramétries utilisées sont différentes, on ne pourra comparer que les tendances et non les valeurs. Dans chaque cas, le point de désadaptation 0 % sert de référence. Il se trouve à l'intersection des courbes H_{app} et ΔZ (ce qui correspond donc au ΔZ_0). Les résultats de *J. Maisonneuve* sont rappelés en **Graphe III-10** tandis que les résultats actuels sont tracés en **Graphe III-11**.



Graphe III-10 : Influence de la désadaptation du ΔZ nominal d'un mur monocordon de 50 couches construit en paramétrie P300 V300 Dm1 dans une configuration de travail initiale <u>avec</u> interaction laser/poudre





Graphe III-11 : Influence de la désadaptation du ΔZ nominal d'un mur monocordon de 50 couches construit en paramétrie P830 V500 Dm10 dans une configuration de travail initiale <u>sans</u> interaction laser/poudre

Si on s'intéresse aux désadaptations négatives (la buse monte <u>moins vite</u> que le mur), on constate que les deux configurations de travail se comportent de manière semblable sur la géométrie du bain et sur le rendement de fusion. Toutes deux présentent une certaine tolérance aux désadaptations négatives : le bain se rapproche de la buse – donc du point focal laser – et reçoit ainsi une densité de puissance plus importante sur une surface plus faible. Il y a alors un phénomène d'autoadaptation du bain, qui s'aplatit (H_{app} diminue) tout en s'élargissant légèrement (L_{app} augmente) par comparaison avec le bain de référence (sans désadaptation). De plus, le rendement massique **R**_{mf} diminue avec une désadaptation négative plus importante, que l'on parte d'une référence <u>avec</u> ou <u>sans</u> interaction laser/poudre (une quantité plus importante de poudre tombe hors du bain).

EFFET D'UNE DÉSADAPTATION POSITIVE

On relève un comportement différent des deux configurations pour des désadaptations positives (la buse monte <u>plus vite</u> que le mur). La configuration avec interaction montre un effondrement immédiat : l'écart entre ΔZ et H_{app} se creuse nettement et le rendement massique chute, malgré un élargissement du dépôt. En revanche, la configuration sans interaction présente, au contraire, une certaine capacité d'autorégulation : on observe une élévation conjointe de H_{app} , L_{app} et R_{mf} jusqu'à une désadaptation de + 40 % avant de montrer un écroulement. L'augmentation de L_{app} est la plus significative : le bain s'élargit avec la désadaptation, donc avec l'augmentation de la distance de travail. Cela permet de capter plus de poudre, ce qui se traduit par un accroissement conjoint du volume de bain <u>et</u> du rendement massique de fusion. L'écart entre ΔZ et H_{app} se creuse progressivement avec la désadaptation mais la construction reste possible jusqu'à + 40 %. Au-delà d'une désadaptation de + 40%, le mur s'écroule (diminution rapide de H_{app} avec toujours une augmentation de L_{app}) tandis que le rendement massique de fusion chute.

MODIFICATION DE CONFIGURATION INDUITE PAR UNE DÉSADAPTATION

Comme précisé à la section **III.5.3**, dans notre cas le passage de la configuration <u>sans</u> interaction à la configuration <u>avec</u> interaction se fait par simple augmentation de la distance de travail **WD** (voir **Schéma III-2**). <u>C'est précisément ce qui arrive</u> petit à petit lors de la montée des couches avec une désadaptation positive sur ΔZ . En effet, il faut bien être conscient que si cette désadaptation est <u>constante</u> par rapport à la valeur nominale ΔZ_0 , elle engendre à chaque couche un écart <u>croissant</u> entre ΔZ et **H**_{app} (puisqu'ils ne sont pas égaux). Cet écart va donc avoir un effet <u>cumulatif</u> sur l'erreur prise par la distance de travail **WD**, la faisant augmenter à chaque nouvelle couche.

Ainsi, la buse s'éloigne progressivement du plan de travail et donc la configuration de travail change à chaque nouvelle couche. Une désadaptation positive sur une configuration initiale <u>sans</u> interaction va peu à peu la transformer en configuration <u>avec</u> interaction au bout d'un certain nombre de couches. Plus l'écart entre ΔZ et H_{app} sera important, plus vite cette transition aura lieu. Il est donc particulièrement important de préciser que lorsqu'on compare les configurations <u>avec</u> ou <u>sans</u> interaction laser/poudre, on fait référence aux configurations initiales, telles que réglées <u>au tout début</u> <u>de la fabrication</u>. Seule la première couche de chaque mur a été exactement construite selon les valeurs de WD, Défoc_L et Défoc_P définis à la section III.5.3.

Aucun des murs représentés dans le **Graphe III-10** et le **Graphe III-11** ne se trouve dans sa configuration de travail initiale (hormis bien sûr ceux sans désadaptation, puisque $\Delta Z = H_{app}$). Ils ont tous changé de configuration de travail, de manière plus ou moins marquée. Pour cette raison, il était indispensable de comparer des murs ayant autant de couches. Les évolutions tracées auraient été différentes pour un nombre de couche inférieur ou supérieur. Si on revient à l'observation des désadaptations positives à partir de la configuration sans interaction (cf. **Graphe III-11**), on remarque que les valeurs de H_{app} et de R_{mf} en configuration <u>sans</u> interaction atteignent un maximum vers + 40 % de désadaptation, ce qui correspond à la désadaptation de 0 % sur les courbes <u>avec</u> interaction de *J. Maisonneuve* (cf. **Graphe III-10**).

CONCLUSION SUR LES CONFIGURATIONS DE TRAVAIL INITIALES

La configuration <u>avec</u> interaction se situe en limite de zone constructible, tandis que la configuration <u>sans</u> interaction possède une marge significative avant écroulement. Cela lui confère une meilleure tolérance aux désadaptations lors de la montée des couches, tant sur l'amplitude de désadaptation que sur le nombre de couches que l'on peut construire. De plus, elle montre une certaine capacité d'autorégulation de la hauteur de couche selon l'incrément de montée ΔZ . Il ne s'agit certes pas d'une régulation parfaite puisque H_{app} ne rejoint pas l'incrément de montée désadapté, que ce soit positivement ou négativement (même si l'absence de mesure à - 60 % ne permet pas d'exclure cette possibilité).

Cette régulation est tout de même efficace, puisque la construction reste possible et stable malgré de fortes valeurs de désadaptation (jusqu'à ± 40 % par rapport au ΔZ_0) et ce, durant plusieurs dizaines de couches. Elle nous a permis de construire successivement 50 couches stables d'affilée en accommodant un « mauvais » réglage initial de ± 0.34 mm sur ΔZ par rapport à la valeur optimale ΔZ_0 (0.84 mm).

III.6.2 Influence du temps de pause aux points de rebroussement d'un mur

On a étudié l'influence du temps de pause de la buse aux points de rebroussement du mur monocordon, **t**_{tempo}, qui conditionne le temps laissé au bain de fusion pour refroidir avant d'être de nouveau chauffé (voir **Graphe III-12**). Plus cette durée sera importante, plus grande sera la quantité d'énergie dissipée dans l'atmosphère de protection gazeuse et au travers des couches précédentes. Le contrôle du temps de pause est un moyen pertinent pour maîtriser la stabilité du bain, sa thermique et la microstructure induite au refroidissement (Thompson, et al., 2015).

Dans notre cas, on cherche seulement à dégager une valeur à figer pour la suite de l'étude paramétrique (**Chapitre IV**). Le temps de pause considéré est celui imposé après le dépôt de chaque cordon d'un mur monocordon de 50 couches. Pendant ce temps, le laser est éteint mais la projection de poudre ne peut pas être interrompue ; on décale donc légèrement la buse dans le vide pour ne pas projeter de poudre dans le bain tout juste achevé. Ainsi, on limite le phénomène de surépaisseur aux points de rebroussement.



Graphe III-12 : Influence du temps de pause aux points de rebroussement pour un mur monocordon de 50 couches construit en paramétrie P830 V500 Dm10 <u>sans</u> interaction laser/poudre

On constate que le rendement massique de fusion diminue avec l'augmentation de la durée de pause. Attention, on ne parle que du rendement massique <u>de fusion</u>, dont le calcul ne prend pas en compte les temps de pause. Cette diminution n'est due qu'à la différence induite par les temporisations sur l'évolution thermique de la matière consolidée. Il est bien évident que le rendement massique global sera bien plus affecté puisqu'il cumule cet effet avec la prise en compte des durées de pause, mais ce n'est pas ce qui nous intéresse ici.

L'effet s'atténue avec la durée de pause : en effet, cela suit la cinétique de refroidissement du bain. On peut faire l'hypothèse qu'à partir d'un temps de pause suffisamment long, il n'y aura plus de changement thermique dans la dernière couche susceptible d'influer sur le dépôt de la couche suivante. La largeur de dépôt L_{app} diminue comme le rendement massique de fusion, tandis que la hauteur de couche reste constante. On choisit d'adopter un temps de pause de 2 s pour la construction des murs monocordons de l'étude paramétrique (**Chapitre IV** et **Chapitre V**).

III.6.3 Influence du préchauffage du substrat

Les dimensions du substrat, sa conductivité thermique et sa température initiale ont un effet significatif sur l'histoire thermique et la microstructure générée lors d'une fabrication par DLD. Pour un substrat donné (taille et matériau connus), un préchauffage peut permettre de limiter significativement l'effet de pompage thermique qui se produit dans les premières couches d'un mur. Ainsi, le contrôle de la température initiale du substrat permet (dans une certaine mesure) de maîtriser les gradients thermiques dans le mur et donc la microstructure formée (Thompson, et al., 2015). Cela a aussi un impact sur la géométrie de bain : par exemple, *S. Ocylok* a trouvé qu'un chauffage à 300 °C d'un substrat en acier laminé *X38CrMoV* se traduisait par une augmentation de plus de 20 % de la taille du bain de fusion pendant la construction (Ocylok, et al., 2014).

Bien que le TA6V présente une conductivité thermique faible (6.7 W.m⁻¹.K⁻¹ à 20 °C contre 26.8 W.m⁻¹.K⁻¹ pour le X38CrMoV), on a voulu déterminer l'importance de ce facteur. Pour cela, on a comparé des murs de 50 couches construits sur des substrats préchauffés à des températures différentes. Pour chaque essai, on a préalablement nettoyé et dégraissé un substrat en TA6V d'épaisseur 5 mm avant de l'instrumenter au moyen d'un thermocouple. Le préchauffage s'est fait au moyen d'une plaque chauffante avec régulation de température, placée dans l'enceinte de la machine (sous atmosphère argon).



Figure III-11 : Dispositif d'étude du préchauffage : construction d'un mur monocordon de 50 couches sur un substrat en TA6V d'épaisseur 5 mm instrumenté (à gauche) placé sur une plaque chauffante régulée à une consigne de température fixe (à droite)

On a ajusté la consigne de température de la plaque chauffante pour stabiliser la température du substrat à la valeur de préchauffage choisie. On note d'ailleurs que la température mesurée sur le substrat était environ 8 % inférieure à la consigne de la plaque chauffante. On a ensuite construit un mur de 50 couche en paramétrie P830 V500 Dm10 <u>sans</u> interaction laser/poudre en observant un temps de pause de 2 secondes entre chaque couche (voir Figure III-11).

On constate que l'élévation de la température de préchauffage du substrat entraîne une *légère* augmentation de la hauteur moyenne par couche (< 0.02 mm) et du rendement massique de fusion (< 2 %), comme représenté sur le **Graphe III-13**.



Graphe III-13 : Influence de la température de préchauffage du substrat pour un mur monocordon de 50 couches construit en paramétrie P830 V500 Dm10 <u>sans</u> interaction laser/poudre, avec 2 s de pause entre chaque couche

III.7 Conclusion du chapitre

La maîtrise des composants conditionnant la mise en forme du faisceau laser et du faisceau poudre est indispensable avant toute fabrication. Cela permet d'assurer la pertinence des réglages fixés pour les études suivantes (étude paramétrique et étude du recyclage des poudres).

On a comparé diverses configurations de travail. Pour les dépôts larges à forte productivité, on a mis en évidence l'intérêt d'utiliser une configuration <u>sans</u> interaction laser/poudre. Lors de la construction de murs monocordons, celle-ci a montré un rendement massique supérieur à la configuration <u>avec</u> interaction, associé à une meilleure productivité. Les deux configurations permettent néanmoins d'atteindre les domaines visés dans FALAFEL.

La configuration <u>sans</u> interaction laser/poudre s'est révélée plus robuste en cas d'écart entre la vitesse de montée de la buse et la vitesse de montée du mur (désadaptation de ΔZ). Enfin, signalons que cette configuration offre une meilleure visibilité coaxiale du bain (absence d'écrantage par le faisceau poudre), ce qui est avantageux dans la perspective d'un contrôle procédé. Pour les dépôts fins, la buse utilisée s'est révélée inadaptée sur la machine Optomec. L'emploi d'une seconde buse spécifique est nécessaire pour faire du contournement de pièce ou construire des parois fines sans sacrifier le rendement massique. C'est la stratégie mise en place dans la machine *MAGIC* conçue dans le cadre du projet FALAFEL.

Le contrôle de l'apport de matière est actuellement la principale limite dans la maîtrise du procédé DLD. Cela implique d'améliorer la prédiction et la mise en forme du faisceau de poudre en sortie de buse (ce point fait déjà l'objet de plusieurs études). Cependant, il ne faut pas oublier les limites technologiques actuelles pour ce qui est de la régulation du débit de poudre : temps élevé pour stabiliser le débit (plusieurs secondes), donc impossibilité de stopper l'envoi de poudre en cours de fabrication ou même de le modifier avec précision. Dans la perspective d'un contrôle procédé, il est inenvisageable d'utiliser le débit massique comme paramètre d'action – en l'état actuel, c'est au contraire une contrainte en raison de son inertie et de son manque de précision.

La temporisation a une influence significative durant les deux premières secondes, puis de plus en plus limitée. Ce paramètre est d'une importance stratégique *majeure* en DLD, puisqu'il est réglable très finement (intérêt en contrôle procédé) et qu'il a un impact fort à la fois sur la thermique induite (et donc sur la stabilité de bain et la microstructure générée) mais également sur le temps de fabrication d'une pièce (cf. **Chapitre II**).

Enfin, le préchauffage du substrat a un impact limité sur la géométrie de dépôt et le rendement de fusion. Son intérêt réside surtout dans la diminution des gradients thermiques et l'amélioration de la santé matière dans les constructions.

Bibliographie du chapitre

Longuet, A. 2010. *Modélisation du procédé de projection laser – Application au TI-6Al-4V.* <u>Thèse de doctorat</u>, MINES-ParisTech, 2010.

Maisonneuve, J. 2008. *Fabrication directe de pièces aéronautiques en TA6V et IN718 : projection et fusion sélective par laser.* <u>Thèse de doctorat</u>, MINES-ParisTech, 2008.

Mezari, R. 2014. Étude du contrôle de procédé de projection laser pour la fabrication additive, <u>Thèse de</u> <u>doctorat</u>, Arts&Métiers-Paristech, 2014.

Ocylok, S., Alexeev, E., Mann, S. et al. 2014. Correlations of Melt Pool Geometry and Process Parameters During Laser Metal Deposition by Coaxial Process Monitoring. *Physics Procedia.* 2014, Vol. 56, pp. 228-238.

Pinkerton, A.J. et Li, L. 2004. The significance of deposition point standoff variations in multiple-layer coaxial laser cladding (coaxial cladding standoff effects). *International Journal of Machine Tools and Manufacture*. 2004, Vol. 44, pp. 573-584.

Sankaré, S., Boisselier D., Engel T., et al. 2009. *Additive laser manufacturing of small metallic components laser micro-cladding.* in : <u>ICALEO 2009</u>, Laser institute of America.

Thompson, S.M., Bian, L. et al. 2015. An overview of Direct Laser Deposition for additive manufacturing ; Part I : Transport phenomena, modeling and diagnostics. *Additive Manufacturing.* 2015, Vol. 8, pp. 36-62.

Zhang, Kai, Liu, Weijun et Shang, Xiaofeng. 2007. Research on the processing experiments of laser metal deposition shaping. *Optics & Laser Technology.* 2007, Vol. 39, pp. 549-557.

Zhu, Gangxian, et al. 2012. The influence of laser and powder defocusing characteristics on the surface quality in laser direct metal deposition. *Optics & Laser Technology.* 2012, Vol. 44, pp. 349-356.

Table des illustrations du chapitre

Figures

Figure III-1 : Optomec LENS 850R (à gauche), circuit de régénération (au milieu), sas (à droite)73
Figure III-2 : Zone de travail : buse, substrat, support, bac de récupération de poudre73
Figure III-3 : Éléments constitutifs de la buse de projection74
Figure III-4 : Moniteur de centrage des faisceaux laser et poudre76
Figure III-5 : Distributeur de poudre (à gauche) - détails sur le tambour d'entraînement : en
fonctionnement (à droite – haut) et sans poudre (à droite – bas)77
Figure III-6 : Intersection du faisceau poudre par un plan lumineux vertical et effet de d_{GI} sur la position
du PFP pour Dm = 15 g/min)78
Figure III-7 : Intersection du faisceau poudre par un plan lumineux horizontal et effet de WD sur le
diamètre externe ϕ_P et le diamètre interne $\phi_{P \text{ interne}}$ du cône de poudre pour Dm = 15 g/min
Figure III-8 : Observation de la zone d'interaction laser/poudre lors de la construction d'un mur83
Figure III-9 : Mur monocordon de 50 couches construit dans la paramétrie P415 V1500 Dm20, avec les
faisceaux poudre et laser focalisés sur le plan de travail ($H_{app} = 0.57 \text{ mm}$; $L_{app} = 1.59 \text{ mm}$; $R_{mf} = 25 \%$)
Figure III-10 · Murs de 50 couches construits en configuration sans interaction laser (noudre à même

Figure III-10 : Murs de 50 couches construits en configuration sans interaction laser/poudre à même puissance (P1245) et même vitesse (V500) – donc même temps de fabrication (6 min 38 s). Seul varie

Graphes

Graphe III-1 : Variation du diamètre du spot laser ϕ_L en fonction de la défocalisation laser Défoc_L....76 Graphe III-2 : Influence du débit de gaz porteur d_{GP} sur le débit massique de poudre en sortie de buse Graphe III-3 : Évolution du diamètre extérieur du faisceau poudre obtenu par analyse d'image (à gauche) ; représentation de la densité de poudre en fonction de la distance de travail (à droite)79 Graphe III-4 : Influence de P et de φ_L sur H_{app} (à gauche) et sur L_{app} (à droite) pour le dépôt d'un cordon d'un superalliage base nickel par LMD avec une buse coaxiale......80 Graphe III-5 : Mesure de l'atténuation de la puissance laser due au nuage de poudre, en fonction de Dm pour différentes valeurs de P [avec WD = 8 mm et gaz porteur = He] (à gauche) et en fonction de Dm pour différentes WD [avec D_{PFL} = -3 mm et gaz porteur = Ar] (à droite)......81 Graphe III-6 : Croisement des diamètres mesurés du faisceau poudre et de la limite interne du faisceau Graphe III-7 : Comparaison de la productivité de points de fonctionnement issus du projet PROFIL, de la machine MAGIC conçue par IREPA laser ainsi que des présents travaux de thèse sur machine Graphe III-8 : Évolution de la hauteur et de la largeur de cordon suivant la couche d'un mur monocordon de 50 couches construit sur machine Limoges en paramétrie P300 V300 Dm1 dans une Graphe III-9 : Évolution de la hauteur et de la largeur de cordon suivant la couche d'un mur monocordon de 50 couches construit sur machine Optomec LENS 850R en paramétrie P830 V500 Dm10 dans une configuration de travail sans interaction laser/poudre.......90 Graphe III-10 : Influence de la désadaptation du ΔZ nominal d'un mur monocordon de 50 couches construit en paramétrie P300 V300 Dm1 dans une configuration de travail initiale avec interaction Graphe III-11 : Influence de la désadaptation du ΔZ nominal d'un mur monocordon de 50 couches construit en paramétrie P830 V500 Dm10 dans une configuration de travail initiale sans interaction Graphe III-12 : Influence du temps de pause aux points de rebroussement pour un mur monocordon Graphe III-13 : Influence de la température de préchauffage du substrat pour un mur monocordon de 50 couches construit en paramétrie P830 V500 Dm10 sans interaction laser/poudre, avec 2 s de pause

Schémas

Tableaux

Tableau III-1 : Abréviations utilisées dans le Chapitre III	71
Tableau III-2 : Notations utilisées dans le Chapitre III	71



Chapitre IV Étude paramétrique et modèles de

comportement

<u> Résumé :</u>

Ce chapitre constitue le cœur de l'étude paramétrique. Il vise à déterminer des lois de comportement les plus robustes possibles à partir de données expérimentales pour la construction de cordons et de murs. Ces modèles doivent représenter l'évolution de plus d'une vingtaine de critères ayant trait à la productivité du procédé DLD et à la stabilité du bain.

Dans la première partie de ce chapitre (sections **IV.1** à **IV.5**), on exposera et justifiera en détail la démarche conduite, celle-ci étant en partie innovante et peu rencontrée dans les travaux de recherche. On définira les variables, les plans d'essais menés sur machine DLD, les hypothèses d'analyse posées et la démarche rigoureuse nous permettant d'établir des modèles stables et ajustés. On présentera tout particulièrement l'étude graphique des corrélations – spécificité majeure de la démarche – dont on mettra en évidence la pertinence pour la maîtrise paramétrique d'un procédé, DLD ou autre.

La seconde partie du chapitre (sections **IV.6** à **IV.8**) sera quant à elle consacrée à la présentation des résultats. On détaillera tout d'abord les modèles des cordons, puis ceux des murs. On présentera les critères de productivité puis les critères liés à la géométrie et à la stabilité du bain, en les groupant par zone d'intérêt : matière apportée, matière refondue, bain de fusion dans son ensemble et enfin zone affectée thermiquement. Pour chaque critère, on comparera les modèles établis à partir d'essais en configuration avec et sans interaction laser/poudre, ainsi qu'à des modèles de la littérature. En complément, on présentera également l'étude des corrélations entre paramètres de sortie, en mettant en évidence l'intérêt de cette approche pour la maîtrise du procédé. On terminera enfin en synthétisant les principales lois de comportement établies dans des cartographies globales de procédé.

Sommaire du chapitre

Chapitre IV	Étude paramétrique et modèles de comportement	103
Sommaire du	ı chapitre	
Nomenclatur	re du chapitre	
IV.1 Introduc	tion	
IV.1.1 Intérêt	t et objectifs	
IV.1.2 Exame	n des modèles existants	
IV.1.3 Identif	cication de la problématique d'analyse de données	
IV.2 Choix de	s paramètres étudiés	109
IV.2.1 Variab	les d'entrée	
IV.2.2 Variab	les de sortie	
IV.3 Cas étud	iés et plans d'essais	
IV.3.1 Plan d'	essai complet : cordons avec interaction laser/poudre	
IV.3.2 Plan d'	essai réduit : cordons et murs sans interaction laser/poudre	
IV.3.3 Mesure	es	113
IV.4 Détermi	nation des modèles	
IV.4.1 Forme	des modèles et régressions	
IV.4.2 Choix o	des indicateurs	115
IV.4.3 Écritur	re des modèles	116
IV.5 Étude de	es corrélations entre paramètres	117
IV.5.1 Intérêt	t des corrélations	117
IV.5.2 Approc	che graphique des corrélations	119
IV.6 Résultat	s : évolution des critères étudiés dans le cas d'un cordon	123
IV.6.1 Mise en	n évidence d'une puissance critique	
IV.6.2 Render	ment et productivité	127
IV.6.3 Géomé	trie et stabilité du bain supérieur (matière apportée)	130
IV.6.4 Géomé	trie du bain inférieur (zone refondue)	134
IV.6.5 Géomé	trie et stabilité du bain de fusion dans son ensemble	137
IV.6.6 Géomé	trie de la zone affectée thermiquement	142
IV.7 Résultat	ts : évolution des critères étudiés dans le cas d'un mur mo	nocordon
IV.7.1 Render	ment et productivité	145 145
IV.7.2 Stabilit	té et géométrie des dépôts	
IV.8 Liens en	tre paramètres de sortie	
IV.8.1 Cordor		
IV.8.2 Murs n	nonocordons	
IV.9 Conclusi	on du chapitre	

Bibliographie du chapitre	156
Table des illustrations du chapitre	157

Nomenclature du chapitre

Abréviation	Signification			
CORICO	CORrélations ICOnographiques			
DLD	Direct Laser Deposition (Dépôt Direct par Laser)			
FALAFEL	Fabrication Additive par LAser et Faisceau d'ELectrons			
LENS	Laser Engineered Net Shaping			
SCE	Somme des Carrés Expliquée			
SCT	Somme des Carrés Totale			
TA6V	Appellation usuelle de l'alliage de titane Ti-6Al-4V			

Tableau IV-1 : Abréviations utilisées dans le Chapitre IV

Notation	Unité	Description		
а	-	Pente dans l'expression d'une fonction affine		
Α	-	Absorbance		
b	-	Ordonnée à l'origine dans l'expression d'une fonction affine		
Dm	g/min	Débit massique de poudre en sortie de buse		
Dmr	g/min	Débit massique réellement intégré à la matière consolidée		
Dv instantané	cm ³ /h	Débit volumique instantané (pour une section de dépôt)		
Dv projeté	cm ³ /h	Débit volumique en sortie de buse (= débit volumique maximum)		
El	J/mm	Énergie linéique (= puissance rapportée à la vitesse de balayage)		
Elr	J/mm	Énergie linéique effectivement reçue par la matière consolidée		
Em	J/g	Énergie massique (= puissance rapportée au débit massique)		
Emr	J/g	Énergie massique effectivement reçue par la matière consolidée		
Es	J/mm ²	Énergie surfacique		
Ev	J/mm ³	Énergie volumique		
Ho	-	Hypothèse statistique nulle		
H ₁	-	Hypothèse statistique alternative		
Happ	mm	Hauteur de la zone apportée lors d'un dépôt (= cordon)		
H _{bain}	mm	Hauteur totale du bain de fusion		
H _{ZAT}	mm	Hauteur de la zone affectée thermiquement		
H _{ZAT totale}	mm	Hauteur totale de la zone affectée thermiquement (incluant la zone refondue)		
H _{ZR}	mm	Profondeur de la zone refondue		
Ι	W/mm ²	Intensité laser (aussi appelée densité de puissance)		
Lapp	mm	Largeur de la zone apportée lors d'un dépôt (= cordon)		
Lbain	mm	Largeur du bain de fusion		
LZAT	mm	Largeur de la zone affectée thermiquement		
LZAT totale	mm	Largeur totale de la zone affectée thermiquement (incluant la zone refondue)		
Lzr	mm	Largeur de la zone refondue		

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Notation	Unité	Description		
Ml	g/mm	Masse linéique (= débit massique rapporté à la vitesse de balayage)		
Mlr	g/mm	Masse linéique réellement intégrée à la matière consolidée		
n	-	Nombre de variables		
Р	W	Puissance du faisceau laser incident		
Pcritique		Puissance limite de réponse monotone du procédé		
Pr	W	Puissance effectivement reçue par la matière consolidée		
p-value	-	Probabilité critique de valider l'hypothèse statistique nulle		
r	-	Coefficient de corrélation linéaire (dit de Bravais-Pearson)		
R ²	-	Coefficient de détermination (ou d'ajustement)		
R ² aiusté	_	Coefficient de détermination ajusté en fonction du nombre de degrés de		
		liberté		
ГАВ	-	Coefficient de corrélation linéaire entre une variable A et une variable B		
r _{Ab,C}	-	Coefficient de corrélation partielle entre une variable A et une variable B, à C fixe		
re _{app}	-	Rapport d'élancement de la zone apportée lors d'un dépôt (=cordon)		
rebain	-	Rapport d'élancement du bain de fusion		
rezr	-	Rapport d'élancement de la zone refondue		
R _{mf}	-	Rendement massique de fusion par pesée		
R _{mg}	-	Rendement massique géométrique d'après une section de dépôt		
Rs	-	Coefficient de corrélation de Spearman		
Sapp	mm ²	Surface de la zone apportée lors d'un dépôt (= cordon)		
Sbain	mm ²	Surface totale du bain de fusion		
SZAT	mm ²	Surface de la zone affectée thermiquement		
SZAT totale	mm ²	Surface totale de la zone affectée thermiquement (incluant la zone refondue)		
Szr	mm ²	Surface de la zone refondue		
fint	tint Temps d'interaction avec le faisceau laser d'un point donné sur le plan de			
	6	travail (aussi appelé temps d'exposition, ou temps de balayage)		
V	mm/min	Vitesse de déplacement de la buse (= vitesse de balayage du faisceau laser)		
X	-	Appellation générique d'une variable d'entrée		
Xoptimisé	-	Variable d'entrée combinée optimisée pour un Y donné		
Y	-	Appellation générique d'une variable de sortie		
α	-	Exposant de la puissance P dans X _{optimisé}		
β	-	Exposant de la vitesse V dans X _{optimisé}		
γ	-	Exposant du débit massique Dm dans X _{optimisé}		
θ inf	0	Angle de mouillage inférieur		
O sup	0	Angle de mouillage supérieur		
β	0	Angle de contre-dépouille		
ρ τλ6ν	g/cm ³	Masse volumique du TA6V		
Tdil H	-	Taux de dilution déduit des hauteurs		
Tdil S	-	Taux de dilution déduit des surfaces		
χ ²	-	Somme des carrés des résidus		
χ ² réduit	-	Somme des carrés réduite		

Tableau IV-2 : Notations utilisées dans le Chapitre IV

IV.1 Introduction

IV.1.1 Intérêt et objectifs

La maîtrise du procédé nécessite de pouvoir prédire son comportement (stabilité, productivité) dans un domaine paramétrique défini en faisant le lien entre paramètres de projection, critères géométriques, caractéristiques dimensionnelles du bain ou du cordon, santé matière et rendement massique de fusion.

L'objectif premier est de déterminer des modèles de comportement⁷ faisant appel à des paramètres simples (paramètres opératoires) et/ou des paramètres combinés (paramètres énergétiques). On déduira de ces modèles un domaine de stabilité de construction et de bonne santé matière associé à des critères économiques objectifs.

Ces modèles ont pour but de servir le développement et l'implémentation d'un contrôle procédé en DLD. Cet axe d'étude a été spécifiquement étudié par *R. Mezari* dans sa thèse, également menée dans le cadre du projet FALAFEL (Mezari, 2014). Il y a un fort intérêt à déterminer des modèles assez robustes pour, à terme, être transférables sur des machines de toutes marques, équipées de lasers et de distributeurs de poudre de tous types et de buses de toutes géométries.

Il faut bien noter que cette étude suit une démarche de modélisation *empirique*, basée sur l'analyse de données expérimentales, à l'opposé d'une approche *phénoménologique*, se basant sur la décomposition du problème et l'application des lois de la physique. L'intérêt de l'approche empirique pour modéliser le procédé DLD avait été identifiée dans la littérature (Shamsaei, et al., 2015).

Les modèles de comportement ne sont pas destinés à traduire le couplage entre phénomènes thermiques, physiques et mécaniques intervenant lors de la fabrication. Cet axe d'étude est spécifiquement développé par *G. Marion* dans le cadre de ses travaux de thèse et fait suite au travail de modélisation de *A. Longuet* sur le procédé DLD (Marion, 2016) (Longuet, 2010). Précisons également que l'on se place dans le cas de cordons simples ou de murs monocordons. Les modèles que l'on va établir ne visent pas à prédire les géométries obtenues par recouvrement de cordons juxtaposés. On pourra pour cela se référer aux travaux d'*Ocelik* et de *Nenadl* (Ocelik, et al., 2014) (Nenadl, et al., 2014).

IV.1.2 Examen des modèles existants

Auteur	(De Oliveira, et al., 2005)	(Maisonneuve, 2008)	(El Cheikh, 2012)
Matériau	Alliage de nickel 19E sur substrat acier C45 TA6V sur substrat TA6V		Acier 316L sur substrat acier bas carbone
Domaine paramétrique	P = 310 - 1150 W	P = 100 - 800 W	P = 180 - 360 W
	$\mathbf{Dm} = 4 - 10 \text{ g/min}$	V = 100 - 2000 mm/mm Dm = 1 - 9 g/min	$\mathbf{Dm} = 1.5 - 4.5 \text{ g/min}$

Tableau IV-3 : Conditions d'établissement de modèles de comportement issus de la littérature

⁷ Il peut arriver que l'on parle « d'un modèle » de comportement du procédé DLD (au singulier). On désigne alors *l'ensemble des lois d'évolution* des critères étudiés, soit plusieurs dizaines de modèles.
Le **Tableau IV-3** répertorie des modélisations empiriques extraites de la littérature, pour le dépôt de cordons par DLD. On peut noter que seul le modèle de *J. Maisonneuve* a été établi sur TA6V. De plus, tous ces modèles couvrent des domaines de productivité « limités » par rapport aux enjeux du projet FALAFEL. La comparaison avec les résultats obtenus nous permettra de nous prononcer sur la transférabilité des modèles entre plusieurs matériaux / machines / domaines paramétriques. Les équations fournies par ces auteurs seront comparées à celles de la présente étude aux moments opportuns, aux sections **IV.6** et **IV.7**.

IV.1.3 Identification de la problématique d'analyse de données

L'objectif de l'étude est donc de connaître l'influence de certains paramètres d'entrée du procédé DLD sur des paramètres de sortie, suivant certains critères. Il y a plus de deux variables d'entrée que l'on veut faire varier sur plus de deux niveaux : c'est un problème d'**analyse de données multivariées**. Précisons d'emblée que les termes « *variables* » et « *paramètres* » sont ici **strictement équivalents**. Le premier traduit simplement une approche *analytique* tandis que le deuxième est plutôt orienté *procédé*. Ainsi, les *paramètres opératoires* (**P** ; **V** ; **Dm**) sont des *variables d'entrée du problème*. La notion de critère renvoie quant à elle à une méthode de jugement (d'un résultat, de la pertinence d'un modèle...). Un critère est rattaché à un objectif de validation ou de réduction de données.

Deux types de problématiques existent dans l'analyse de données multivariées. Les problématiques **exploratoires** ne considèrent pas d'hypothèse initiale à valider. Les techniques qui en découlent impliquent souvent de réduire en dimension des jeux de données initiaux conséquents pour faciliter leur exploration. Les problématiques **décisionnelles**, quant à elles, impliquent de tester le lien entre plusieurs variables (*corrélation*) et/ou d'expliquer une variable par une ou plusieurs autres (*causalité*). C'est dans ce deuxième cas que nous nous nous trouvons ici : l'objectif est de construire un modèle prédictif sous la forme $Y=f(X_1, X_2, ..., X_n)$ à partir de points expérimentaux. Le type d'analyse dépend également de la forme des Y et des X. Dans notre cas, toutes les variables sont quantitatives : la méthode adaptée est de type **régression linéaire multiple**. Trois conditions importantes sont nécessaires à l'établissement d'une régression linéaire multiple :

- 1. Les observations sont mesurées sans erreur ou bien avec des erreurs dont la moyenne est nulle.
- 2. *Il y a plus de points d'étude que de variables* (sinon le problème est insoluble).
- 3. Les variables d'entrée sont indépendantes (sinon le modèle risque d'être instable).

L'approche adoptée est fortement basée sur l'analyse des liens entre variables. Elle s'inspire des méthodes d'analyse de type *sociogrammes* (représentations graphiques des réseaux sociaux). Elle s'appuie également en partie sur la méthode *CORICO (CORrélations ICOnographiques)*. Cette méthode *– française* – est encore peu rencontrée dans la littérature, bien qu'étant apparue il y a plus de quinze ans. Elle se fonde sur l'étude des interactions entre variables dans des modèles de régression multiples et met l'accent sur l'analyse des corrélations partielles (Lesty, 1999). Ce point sera développé plus loin.

La démarche que l'on développe se base sur les ressources bibliographiques suivantes :

- Statistique et analyse de données : (Cheze, 2002) (Cheze, 2003) (Gaudin, 2011) (Demoulin, 2013) (Rakotomalala, 2015)
- Régressions et validation de modèles : (Goupy, 1997) (Goupy, 2000) (Cheze, 2004) (Rakotomalala, 2016)
- Étude des corrélations : (Lesty, 2008) (Smith, et al., 2009) (Jouquand, et al., 2015) (Rakotomalala, 2015)

IV.2 Choix des paramètres étudiés

IV.2.1 Variables d'entrée

IV.2.1.1 Paramètres opératoires simples

Les variables d'entrée, ou *régresseurs*, sont désignées par la lettre X. Comme dans la littérature, on choisit le triplet de paramètres opératoires $(X_1 = P; X_2 = V; X_3 = Dm)$. Ces trois variables sont totalement *décorrélées*, comme nécessaire. Dans le cadre d'une représentation graphique selon trois axes, on parlera également d'*orthogonalité* (ou d'absence de *colinéarité*). Cela va grandement aider la régression à converger vers des coefficients stables et donc assurer la robustesse du modèle. Nos variables d'entrée n'ont donc pas besoin d'être transformées ni réduites.

IV.2.1.2 Paramètres opératoires combinés

Il est possible de définir des paramètres opératoires combinés (ou critères énergétiques) exprimés à partir des paramètres opératoires simples :

El (J/mm) – Énergie linéique :
$$El = \frac{P}{V}$$
 IV-1

Em (J/g) – Énergie massique :
$$\mathbf{Em} = \frac{\mathbf{P}}{\mathbf{Dm}}$$
 IV-2

Ml (g/mm) – Masse linéique :
$$Ml = \frac{Dm}{V}$$
 IV-3

I (W/mm²) – Intensité laser (ou densité de puissance) : I = 4 *
$$\frac{P}{\pi * \Phi_L^2}$$
 IV-4

 $\mathbf{t_{int}}$ (s) – Temps d'interaction laser/matière d'un point donné au niveau du plan de travail (aussi appelé temps de balayage) : $\mathbf{t_{int}} = \frac{\Phi_L}{V}$ IV-5

Es (J/mm²) – Énergie surfacique :
Es = I * t_{int} = 4 *
$$\frac{P}{\pi * \Phi_L * V} = \left(\frac{4}{\pi * \Phi_L}\right) * El$$
 IV-6

$$Ev (J/mm^3) - \acute{E}nergie volumique : Ev_2 = \frac{P}{Dm} * \rho_{mat\acute{e}riau} = Em * \rho_{mat\acute{e}riau} IV-7$$

$$Dv_{projeté}$$
 (cm³/h) – Débit volumique projeté :
(= Débit maximum théorique) $Dv_{projeté} = \frac{Dm}{\rho_{matériau}}$ IV-8

On peut se servir de ces paramètres combinés comme variables d'entrée de la régression, <u>tant</u> <u>qu'il n'y a pas redondance</u>. Par exemple, le couple (**P** ; **MI**) peut être utilisé mais pas les couples (**P** ; **EI**) ou (**P** ; **Em**). L'utilisation d'un paramètre combiné présente l'avantage de réduire le nombre de degré de libertés en entrée du problème.



IV.2.2 Variables de sortie

Schéma IV-1 : Types de cordons et critères géométriques considérés, en coupe transversale

IV.2.2.1 Paramètres simples

Les variables de sortie – ou *réponses* – sont désignées par la lettre Y. Comme pour les paramètres d'entrée, on distingue les simples et les combinés. Les paramètres simples sont issus d'une mesure directe (analyse d'image, pesée sur balance de laboratoire). Ils dépendent de la morphologie du dépôt (voir **Schéma IV-1**). On les classe par zone **: bain supérieur** (= *cordon*), **bain inférieur** (= *refusion*), **bain entier**, **zone affectée thermiquement**.

<u>Remarque</u> : on considère comme simples les paramètres directement mesurables mais que l'on a obtenus par addition ou par soustraction d'autres critères simples, afin de gagner du temps. C'est le cas des paramètres du bain « complet » (comprenant la matière apportée et la matière refondue) :

H_{bain} (mm) – Hauteur du bain dans son ensemble :	$\mathbf{H}_{\mathbf{bain}} = \mathbf{H}_{\mathbf{app}} + \mathbf{H}_{\mathbf{ZR}}$	IV-9
L_{bain} (mm) – Largeur du bain dans son ensemble :	$\mathbf{L}_{\text{bain}} = \max\left(\mathbf{L}_{\text{app}}; \mathbf{L}_{\text{ZR}}\right)$	IV-10
$S_{\text{bain}} (\text{mm}^2)$ – Surface du bain dans son ensemble :	$S_{\text{hain}} = S_{\text{ann}} + S_{7R}$	IV-11

C'est aussi le cas pour les paramètres de la zone affectée thermiquement (ZAT), que l'on déduits de la mesure d'une ZAT « totale » (incluant la zone refondue) :

$\mathbf{H}_{\mathbf{ZAT}}$ (mm) – Hauteur de la ZAT:	$\mathbf{H}_{\mathbf{ZAT}} = \mathbf{H}_{\mathbf{ZAT \ totale}} - \mathbf{H}_{\mathbf{ZR}}$	IV-12
L _{ZAT} (mm) – Largeur de la ZAT:	$L_{ZAT} = L_{ZAT \ totale} - L_{ZR}$	IV-13
S_{ZAT} (mm ²) – Surface de la ZAT:	$S_{ZAT} = S_{ZAT \text{ totale}} - S_{ZR}$	IV-14

IV.2.2.2 Paramètres combinés

rebain - Rapport d'élancement du bain :

Parmi les paramètres de sortie combinés, on trouve tout d'abord les ratios de paramètres simples. Il s'agit de paramètres adimensionnels. Ils permettent de détecter la prédominance d'un paramètre par rapport à un autre, le cas échéant.

$$re_{app}$$
 - Rapport d'élancement de la zone apportée :
(= rapport d'élancement du cordon) re_{app} = $re_{cordon} = \frac{H_{app}}{L_{app}}$ IV-15

re_{ZR} – Rapport d'élancement de la zone refondue :
$$re_{ZR} = \frac{H_{ZR}}{L_{ZR}}$$
 IV-16

$$re_{bain} = \frac{H_{bain}}{L_{app}} = \frac{H_{app} + H_{ZR}}{L_{app}} = re_{app} + re_{ZR}$$
 IV-17

$$\tau_{dil H} - \text{Taux de dilution déduit des hauteurs}: \qquad \tau_{dil H} = \frac{H_{ZR}}{H_{bain}} = \frac{H_{ZR}}{(H_{app} + H_{ZR})}$$
 IV-18

$$\tau_{dil S}$$
 – Taux de dilution déduit des surfaces : $\tau_{dil S} = \frac{S_{ZR}}{S_{bain}} = \frac{S_{ZR}}{(S_{app} + S_{ZR})}$ IV-19

On considère également d'autres paramètres de sortie combinés : un critère de productivité $(Dv_{instantané} (cm^3/h))$ ainsi que des critères de rendement (R_{mf}, R_{mg}) .

$$Dv_{instantané}$$
 (cm³/h) – Débit volumique instantané : $Dv_{instantané} = S_{app} * V$ IV-20

$$\mathbf{R}_{mf} - \text{Rendement massique de fusion}: \quad \mathbf{R}_{mf} = \frac{\mathbf{m}_{fondue}}{\mathbf{m}_{projet\acute{e}e}} = \frac{\mathbf{D}\mathbf{v}_{fusion}}{\mathbf{D}\mathbf{v}_{projet\acute{e}}}$$
IV-21

$$\mathbf{R}_{mg}$$
 – Rendement massique géométrique : $\mathbf{R}_{mg} = \frac{\mathbf{D}\mathbf{v}_{instantan\acute{e}}}{\mathbf{D}\mathbf{v}_{projet\acute{e}}}$ IV-22

On remarque que cela nous permet d'obtenir une expression de S_{app} , en utilisant la formule IV-20 :

$$S_{app} * V = R_{mg} * Dv_{projet\acute{e}} = R_{mg} * \frac{Dm}{\rho_{TA6V}}$$
 donc $S_{app} = \frac{R_{mg} * Ml}{\rho_{TA6V}}$ IV-23

IV.2.2.3 Synthèse des variables de sortie

Comme on a pu le constater, réussir à déterminer les modèles de deux paramètres simples ne garantit pas de trouver un modèle convergent pour un paramètre combiné correspondant. C'est le problème de calculer la limite du produit de paramètres d'évolution contraire, ou bien la limite du quotient de paramètres évoluant dans le même sens. Par exemple, on peut disposer de modèles pour H_{ZR} et L_{ZR} et ne pas trouver de modèle convergent pour **re_{ZR}**. Il est tout de même possible de calculer ses valeurs. Pour résumer, on cherche à modéliser tous les paramètres, simples comme combinés (voir **Tableau IV-4**).

Туре	Critère	Unité	Zone apparente = cordon	Zone refondue = refusion	Bain = cordon + refusion	ZAT totale (avec ZR)
Danamàtras	Hauteur	(mm)	Happ	H _{ZR}	H _{bain}	H _{ZAT totale}
Simples	Largeur	(mm)	Lapp	Lzr	Lbain	LZAT totale
Simples	Surface	(mm ²)	Sapp	Szr	Sbain	SZAT totale
	Rapport d'élancement	-	reapp	re _{zr}	rebain	-
Ratios	Taux de dilution fonction de H	-	-	-	τ _{dil H}	-
	Taux de dilution fonction de S	-	-	-	τ _{dil} s	-
Droductivitá	Débit volumique instantané	(cm ³ /h)	Dvinstantané			
Productivite Rendement massique de fusion (%) Rm			nf			
Kendement	Rendement massique géométrique	(%)	R _{mg}			

Tableau IV-4 : Paramètres de sortie étudiés (= critères)

IV.3 Cas étudiés et plans d'essais

IV.3.1 Plan d'essai complet : cordons avec interaction laser/poudre

Le premier cas étudié est celui d'un simple cordon projeté dans la configuration standard – *avec interaction laser-poudre*. Celui-ci a fait l'objet d'un **plan d'essai orthogonal complet de 45 points**, sélectionnés dans un domaine de plus forte productivité que les modèles existants :

- P: 5 niveaux (415 W; 830 W; 1245 W; 1660 W; 2075 W)
- V: 3 niveaux (500 mm/min; 1000 mm/min; 1500 mm/min)
- Dm : 3 niveaux (15 g/min ; 20 g/min ; 25 g/min)

IV.3.2 Plan d'essai réduit : cordons et murs sans interaction laser/poudre

Le cas des cordons et des murs monocordons projeté en configuration *sans interaction laser/poudre* a fait l'objet d'un **plan d'essai orthogonal croisé de 18 points**, attenant au plan d'essai complet. Bien que moins fourni, ce plan d'essai réduit a été élaboré en ayant déjà une certaine connaissance du procédé. Il s'articule donc autour des points d'étude préalablement identifiés comme optimums en matière de stabilité et de rendement. Cette articulation se traduit par un croisement des séries de points destinées à l'étude de l'influence des trois facteurs **P**, **V** et **Dm** (voir **Graphe IV-1**).



Graphe IV-1 : Plan d'essai réduit et symboles des paramétries étudiées, suivant P-V à Dm10 (à gauche) et suivant P-Dm à V500 (à droite)

IV.3.3 Mesures

Les mesures des paramètres de sortie ont été faites par analyse d'image en microscopie optique, suivant trois sections transverses par cordon. On fait l'hypothèse que les grandeurs mesurées ne variaient pas le long du cordon, hormis pour le bain supérieur. En effet, un phénomène d'instabilité du cordon peut apparaître à forte vitesse, provoquant une dispersion de H_{app}, L_{app} et S_{app}. Pour écarter ce cas, on a souhaité vérifier que les valeurs mesurées étaient bien représentatives du cordon dans sa longueur. Les mesures ponctuelles par analyse d'image ont été corrélées avec des cartographies de la surface supérieure des cordons, obtenue par profilométrie. Cela a permis de s'assurer de la régularité des géométries de cordon.

IV.4 Détermination des modèles

IV.4.1 Forme des modèles et régressions

IV.4.1.1 Modèle

Le but de la régression est d'expliquer la variation d'une variable de sortie Y à partir des valeurs des variables d'entrée X choisies. Il y aura donc autant de régressions (et de formules) que de variables Y étudiées. Plusieurs formes de modèles peuvent répondre à une même problématique : il faut donc judicieusement choisir laquelle (ou lesquelles) étudier. L'examen de la littérature nous apprend que c'est toujours un modèle « factoriel avec exposants » qui est retenu (De Oliveira, et al., 2005) (Maisonneuve, 2008) (El Cheikh, 2012). C'est également sur cette base que l'on mène nos régressions.

Dans cette forme de modèle, l'évolution de la variable de sortie Y dépend d'un $X_{optimisé}$ qui est le produit des variables **P**, **V**, **Dm** respectivement élevées à un exposant α , β ou γ :

$$\mathbf{Y} = \mathbf{f}(\mathbf{X}_{\text{optimis}\acute{e}}) \text{ avec } \mathbf{X}_{\text{optimis}\acute{e}} = \mathbf{P}^{\alpha} \cdot \mathbf{V}^{\beta} \cdot \mathbf{D}\mathbf{m}^{\gamma}$$
 IV-24

De plus, pour tenir compte des grandeurs utilisées, ce $X_{optimisé}$ est lui-même placé en entrée d'une fonction affine définie par sa pente **a** et son ordonnée à l'origine **b** :

$$\mathbf{Y} = \mathbf{a} \cdot \mathbf{X}_{\text{ontimisé}} + \mathbf{b} \text{ soit } \mathbf{Y} = \mathbf{a} \cdot (\mathbf{P}^{\alpha} \cdot \mathbf{V}^{\beta} \cdot \mathbf{Dm}^{\gamma}) + \mathbf{b}$$
 IV-25

Il y a donc 5 inconnues à déterminer :

- Les coefficients de variation α, β et γ, qui permettent de connaître l'évolution de Y suivant P, V, Dm.
- Les coefficients d'ajustement linéaire a et b, qui permettent de calculer les valeurs de Y suivant les unités de P, V, Dm.

Cette dissociation de la partie puissance et linéaire est très utile dans le cadre d'une comparaison avec les modèles existants. Un modèle de dépendance linéaire sans exposant a également été testé (voir l'équation **IV-26**). Il s'est avéré moins performant que le modèle factoriel, quel que soit le paramètre étudié. De plus, il ne permet pas de dissocier les coefficients de variation des coefficients d'ajustement. Ses résultats ne seront pas présentés par la suite pour alléger l'étude.

$$\mathbf{Y} = \mathbf{a}_1 \cdot \mathbf{P} + \mathbf{a}_2 \cdot \mathbf{V} + \mathbf{a}_3 \cdot \mathbf{Dm} + \mathbf{b}$$
 IV-26

IV.4.1.2 Linéarisation de la régression

On se trouve donc dans un cas de régression multivariée *a priori* non-linéaire. Heureusement, il est possible de simplifier en passant par une transformation logarithmique des variables d'entrée :

On pose
$$\mathbf{Y} = \mathbf{a} \cdot \mathbf{X}'_{\text{optimis}\acute{e}} + \mathbf{b}$$
 avec $\mathbf{X}'_{\text{optimis}\acute{e}} = \log \mathbf{X}_{\text{optimis}\acute{e}}$ IV-27

Soit

$$X'_{optimis\acute{e}} = \log(P^{\alpha} \cdot V^{\beta} \cdot Dm^{\gamma}) = \alpha \cdot \log P + \beta \cdot \log V + \gamma \cdot \log Dm \qquad IV-28$$

Donc	$Y = a \cdot \alpha \cdot \log P + a \cdot \beta \cdot \log V + a \cdot \gamma \cdot \log Dm + b$	IV-29
Done		

Soit

$$Y = (\mathbf{a} \cdot \boldsymbol{\alpha}) \cdot \mathbf{X}_{transform\acute{e}}^{P} + (\mathbf{a} \cdot \boldsymbol{\beta}) \cdot \mathbf{X}_{transform\acute{e}}^{V} + (\mathbf{a} \cdot \boldsymbol{\gamma}) \cdot \mathbf{X}_{transform\acute{e}}^{Dm} + \mathbf{b}$$
 IV-30

Ce modèle peut donc être exprimé comme une régression linéaire multiple, ce qui autorise l'emploi des outils et méthodes statistiques correspondants.

IV.4.2 Choix des indicateurs

<u>Remarque</u>: Dans le vocabulaire statistique, le terme « *critère* » serait plus adapté que le terme « *indicateur* ». Cependant, dans notre cas, cela risquerait de prêter à confusions avec les paramètres de sortie, que l'on nomme déjà critères.

IV.4.2.1 Évaluation globale de la qualité du modèle

L'évaluation de la régression passe par l'analyse de la variance. Pour cela, on décompose la variabilité totale (*SCT* = somme des carrés totale) en une partie expliquée par le modèle (*SCE* = somme des carrés expliquée) et une partie non-expliquée, dit résiduelle (*SCR* = somme des carrés résiduelle) et notée χ^2 .

Un indicateur de qualité du modèle est le coefficient d'*ajustement* (ou de *détermination*) de la régression, noté \mathbb{R}^2 . Il est égal au rapport de *SCE* sur *SCT*. Il exprime donc la proportion de variabilité en sortie qui est expliquée par le modèle. Plus il est proche de 1, meilleure est la régression (la réciproque est fausse). Une limite du \mathbb{R}^2 est qu'il augmente avec le nombre de variables dans le modèle, qu'elles soient pertinentes ou non. Pour tenir compte de cela (et comparer les modèles), il faut utiliser le $\mathbb{R}^2_{ajusté}$ qui est un \mathbb{R}^2 corrigé en tenant compte du nombre de degrés de liberté. Il est habituellement de 1 % à 10 % inférieur au \mathbb{R}^2 .

Pour illustrer cela, prenons l'exemple de H_{app} . Au vu des résultats, on remarque qu'il semble indépendant de la puissance **P**. Comme on hésite à exclure la puissance des variables d'entrée, on veut pouvoir comparer la régression de type $H_{app} = f(P, V, Dm)$ à la régression $H_{app} = f(V, Dm) - d'où la nécessité du R²_{ajusté}.$

IV.4.2.2 Évaluation de la convergence du modèle

IV.4.2.2.a <u>Indicateur d'affinage algorithmique : χ^2 </u>

Les régressions sont calculées au moyen du logiciel *OriginPro*®. Celui-ci procède par itérations successives jusqu'à converger vers un modèle stable. L'algorithme employé est celui de *Levenberg-Marquardt* appliqué à la méthode des *moindres carrés*. C'est un calcul de minimisation : l'indicateur de convergence retenu est la stabilisation de la valeur du χ^2 à 10⁻⁹ en moins de 400 itérations. Il est alors noté χ^2 réduit.

IV.4.2.2.b Indicateur d'affinage choisi : r

On veut définir un indicateur sur lequel se baser pour modifier les paramètres de la régression afin de tenter d'améliorer le modèle obtenu. Bien qu'il soit essentiel, le coefficient d'ajustement \mathbb{R}^2 n'est pas un indicateur d'affinage : il ne fait qu'évaluer une régression spécifique sans donner de pistes pour l'affiner. De plus, il n'a pas de sens physique car il dépend du choix des variables et de la forme du modèle.

En revanche, un coefficient de corrélation (noté **r**) ne fait pas d'hypothèses - il est purement *descriptif*. Il constitue une base robuste pour l'analyse comme pour la modélisation. On choisit donc d'affiner les régressions successives en étudiant les corrélations avec **P**, **V**, **Dm**, et ce pour chaque variable de sortie. Le but est d'éliminer les régresseurs inutiles. Par exemple, si on constate que **H**_{app} présente un faible coefficient de corrélation avec la puissance **P**, on essaiera de supprimer ce facteur de la régression. L'étude des corrélations sera détaillée dans la section **IV.5**.

Les corrélations vont également nous permettre d'anticiper si le paramètre de sortie considéré gagne à être exprimé en fonction de paramètres combinés. En effet, dans la mesure du possible, on cherchera à remplacer deux paramètres d'entrée par un paramètre combiné correspondant (remplacer V et Dm par MI par exemple). Ce changement est intéressant car il supprime un degré de liberté au modèle : utiliser MI équivaut à lier les variables V et Dm, puisqu'on les fait varier dans la même proportion. Le modèle obtenu est plus robuste. On voit là aussi l'intérêt du R² ajusté : on peut comparer la régression de type $H_{app} = f(V, Dm)$ à la régression $H_{app} = f(MI)$, pour valider la plus efficace.

IV.4.2.3 Validation du modèle

Outre l'examen des indices d'évaluation numérique ($\chi^2_{réduit}$, $R^2_{ajusté}$), la validation finale des modèles se fait graphiquement. La comparaison avec les points expérimentaux est d'ailleurs <u>systématique</u>, que ce soit lors de l'établissement de corrélations, lors du choix des variables d'entrée utilisées ou finalement pour interpréter et valider un modèle. De plus, l'examen graphique des résidus ne doit montrer aucune structure particulière (*hypothèse de variance homogène des résidus*). Cela signifierait que l'on a laissé passer de l'information lors de la régression.

IV.4.3 Écriture des modèles

Pour pouvoir être plus facilement comparés, tous les X_{optimisé} des modèles ont été directement écrits sous forme linéaire. Un exemple est donné en équation **IV-31**. Dans ce cas, il faut garder à l'esprit que le modèle optimisé dépend de seulement <u>deux</u> variables (**P** et **MI**), bien qu'il soit possible de l'écrire sous forme développée selon (**P** ; **V** ; **Dm**).

$$\sqrt{\frac{P}{Ml}} = P^{0.5} \cdot Ml^{-0.5} = P^{0.5} \cdot V^{0.5} \cdot Dm^{-0.5}$$
 IV-31

Il faut également être conscient que si les signes des exposants donnent le sens de la relation avec la variable de sortie (positif = direct ; négatif = inverse), ils ne peuvent <u>pas</u> être comparés l'un à l'autre pour juger du poids des variables.

En effet, cela dépend de la plage de variation de chaque variable : **P** varie sur **1660 W**, **V** sur **1000 mm/min** mais seulement **15 g/min** pour **Dm**. On préfèrera donc comparer les coefficients de corrélation et les tracés des graphes d'évolution.

Les modèles de la littérature ont été obtenus sur des machines différentes ou avec d'autres matériaux. Pour cela, la comparaison avec le présent modèle sera effectuée sur les formes des $X_{optimisé}$ et les R^2 correspondant. Autrement dit, on comparera la capacité de chaque modèle à *fitter* les points expérimentaux sur lesquels il se base, indépendamment de leurs valeurs. Pour notre modèle, on considère uniquement le $R^2_{ajusté}$, mais on ne sait pas si c'est le cas des R^2 des autres études.

IV.5 Étude des corrélations entre paramètres

IV.5.1 Intérêt des corrélations

IV.5.1.1 Utilisation et précautions d'usage

Les corrélations permettent d'étudier l'existence d'un lien entre deux variables quantitatives A et B, ainsi que le sens et l'intensité de ce lien. Dans la perspective d'une régression, l'étude des corrélations est très utile pour réduire les variables d'entrée, s'il y a un grand nombre de régresseurs ou bien si certains sont colinéaires. Cette approche relève de la statistique *exploratoire* et se pose comme alternative à la méthode conventionnelle dite d'*Analyse en Composantes Principales*. Cependant, ce n'est qu'en partie dans cette optique que l'on va exploiter les corrélations : on se trouve déjà dans une problématique *décisionnelle*, puisque l'on a <u>déjà</u> choisi les trois variables P, V, Dm en entrée du modèle et que l'on <u>sait</u> qu'elles sont totalement indépendantes.

L'utilisation que l'on fait des corrélations dans cette étude est triple :

- L'étude des corrélations XY (entre variables d'entrée et de sortie) nous permet de déterminer, pour chaque Y, les variables X d'influence et de les classer suivant leur sens et leur poids. Les corrélations sont directement comparables. Elles permettent de juger de l'effet des différents paramètres d'entrée, indépendamment des unités ou de l'amplitude de variation. C'est pour nous un critère de régression et d'affinage du modèle, comme mentionné précédemment. Il peut s'agir d'éliminer des variables ou d'en combiner. Imaginons qu'un paramètre Y montre une corrélation d'intensité similaire avec P et V mais de signe contraire. On aura alors intérêt à utiliser El comme régresseur. Inversement, des corrélations de même signe ou d'intensité différente permettront d'écarter cette piste.
- L'étude des corrélations YY (entre variables de sortie) va nous permettre de déterminer les variables dont la connaissance permet de prédire la valeur d'autres variables. Inversement, les corrélations faibles vont mettre en valeur les variables indépendantes, ce qui permet d'éliminer la redondance de l'information apportée. Cela présente un intérêt pour maximiser la quantité d'information représentée dans un graphe, par exemple. <u>Attention</u> : l'existence d'une corrélation <u>entre deux variables de sortie</u> A et B ne permet <u>aucunement</u> de conclure quant à l'existence d'une relation de cause à effet. Cela n'empêche pas de pouvoir prédire les valeurs de A à partir de B ou réciproquement.
- D'une manière générale, l'étude de l'ensemble des corrélations XY et YY va approfondir la connaissance du procédé DLD et des caractéristiques géométriques du bain liquide.

IV.5.1.2 Coefficient de corrélation de Bravais-Pearson (r)

Le coefficient de corrélation linéaire, ou de *Bravais-Pearson*, est l'indice de liaison le plus connu. Il est noté **r**. C'est celui auquel on se réfère implicitement lorsqu'on parle de coefficient de corrélation, sans autre précision. Il exprime le sens et l'intensité de la relation <u>linéaire</u> entre deux variables quantitatives. En d'autres termes, il mesure la capacité à prévoir les valeurs d'une variable par une autre à l'aide d'une fonction affine. Le coefficient de Bravais-Pearson **r**_{AB} entre deux variables A et B est la normalisation de la covariance (**COV (A, B)**) par le produit des écarts-type (**σ**_A et **σ**_B) :

$$\mathbf{r}_{AB} = \frac{\text{COV}(A, B)}{\sqrt{V(A) \cdot V(B)}} = \frac{\text{COV}(A, B)}{\sigma_A \cdot \sigma_B}$$
 IV-32

C'est un critère essentiel dans l'analyse des régressions linéaires, simples comme multiples. Il varie entre -1 et +1. Son signe témoigne du sens de la relation entre les variables (positif : relation directe ; négatif : relation inverse) tandis que sa valeur absolue marque l'intensité de la relation linéaire. Ainsi, un **r** proche de 1 témoigne d'une excellente corrélation, tandis qu'un **r** nul montre l'absence de relation linéaire entre variables. <u>Attention</u>, cela n'exclut pas l'existence d'une relation non-linéaire.

IV.5.1.3 Coefficient de corrélation de Spearman (R_s)

Le coefficient de corrélation de *Spearman*, noté R_s (ou R_p), exprime le sens et l'intensité de la relation entre deux variables, y-compris si celle-ci n'est pas linéaire. Il se calcule non plus sur les valeurs des variables mais sur leurs rangs. Il mesure donc la capacité à prévoir les valeurs d'une variable par une autre avec une fonction monotone. Comme le coefficient de *Bravais-Pearson*, il évolue entre -1 et +1. Il est utilisé lorsque deux variables semblent corrélées malgré l'absence de lien linéaire.

IV.5.1.4 Matrice de corrélation

On représente dans une matrice l'ensemble des corrélations entre toutes les variables considérées. Les lignes et les colonnes représentent les variables, et leur intersection donne la valeur du coefficient de corrélation correspondant. Cette matrice de corrélation est carrée et symétrique (étant donné que la corrélation entre A et B est la même qu'entre B et A). Pour des raisons de lisibilité, on décide de ne représenter que la moitié des coefficients (l'autre moitié s'obtenant par symétrie par rapport à la diagonale). Cette matrice peut être décomposée en 3 sous-ensembles (voir **Tableau IV-5**) :

- La table des corrélations X-X montre la colinéarité des variables d'entrée. Dans notre cas elle est strictement diagonale (absence de colinéarité) car P, V, Dm sont indépendants (= orthogonaux).
- La table des corrélations X-Y est celle qui va nous servir pour affiner les modèles de régression.
- La table des corrélations Y-Y sera utilisée pour déterminer les liens entre variables de sortie.

	X1	X2	X3	Y1	Y2	 Yn
X1	1					
X2	0	1				
X3	0	0	1			
Y1	r _{Y1 X1}	r _{Y1 X2}	r _{Y1 X3}	1		
Y2	r _{Y2 X1}	r y2 x2	r _{Y2 X3}	r _{Y2 Y1}	1	
Yn	$\mathbf{r}_{\mathrm{Yn}\mathrm{X1}}$	$\mathbf{r}_{\mathrm{Yn}\mathrm{X2}}$	$\mathbf{r}_{\mathrm{Yn}\mathrm{X3}}$	$\mathbf{r}_{\mathrm{Yn}\mathrm{Y1}}$	$\mathbf{r}_{\mathrm{Y2Yn}}$	 1

Tableau IV-5 : Forme de la matrice de corrélation pour l'étude paramétrique

IV.5.1.5 Significativité d'une corrélation linéaire

Trouver une corrélation ne suffit pas - il faut ensuite valider sa significativité. Autrement dit, il faut décider si le lien trouvé existe bel et bien ou n'est qu'un artefact. Pour cela, on procède à un *test d'hypothèse* statistique. Il y a deux hypothèses :

- La première est l'hypothèse « nulle » (H₀). Elle postule que le lien trouvé entre les variables est dû au hasard (absence de relation).
- La seconde est l'hypothèse « alternative » (H₁). Elle postule l'inverse, à savoir que le lien trouvé entre les variables ne peut pas être attribué au hasard (relation confirmée).

Comme on ne connaît pas la loi de distribution du coefficient de corrélation, ce test d'hypothèse doit être converti en un test dit *de Student*. Il en ressort une probabilité critique de valider l'hypothèse nulle (*p-value*). Celle-ci doit être inférieure à un seuil choisi pour rejeter l'hypothèse nulle – et donc conclure que la corrélation trouvée existe bel et bien. Dans un cas général, ce seuil est de 5%. Cependant, dans le cadre d'un plan d'essai, les points expérimentaux sont précisément choisis pour étudier l'influence de variables d'entrée déjà identifiées comme causales. L'hypothèse nulle est bien moins probable. On décide donc d'élever cette probabilité critique à 25%.

Attention : l'exclusion d'une variable d'entrée X d'une régression sur la base de sa nonsignificativité dans son lien avec une variable de sortie Y ne veut pas *nécessairement* dire que Y est constant avec X. Cela signifie juste que l'on *ne peut pas attribuer de variations* de Y à X au regard du test d'hypothèse, et ce même si on n'observe pas une parfaite constance des mesures de Y selon X. L'emploi du qualificatif « significatif » par la suite est donc à prendre au sens probabiliste du terme.

IV.5.2 Approche graphique des corrélations

IV.5.2.1 Corrélogramme

L'approche adoptée utilise la représentation graphique des réseaux (aussi appelée *théorie des graphes*). Un réseau est un graphe dont les individus et les relations présentent des caractéristiques quantitatives ou qualitatives. Dans notre cas, on veut tracer un *corrélogramme* : une représentation graphique d'une matrice de corrélation (voir **Graphe IV-2**).

C'est un réseau où à chaque variable correspond un *sommet* (ou *individu*) et où chaque relation se traduit par une *arête* entre les sommets correspondants. La matrice de corrélation est donc utilisée comme *matrice de connexité* des nœuds du réseau. Initialement, le graphe est *non orienté* (absence de flèches), de par la symétrie de cette matrice. Dans notre cas, si on ne représente que des relations X-Y (cf **Tableau IV-5**), on est certain de la causalité et on peut orienter le graphe (flèches).



Graphe IV-2 : Exemple de représentation visuelle d'une matrice de corrélation dans le cas de l'étude des variables X-Y de la zone apportée d'un cordon avec interaction laser/poudre

Par analogie avec un réseau social, cette approche permet notamment de visualiser les liens existant entre les individus (les paramètres du procédé), de définir s'ils sont plutôt solitaires ou intégrés, de voir s'ils forment des groupes, de quantifier leur influence et – *in fine* – de pouvoir utiliser ces comportements pour obtenir ce que l'on souhaite.

La représentation intégrale d'une matrice de corrélation peut rapidement devenir confuse, c'est pourquoi on ne trace que les corrélations dites *remarquables*. Ce qualificatif se traduit par la définition d'un seuil sur le coefficient de corrélation (en valeur absolue), en dessous duquel les relations ne sont ni considérées ni tracées (mêmes si elles sont *significatives* au sens probabiliste).

IV.5.2.2 Choix du seuil

Le seuil peut varier entre 0 et 1. Son ajustement dépend de l'utilisateur. Augmenter le seuil filtre plus sévèrement les liens (risque de perte d'information) mais la représentation graphique est plus claire. Il s'agit de faire un compromis entre clarté visuelle et quantité d'information retenue. En pratique, on commence par un seuil bas (0.1) puis on l'élève progressivement tout en visualisant l'évolution du corrélogramme, et ce jusqu'à obtenir le compromis désiré. Il est également possible de mettre en évidence une ou plusieurs variables. Pour l'étude des relations X-Y (influence des paramètres d'entrée sur les paramètres de sortie), on préfère limiter le nombre de variables représentées par graphe et ne pas fixer de seuil tant que l'on n'a pas établi de modèles de régression.

IV.5.2.3 Intérêt et calcul des corrélations partielles

Comme dans toute discipline, une corrélation doit être analysée dans son contexte pour éviter toute erreur d'interprétation – dans la mesure du possible. Ainsi, il est possible de trouver des corrélations dites *redondantes* : deux variables A et C qui sont fortement corrélées seulement parce qu'elles sont toutes deux liés à une même variable B (voir **Graphe IV-3** – gauche). Leur lien est donc virtuel et on peut se dispenser de le tracer. À l'inverse, on peut également être en présence de corrélations *masquées* (voir **Graphe IV-3** – droite). Il s'agit d'une corrélation entre deux variables E et A qui n'apparaît pas en raison d'autres corrélations plus fortes liés à la même variable A.

Cas d'une corrélation redondante (en rouge)



Cas d'une corrélation masquée (en rouge)



Graphe IV-3 : Intérêt des corrélations partielles pour la mise en évidence de corrélations redondantes (à gauche) et de corrélations masquées (à droite)

Pour trouver ces liens redondants ou masqués, on peut calculer un coefficient de corrélation *partielle*, noté $\mathbf{r}_{AB,C}$ (par opposition au coefficient de corrélation *totale* \mathbf{r}_{AB}). Il mesure la corrélation entre deux variables A et B si la variable C demeure constante. Autrement dit, on recalcule la corrélation entre A et B mais en supprimant l'influence linéaire de C.

$$\mathbf{r}_{AB.C} = \frac{\mathbf{r}_{AB} - \mathbf{r}_{AC} \cdot \mathbf{r}_{BC}}{\sqrt{1 - (\mathbf{r}_{AC})^2} \cdot \sqrt{1 - (\mathbf{r}_{BC})^2}}$$
 IV-33

On note qu'il n'est pas nécessaire d'avoir effectivement des valeurs de C constantes dans les essais. Il est donc tout à fait possible de calculer un coefficient de corrélation partielle par rapport à une variable n'ayant aucune valeur identique. On remarque également qu'il y a donc plus de coefficients de corrélation partielle que de coefficients de corrélation totale. Si n est le nombre de variables considérées, il y a $n \cdot (n - 1)/2$ liens entre couples de variable, donc autant de coefficients de corrélation totale. Chacun de ces liens pouvant s'exprimer par rapport aux (n - 2) variables restantes, il y a donc $n \cdot (n - 1)/2$ coefficients de corrélation partielle.

Le calcul de l'ensemble des coefficients de corrélation partielle serait assez lourd, puisque cela nécessiterait (n - 2) matrices de corrélation partielle. C'est à la fois la limite et l'avantage de cette approche : on obtient l'influence individuelle de chaque variable, mais la quantité de calculs est considérable. Heureusement, on peut simplifier le problème : On décide de ne considérer comme *variables d'influence* que nos variables d'entrée **P**, **V**, **Dm**. En effet, leur causalité est évidente, tout comme il est certain qu'elles ne peuvent être influencées par les variables de sortie. De plus, leur indépendance nous permet d'écrire :

$$\mathbf{r}_{\mathrm{PV}} = \mathbf{r}_{\mathrm{PDm}} = \mathbf{r}_{\mathrm{VDm}} = \mathbf{0} \qquad \qquad \mathrm{IV-34}$$

Cela va simplifier les calculs. Prenons l'exemple de l'étude du lien entre **P** et H_{app} . Il y a deux corrélations partielles : **r**_{(Happ P).V} et **r**_{(Happ P).Dm}. L'équation **IV-33** nous permet d'écrire :

$$\mathbf{r}_{(\text{Happ P}),V} = \frac{\mathbf{r}_{(\text{Happ P})} - \mathbf{r}_{(\text{Happ V})} \cdot \mathbf{r}_{(\text{P V})}}{\sqrt{1 - (\mathbf{r}_{(\text{Happ V})})^2} \cdot \sqrt{1 - (\mathbf{r}_{(\text{P V})})^2}} = \frac{\mathbf{r}_{(\text{Happ P})}}{\sqrt{1 - (\mathbf{r}_{(\text{Happ V})})^2}}$$
IV-35

$$\mathbf{r}_{(\text{Happ P}).\text{Dm}} = \frac{\mathbf{r}_{(\text{Happ P})}}{\sqrt{1 - (\mathbf{r}_{(\text{Happ Dm})})^2}}$$
 IV-36

De même, on aura :

- Effet sur la table des corrélations X-X : aucune utilité, les variables d'entrée sont indépendantes.
- Effet sur la table des corrélations X-Y et la table des corrélations Y-Y : il n'y aura donc « que » deux coefficients de corrélation partielle à calculer pour chaque liaison.

IV.5.2.4 Seuil de remarquabilité

L'aspect remarquable d'une corrélation requiert maintenant les conditions suivantes :

- Corrélations X-Y : recherche de corrélations masquées la corrélation totale est supérieure au seuil choisi (en valeur absolue) <u>OU</u> au moins une corrélation partielle est supérieure au seuil choisi (en valeur absolue). De plus, toutes les corrélations sont de même signe.
- Corrélations Y-Y: recherche de corrélations redondantes la corrélation totale est supérieure au seuil choisi (en valeur absolue) <u>ET</u> toutes les corrélations partielles sont supérieures au seuil choisi (en valeur absolue). De plus, toutes les corrélations sont de même signe.

IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle

On a tout de même souhaité valider « *concrètement* » l'intérêt de cette approche « recherche de corrélations partielles » comme critère d'optimisation. En effet, elle peut rapidement s'avérer lourde en calculs (détermination d'une matrice de corrélation par variable, puis tests sur toutes les valeurs et tous les signes pour reconstruire la matrice de corrélation partielle). On a donc décider de calculer les régressions issues des différentes combinaisons de couples de paramètres d'entrée, dans le cas du cordon avec interaction. Pour chacune des 20 variables de sortie étudiées, on a donc généré les 9 régressions (**P** ; **V**), (**P** ; **Dm**), (**V** ; **Dm**), (**El**), (**Em**), (**Ml**), (**P-Ml**), (**V-Em**) et (**Dm-El**).

La comparaison des modèles générés a montré que les meilleurs modèles étaient précisément ceux qui utilisaient tous les liens significatifs de la matrice ajustée, et uniquement ceux-là. Dans les cas où la matrice ajustée fait apparaître des possibilités multiples – par exemple Y=f(**P**; **V**; **Dm**) et Y=f(**Dm**; **El**) – toutes ces possibilités donnent un modèle performant. Enfin, l'utilisation de régresseurs dont les corrélations partielles ont révélé des différences de signe s'est traduite par des modèles moins précis voire instables. On peut donc affirmer que la recherche des corrélations partielles présente un **apport significatif dans la compréhension du procédé** par rapport à l'utilisation des « simples » coefficients de corrélations linéaires (*Pearson*) et même non linéaires (*Spearman*).

À partir des corrélations ajustées, on a défini une méthodologie précise de sélection des variables d'entrée X à utiliser pour établir le modèle optimal de chaque variable de sortie Y. En effet, on a constaté que si le choix des variables simples significatives assurait l'obtention d'un modèle performant, cela ne suffisait pas pour trouver le meilleur compromis « *nombre de variables – performance du modèle* ». Au vu des différentes combinaisons possibles et des modèles associés, cette approche a permis d'obtenir dans la plupart des cas le modèle le plus performant tout en minimisant le nombre de variables utilisées. La méthodologie retenue est la suivante.

- 1. Considérer les six coefficients de corrélation ajustés liant la variable Y étudiée à chaque variable d'entrée simple (**P** ; **V** ; **Dm**) comme combinée (**El** ; **Em** ; **Ml**).
- 2. Exclure les variables dont les corrélations sont non-significatives ou dont au moins l'un des coefficients partiels est de signe différent.

- 3. Parmi les variables simples restantes, on peut remplacer deux d'entre elles par le paramètre combiné correspondant si trois conditions sont remplies :
 - Leur coefficient de corrélation est proche en valeur absolue (intensité similaire).
 - Leur coefficient de corrélation est de signe opposé (influence contraire).
 - Le paramètre combiné de ces variables n'a pas été exclu.

IV.6 Résultats : évolution des critères étudiés dans le cas d'un cordon

IV.6.1 Mise en évidence d'une puissance critique

IV.6.1.1 Point de vue expérimental

Avant de procéder à tout calcul, on trace les points expérimentaux pour avoir un premier aperçu de l'évolution des paramètres. Cela nous permet également d'écarter des points non pertinents pour ne pas biaiser l'analyse des résultats. On constate justement la présence d'une limite de performance entre les points à **P** = 1660 W et **P** = 2075 W, suivie d'une diminution des valeurs mesurées, plus ou moins marquée (voir exemples en **Graphe IV-4**, pour **Dm** = 20 g/min).



Graphe IV-4 : Illustration de la présence d'une P_{critique} pour les critères relatifs à la matière apportée : R_{mf} (haut-gauche), H_{app} (haut-droite), S_{app} (bas-gauche), S_{bain} (bas-droite) [cas d'un cordon déposé <u>avec</u> interaction laser/poudre en amont du bain, pour Dm = 20 g/min]

Cette P_{critique} s'observe uniquement pour des paramètres impliquant la matière apportée : \mathbf{R}_{mf} , \mathbf{H}_{app} , \mathbf{S}_{app} , \mathbf{S}_{bain} . L'effet est globalement plus marqué à plus faible vitesse ($\mathbf{V} = 500 \text{ mm/min}$). Il s'accentue également avec l'augmentation du débit massique, tandis que la valeur de $\mathbf{P}_{critique}$ diminue. Prenons l'exemple de \mathbf{S}_{app} : pour $\mathbf{Dm} = 15 \text{ g/min}$, on observe simplement une saturation à la plus forte puissance testée, $\mathbf{P} = 2075 \text{ W}$ (voir **Graphe IV-5** – gauche). Pour $\mathbf{Dm} = 20 \text{ g/min}$, cette saturation intervient entre $\mathbf{P} = 1660 \text{ W}$ et $\mathbf{P} = 2075 \text{ W}$ puis s'ensuit une décroissance (voir **Graphe IV-4**). Pour $\mathbf{Dm} = 25 \text{ g/min}$, la décroissance est encore plus marquée et intervient aux alentours de $\mathbf{P} = 1660 \text{ W}$. (voir **Graphe IV-5** – droite).



Graphe IV-5 : Évolution de S_{app} en fonction de P pour trois valeurs de V, avec Dm = 15 g/min (à gauche) et Dm = 25 g/min (à droite)

IV.6.1.2 Point de vue physique

Il y a lieu de s'interroger si ce maximum « opératoire » traduit une réalité physique, si on fait le bilan de matière et d'énergie de façon à rendre compte de la formation du bain de fusion. Pour cela, on considère non plus les paramètres d'entrée **P** et **Dm** (qui sont des valeurs consignes, ou <u>transmises</u>) mais les paramètres corrigés équivalents qui témoignent des valeurs effectivement <u>reçues</u> par le bain. Il s'agit de la puissance reçue **P**_r et du débit massique reçu **Dm**_r, définis comme tels :

 $P_r = A \cdot P$ $Dm_r = R_{mf} \cdot Dm$ IV-37 (avec A l'absorbance du bain liquide et R_{mf} le rendement massique de fusion)

Les valeurs d'absorbance ne sont pas connues et sont difficilement mesurables car elles varient notamment avec la température et la teneur en oxygène. On choisit donc d'utiliser comme approximation la moyenne des valeurs minimales et maximales d'absorbance déterminées pour chaque paramétrie (voir détail de la démarche de calcul en **Annexe A**, p. **304**). Il est également possible de définir des paramètres combinés corrigés :

$$El_r = \frac{A \cdot P}{V}$$
 $Em_r = \frac{A \cdot P}{R_{mf} \cdot Dm}$ $Ml_r = \frac{R_{mf} \cdot Dm}{V}$ IV-38

Malgré leur appellation, ces paramètres corrigés sont des paramètres de <u>sortie</u>. Ils ne peuvent <u>pas</u> être utilisés comme régresseurs pour définir les modèles. En revanche, on peut tout à fait les utiliser pour représenter l'évolution d'autres paramètres, à partir des points d'essais existants ou d'après des valeurs données par les modèles.



Graphe IV-6 : Évolution de la puissance reçue Pr en fonction de la puissance transmise P, pour Dm15 (haut – gauche), Dm20 (haut – droite), Dm25 (bas)

Si l'on s'intéresse à la puissance reçue **P**_r, on constate que le tracé de celle-ci en fonction de la puissance **P** fait apparaître le même phénomène de saturation suivi d'une chute (voir **Graphe IV-6**). Cette **P**_{critique} est donc bien présente, **y-compris d'un point de vue physique**. La représentation selon **P**_r des paramètres présentant un maximum avec **P** ne fait apparaître aucune tendance monotone – les résultats sont au contraire moins clairs. On ne relève pas non plus de contradiction évidente avec les évolutions selon **P**. Les graphes correspondants n'ont aucun intérêt à être montrés.

On décide d'écarter les points obtenus à P = 2075 W pour l'étude. D'une part, ils n'appartiennent pas au domaine de fabrication stable que l'on veut modéliser. D'autre part, on ne peut faire de régression que sur des plages de variation *monotones* au vu de la démarche et des hypothèses choisies (forme du modèle). Par conséquent, **tous les résultats, corrélations, modèles et graphes présentés dans la présente étude concernent uniquement le domaine paramétrique stable situé** *avant* **ce maximum** – et ce même s'il s'agit de paramètres corrigés.

Les corrélogrammes du **Graphe IV-7** donnent les liens entre paramètres d'entrée (P, V, Dm, El, Em, Ml) et les critères de sortie considérés ici (P_r, El_r, Em_r, Ml_r, Dm_r). Ils montrent les dépendances paramétriques dans le cas des cordons projetés avec et sans interaction laser/poudre ainsi que pour les murs construits sans interaction laser/poudre. Cela nous a permis d'établir les modèles d'évolution des paramètres corrigés d'après la méthodologie précédemment développée. Les résultats sont donnés dans le **Tableau IV-6**.



Mur (configuration sans interaction)

Graphe IV-7 : Corrélogrammes X-Y des paramètres corrigés pour les cordons et murs

Critère Y	Source	Paramètre X _{optimisé}	R² ajusté	а	b
$\mathbf{D}_{\rm eff}$ (107)	Cordons (avec inter.)	$P^{0.79} \cdot V^{-0.18}$	<u>0.911</u>	4.074	54.541
Pr(VV)	Cordons (sans inter.)	$P^{0.78} \cdot V^{-0.10} \cdot Dm^{0.29}$	<u>0.904</u>	1.477	-42.776
Dm	Cordons (avec inter.)	$\mathbf{P^{0.30} \cdot Ml^{0.43}} = P^{0.30} \cdot V^{-0.43} \cdot Dm^{0.43}$	<u>0.954</u>	4.394	1.122
Dinr (g/min)	Cordons (sans inter.)	$\mathbf{Dm^{0.12} \cdot El^{0.06}} = P^{0.06} \cdot V^{-0.06} \cdot Dm^{0.12}$	<u>0.859</u>	16.397	-23.706
(g/mm)	Murs (sans inter.)	$P^{0.79} \cdot V^{-0.35} \cdot Dm^{1.18}$	<u>0.975</u>	0.011	2.746
\mathbf{FI} (L/mm)	Cordons (avec inter.)	$El^{0.94} = P^{0.94} \cdot V^{-0.94}$	<u>0.915</u>	0.429	1.188
$\mathbf{Lir}()/$	Cordons (sans inter.)	$Dm^{0.23} \cdot El^{0.84} = P^{0.84} \cdot V^{-0.84} \cdot Dm^{0.23}$	<u>0.951</u>	0.456	-6.695
$\mathbf{Em}_{\mathbf{r}}(J/g)$	Cordons (avec inter.)	$\mathbf{V^{0.42}} \cdot \mathbf{Em^{1.09}} = P^{1.09} \cdot V^{0.42} \cdot Dm^{-1.09}$	<u>0.889</u>	8.22E-03	1565.2
Ml _r (g/mm)	Cordons (avec inter.)	$P^{0.27} \cdot V^{-1.41} \cdot Dm^{0.50}$	<u>0.995</u>	4.378	3.72E-04
	Cordons (sans inter.)	$V^{-1.08} \cdot Dm^{0.43}$	<u>0.911</u>	4.004	-0.002
	Murs (sans inter.)	$P^{0.59} \cdot V^{-1.20} \cdot Dm^{0.88}$	<u>0.993</u>	0.055	2.34E-04

Tableau IV-6 : Modèles d'évolution des paramètres corrigés



IV.6.2 Rendement et productivité



IV.6.2.1 Renden	ients massiques	(R _{mf} et R _{mg})
-----------------	-----------------	---------------------------------------

Critère Y	Source	Paramètre Xoptimisé	R ² ajusté	а	b
R _{mf} (%)	Cordons (avec inter.)	$Dm^{-0.51} \cdot El^{0.29} = P^{0.29} \cdot V^{-0.29} \cdot Dm^{-0.51}$	<u>0.949</u>	0.590	-0.019
	Cordons (sans inter.)	$\mathbf{Dm^{-0.08} \cdot El^{0.13}} = P^{0.13} \cdot V^{-0.13} \cdot Dm^{-0.08}$	<u>0.959</u>	0.823	-0.768
	(El Cheikh, 2012)	$Ln(P^{0.75} \cdot V^{-0.5} \cdot Dm^{-0.33})$	<u>0.910</u>	0.3128	-1.99
R _{mg} (%)	Cordons (avec inter.)	$Dm^{-1.31} \cdot El^{0.63} = P^{0.63} \cdot V^{-0.63} \cdot Dm^{-1.31}$	<u>0.916</u>	0.588	0.189
	Cordons (sans inter.)	Pas de modèle pertinent trouvé			
	(De Oliveira, et al., 2005)	$\mathbf{P} \cdot \mathbf{M} \mathbf{l}^{0.5} = \mathbf{P} \cdot \mathbf{V}^{-0.5} \cdot \mathbf{D} \mathbf{m}^{0.5}$	0.828	0.0043	14.2

Tableau IV-7 : Modèles d'évolution de R_{mf} et de R_{mg}

On a mis en évidence que le **rendement massique de fusion** R_{mf} dépendait à la fois de l'énergie linéique El (<u>relation directe</u>) et du débit massique Dm (<u>relation inverse</u>). Le Graphe IV-9 est une représentation cartographique des valeurs de R_{mf} calculées sur le domaine d'étude en fonction de Dm et El.

On constate qu'à paramétrie identique, les rendements massiques obtenus sont significativement meilleurs en configuration avec interaction laser/poudre. En revanche, on note que les rendements obtenus en configuration sans interaction sont moins affectés par les variations de **El** ou de **Dm** – donc plus stables. Dans les deux cas, on constate qu'il est préférable de travailler avec une énergie linéique d'au moins 100 J/mm. En dessous de ce seuil, le rendement chute rapidement (isovaleurs rapprochées), quelle que soit la valeur de **Dm**.

La dépendance avec les trois paramètres d'entrée avait également été identifiée dans la littérature, mais la variation de la puissance était donnée comme plus importante que celle de la vitesse. De plus, *De Oliveira* avançait une augmentation du rendement avec le débit massique alors que l'on trouve ici une relation inverse, tout comme *El Cheikh*. Les présents modèles possèdent un coefficient $\mathbb{R}^2_{ajusté}$ de 0.949 et 0.959, supérieurs aux \mathbb{R}^2 des précédents modèles (cf. **Tableau IV-7**).



Graphe IV-9 : Évolution du rendement massique de fusion R_{mf} en fonction de ses paramètres d'influence Dm et El, en configuration <u>avec</u> et <u>sans</u> interaction laser/poudre

Enfin, on remarque que le rendement massique géométrique R_{mg} d'un cordon dépend lui aussi de **El** et de **Dm**. Son évolution est représentative de celle de R_{mf} , même s'il surévalue fortement ses valeurs (voir **Graphe IV-10**).



Cordon (configuration avec interaction)

Graphe IV-10 : Évolution du rendement massique géométrique R_{mg} en fonction de ses paramètres d'influence Dm et El, en configuration <u>avec</u> interaction laser/poudre

Critère Y	Source	Paramètre X _{optimisé}	R ² ajust
D		D 039 D 040 D 040 D 039	0.0(1

Critère Y	Source	Paramètre X _{optimisé}	R² ajusté	а	b
Dvinstantané	Cordons (avec inter.)	$\mathbf{Dm^{0.39} \cdot El^{0.40}} = P^{0.40} \cdot V^{-0.40} \cdot Dm^{0.39}$	<u>0.861</u>	4.306	24.079
(cm ³ /h)	Cordons (sans inter.)	$\mathbf{P^{0.29} \cdot Ml^{0.28}} = P^{0.29} \cdot V^{-0.28} \cdot Dm^{0.28}$	<u>0.830</u>	56.61	-54.7

Tableau IV-8 : Modèles d'évolution de Dvinstantané

L'évolution du **débit volumique instantané Dv**instantané dépend majoritairement de la **vitesse d'avance V** (<u>relation inverse</u>) et dans une moindre mesure de la **puissance P** et du **débit massique Dm** (<u>relations directes</u>). Il est possible d'intégrer la vitesse dans un paramètre combiné **El** ou bien **MI** (**R**²_{ajusté} du même ordre). Ces simplifications semblent pertinentes dans les deux configurations, même si le modèle **Dm-El** n'a pas convergé dans le cas sans interaction (raison des artefacts visibles sur les iso-valeurs en **Graphe IV-11**).







IV.6.3 Géométrie et stabilité du bain supérieur (matière apportée)

Cordon (configuration avec interaction)Cordon (configuration sans interaction)Graphe IV-12 : Corrélogrammes X-Y des paramètres du bain supérieur dans le cas de cordons

IV	.6.3.1	Hauteur	du	cordon	(Happ)
----	--------	---------	----	--------	--------

Critère Y	Source	Paramètre Xoptimisé	R² ajusté	а	b
	Cordons (avec inter.)	$V^{-0.80} \cdot Dm^{0.26}$	<u>0.978</u>	121.153	-0.252
$\mathbf{H}_{app}(mm)$	Cordons (sans inter.)	$V^{-0.76} \cdot Dm^{0.32}$	<u>0.948</u>	76.02	-0.247
ŧ	(De Oliveira, et al., 2005)	V ⁻¹ · Dm	<u>0.941</u>	0.023	0.164
	(Maisonneuve, 2008)	$\mathbf{P^{0.5}} \cdot \mathbf{Ml^{0.5}} = P^{0.5} \cdot V^{-0.5} \cdot Dm^{0.5}$	<u>0.940</u>		
	(El Cheikh, 2012)	$\mathbf{P^{0.25} \cdot V^{-1} \cdot Dm^{0.75}}$	<u>0.944</u>	0.0074	0.046

Tableau IV-9 : Modèles d'évolution de Happ

On a déterminé que la **hauteur de dépôt** H_{app} dépendait majoritairement de la **vitesse d'avance V** (<u>relation inverse</u>) et dans une moindre mesure du **débit massique Dm** (<u>relation directe</u>). L'influence de la puissance n'est quant à elle pas significative. Le **Graphe IV-13** représente les valeurs de H_{app} calculées sur le domaine d'étude en fonction de **V** et **Dm**.

Les hauteurs obtenues sont légèrement plus importantes en configuration avec interaction. En revanche, les évolutions sont similaires : On voit que l'influence de la vitesse est très élevée jusqu'à 600 mm/min et plus progressive au-delà. Dans tous les cas, elle est bien supérieure à l'influence du débit massique. Ainsi, passer de 400 mm/min à 800 mm/min peut réduire H_{app} de moitié, tandis qu'un passage de 10 à 15 g/min ne donne qu'un gain inférieur à 200 µm.

Les autres auteurs avaient également mis en avant la prédominance de V sur Dm, mais seul *De Oliveira* avait écarté l'influence de P. Les présents modèles possèdent un coefficient $R^2_{ajusté}$ de 0.978 et 0.948, supérieur aux R^2 des précédents modèles (voir **Tableau IV-9**).



Graphe IV-13 : Évolution de la hauteur de cordon H_{app} en fonction de ses paramètres d'influence V et Dm, en configuration <u>avec</u> et <u>sans</u> interaction laser/poudre

I	V	.6.3	.2	Largeur	du	cordon	(Lapp)
---	---	------	----	---------	----	--------	--------

Critère Y	Source	Paramètre X _{optimisé}	R ² ajusté	а	b
•	Cordons (avec inter.)	$El^{0.58} = P^{0.58} \cdot V^{-0.58}$	<u>0.971</u>	0.128	1.570
Lapp (mm)	Cordons (sans inter.)	$El^{0.21} = P^{0.21} \cdot V^{-0.21}$	<u>0.926</u>	1.933	-1.840
	(De Oliveira, et al., 2005)	$P \cdot V^{-0.5}$	<u>0.903</u>	0.002	0.947
	(Maisonneuve, 2008)	$\mathbf{P} \cdot \mathbf{Ml}^{0.5} = P \cdot V^{-0.5} \cdot Dm^{0.5}$	<u>0.810</u>		
	(El Cheikh, 2012)	$P^{0.75} \cdot V^{-0.25}$	<u>0.922</u>	0.003	-0.0108

Tableau IV-10 : Modèles d'évolution de Lapp

On a montré que la **largeur de dépôt** L_{app} dépendait essentiellement de l'énergie linéique El (<u>relation directe</u>). L'effet du débit massique n'est pas significatif. Le **Graphe IV-14** donne la courbe des valeurs de L_{app} calculées sur le domaine d'étude en fonction de El.



Graphe IV-14 : Évolution de la largeur apparente de cordon L_{app} en fonction de son unique paramètre d'influence El, en configuration <u>avec</u> et <u>sans</u> interaction laser/poudre

On constate que les largeurs des cordons en configuration interaction sont légèrement supérieures et évoluent plus linéairement avec l'énergie linéique. On note dans les deux cas une diminution plus rapide sous les 50 J/mm. Cette dépendance à l'unique variable **El** témoigne d'un poids similaire de **P** ou de **V** sur les variations de L_{app}. Cela n'avait pas été précédemment identifié dans la littérature, *Maisonneuve* proposant un modèle en fonction de (**P**; **Ml**). *De Oliveira* et *El Cheikh* ont quant à eux écarté Dm mais sans identifier de poids identique pour P et V. Les présents modèles possèdent un coefficient $\mathbb{R}^2_{ajusté}$ de 0.971 et 0.926, supérieur aux \mathbb{R}^2 des précédents modèles (voir **Tableau IV-10**).

IV.6.3.3 Rapport d'élancement du cordon (re_{app})

Critère Y	Source	Paramètre X _{optimisé}	R² ajusté	а	b
reapp	Cordons (avec inter.)	$\mathbf{V}^{-0.68} \cdot \mathbf{Em}^{-0.23} = P^{-0.23} \cdot V^{-0.68} \cdot Dm^{0.23}$	<u>0.964</u>	204.41	-0.027
Ŧ.	Cordons (sans inter.)	$\mathbf{V}^{-0.64} \cdot \mathbf{Em}^{-0.28} = P^{-0.28} \cdot V^{-0.64} \cdot Dm^{0.28}$	<u>0.926</u>	225.52	-0.012

Tableau IV-11 : Modèles d'évolution de reapp

On a constaté que le **rapport d'élancement du cordon re**_{app} dépendait majoritairement de la **vitesse d'avance V** (<u>relation inverse</u>) et dans une moindre mesure de l'**énergie massique Em** (<u>relation inverse</u>). Cela signifie que quand **V** augmente, H_{app} diminue plus vite que L_{app} , autrement dit le dépôt s'affaisse plus vite qu'il ne rétrécit en largeur. Inversement, diminuer la vitesse entraîne une élévation du dépôt plus rapide que son élargissement. Cet effet est amplifié avec la baisse de l'énergie massique, particulièrement en dessous de 4 kJ/g. Ces tendances sont représentées en **Graphe IV-15**. Les présents modèles possèdent un coefficient **R**²_{ajusté} de **0.964** et **0.926** (voir **Tableau IV-11**).



Cordon (configuration avec interaction)

Cordon (configuration sans interaction)

Graphe IV-15 : Évolution du rapport d'élancement du cordon re_{app} en fonction de ses paramètres d'influence V et Em, en configuration <u>avec</u> et <u>sans</u> interaction laser/poudre

Critère Y	Source	Paramètre Xoptimisé	R ² ajusté	а	b
2	Cordons (avec inter.)	$P^{0.30} \cdot V^{-1.20} \cdot Dm^{0.26}$	<u>0.979</u>	417.62	-0.154
S_{app} (mm ²)	Cordons (sans inter.)	$P^{0.34} \cdot V^{-0.96} \cdot Dm^{0.35}$	<u>0.956</u>	63.93	-0.940
	(De Oliveira, et al., 2005)	$P^{0.5} \cdot V^{-1} \cdot Dm$	<u>0.98</u>	0.0019	-0.2782
and the second se	(Maisonneuve, 2008)	$\mathbf{P}^{0.5} \cdot \mathbf{Ml} = P^{0.5} \cdot V^{-1} \cdot Dm$	<u>0.92</u>		
	(El Cheikh, 2012)	$P \cdot V^{-1.5} \cdot Dm$	<u>0.957</u>	1.00E-05	0.0295

IV.	6.3.4	Surface	transversale	du	cordon	(Sapp)	
-----	-------	---------	--------------	----	--------	--------	--

L'évolution de la **surface de dépôt S**_{app} dépend majoritairement de la **vitesse d'avance V** (<u>relation inverse</u>) et dans une moindre mesure de la **puissance P** et du **débit massique Dm** (<u>relations directes</u>). Ces résultats sont en accord avec l'équation **IV-23**, qui exprimait **S**_{app} en fonction de **Ml**, donc de **Dm** et **V**. Le **Graphe IV-16** montre les tracés cartographiques correspondant à deux débits massiques.





Tableau IV-12 : Modèles d'évolution de Sapp

Les valeurs sont globalement plus élevées en configuration interaction. On remarque une similitude entre les évolutions de H_{app} selon (V; Dm) et de S_{app} selon (V; P). L'évolution de la hauteur de dépôt est représentative de celle de sa surface pour un débit massique donné. Les liens entre paramètres de sortie seront détaillés dans la section IV.8.

Les précédents modèles donnaient également la vitesse comme facteur prépondérant tandis que la puissance et le débit massique étaient considérés comme des facteurs secondaires. On remarque que seule *J. Maisonneuve* avait trouvé un modèle directement exprimé selon **Ml** (cf. équation **IV-23**). Les présents modèles donnent un coefficient $\mathbb{R}^2_{ajusté}$ de 0.979 et 0.956 (voir **Tableau IV-12**).



IV.6.4 Géométrie du bain inférieur (zone refondue)

Cordon (configuration avec interaction)Cordon (configuration sans interaction)Graphe IV-17 : Corrélogrammes X-Y des paramètres du bain inférieur dans le cas de cordons

IV.6.4.1	Profondeur	de la zone	refondue	(H _{ZR})
----------	------------	------------	----------	--------------------

Critère Y	Source	Paramètre X _{optimisé}	R² ajusté	а	b
	Cordons (avec inter.)	$P^{0.64} \cdot V^{-0.16}$	<u>0.916</u>	0.022	-0.336
HZR (mm)	Cordons (sans inter.)	$P^{1.22} \cdot V^{-0.40}$	<u>0.911</u>	1.07E-03	-0.023
	(Maisonneuve, 2008)	$\mathbf{P} \cdot \mathbf{Ml}^{\frac{1}{3}} \cong P \cdot V^{-0.33} \cdot Dm^{0.33}$	<u>0.960</u>		
	(El Cheikh, 2012)	$Ln(P^2 \cdot V^{0.25} \cdot Dm^{-0.25})$	<u>0.765</u>		

Tableau IV-13 : Modèles d'évolution de H_{ZR}

On a défini que la **profondeur de zone refondue H**_{ZR} dépendait majoritairement de la **puissance P** (<u>relation directe</u>) et dans une moindre mesure de la **vitesse d'avance V** (<u>relation inverse</u>). Les représentations cartographiques des valeurs de H_{ZR} révèlent clairement la prédominance de la puissance (voir **Graphe IV-18**). On note que l'influence de **P** est homogène sur sa plage de variation (iso-valeurs régulièrement espacées). En revanche, l'effet de la vitesse est accentué aux fortes valeurs de puissance (> 1200 W), tout en restant limité.





Bien que l'effet du débit massique ne soit pas significatif, on constate une différence entre les configurations. L'absence d'interaction laser-poudre se traduit systématiquement par une profondeur de refusion plus importante mais également par une plus grande sensibilité aux variations des paramètres d'entrée. On peut expliquer ces tendances par l'absence d'écrantage du faisceau laser par la poudre, lui permettant de transférer une quantité d'énergie plus importante dans le substrat.

Dans la perspective d'une construction multi-couche, une refusion plus profonde signifie une meilleure suppression des défauts matériau et défauts de fabrication (tels que des manques de fusion entre couches). En contrepartie, on rappelle que l'on a des hauteurs de couche H_{app} légèrement moins élevées en l'absence d'interaction laser/poudre (voir la section **IV.6.3.1**). Attention, cette limitation disparaît dès lors que l'on construit en multi-couche, comme nous le verrons plus loin.

Ce comportement diffère donc des évolutions observées pour le bain supérieur (H_{app} , S_{app}). J. Maisonneuve a conservé l'influence du débit massique, au travers d'un critère combiné (P; M) donnant un R^2 de 0.96. Les présents modèles donnent un coefficient $R^2_{ajusté}$ de 0.916 et 0.911 (voir **Tableau IV-13**).

IV.6.4.2 Largeur de la zone refondue (L_{ZR})

Critère Y	Source	Paramètre X _{optimisé}	R² ajusté	а	b
L _{ZR} (mm)	Cordons (avec inter.)	Pas de modèle pertinent trouvé			
	Cordons (sans inter.)	$P^{0.5} \cdot V^{-0.17}$	<u>0.969</u>	0.434	-1.904

Tableau IV-14 : Modèles d'évolution de LZR

Tout comme H_{ZR}, la **largeur de la zone refondue** L_{ZR} dépend majoritairement de la **puissance** P (<u>relation directe</u>) et dans une moindre mesure de la **vitesse d'avance** V (<u>relation inverse</u>). Seul le modèle en configuration sans interaction a convergé, avec un R²_{ajusté} de 0.969 (voir **Tableau IV-14** et **Graphe IV-19**). On constate une évolution similaire à celle de H_{ZR}, avec un effet de la puissance encore plus homogène sur son domaine d'étude.





Graphe IV-19 : Évolution de la largeur de la zone refondue L_{ZR} en fonction de ses paramètres d'influence P et V, en configuration <u>sans</u> interaction laser/poudre

IV.6.4.3 Rapport d'élancement de la zone refondue (re_{ZR})

Nous n'avons pas déterminé de modèle pertinent permettant de décrire l'évolution du rapport d'élancement de la zone refondue **re**_{ZR} à partir de (**P** ; **V** ; **Dm**) – que ce soit sous la forme « *factorielle avec exposants »* (cf. équation **IV-25**) ou sous la forme « *linéaire multiple »* (cf. équation **IV-26**).

IV.6.4.4 Surface transversale de la zone refondue (S_{ZR})

Critère Y	Source	Paramètre X _{optimisé}	R² ajusté	а	b
c (Cordons (avec inter.)	$P^{1.31} \cdot V^{-0.58}$	<u>0.960</u>	5.20E-03	-0.264
Szr (mm ⁻)	Cordons (sans inter.)	$P^{1.99} \cdot V^{-0.63}$	<u>0.897</u>	4.41E-05	0.012
	(De Oliveira, et al., 2005)	$\mathbf{P} \cdot \mathbf{V}^{-\frac{1}{3}} \cdot \mathbf{Dm}^{-\frac{1}{3}} \cong P \cdot V^{-0.33} \cdot Dm^{-0.33}$	<u>0.903</u>	0.0073	-0.3269
	(El Cheikh, 2012)	$\mathrm{Ln}(\mathrm{P}^{0.8}\cdot\mathrm{Dm}^{-0.25})$	<u>0.649</u>		



Sans surprise, on a pu établir que la **surface de la zone refondue** S_{ZR} dépendait à la fois de la **puissance P** (<u>relation directe</u>) et de la **vitesse d'avance V** (<u>relation inverse</u>). Contrairement à H_{ZR} , puissance et vitesse ont cette fois un poids un peu plus comparable (voir **Graphe IV-20**).

L'évolution de S_{ZR} est amplifiée aux faibles vitesses (< 800 mm/min) et avec l'augmentation de la puissance. Si on s'intéresse aux valeurs, on constate que les surfaces refondues S_{ZR} sont plus importantes en configuration sans interaction, conformément aux hauteurs H_{ZR} . En effet, elles semblent globalement plus larges sur les cordons analysés, bien que l'on n'ait pas pu définir de modèle.

De Oliveira intégrait le débit massique dans l'expression de S_{ZR} , mais avec une influence bien inférieure à celle de P. Les présents modèles possèdent un coefficient $R^2_{ajusté}$ de 0.960 et 0.897 (voir **Tableau IV-15**).







IV.6.5 Géométrie et stabilité du bain de fusion dans son ensemble

Cordon (configuration avec interaction)Cordon (configuration sans interaction)Graphe IV-21 : Corrélogrammes X-Y des paramètres du bain entier dans le cas de cordons

Critère Y	Source	Paramètre X _{optimisé}	R² ajusté	а	b
H _{bain} (mm)	Cordons (avec inter.)	$P^{0.22} \cdot V^{-0.63} \cdot Dm^{0.18}$	<u>0.973</u>	14.883	-0.440
	Cordons (sans inter.)	$P^{0.31} \cdot V^{-0.62} \cdot Dm^{0.19}$	<u>0.983</u>	7.148	-0.378

IV.6.5.1 Hauteur du bain (H_{bain})



La **hauteur de bain H**_{bain} est égale à la somme des hauteurs de cordon et de refusion. Elle dépend majoritairement de la **vitesse d'avance V** (<u>relation inverse</u>) et dans une moindre mesure de la **puissance P** et du **débit massique Dm** (<u>relations directes</u>). Les résultats obtenus sont similaires dans les deux configurations (voir **Graphe IV-22**). Ce paramètre n'a pas été directement modélisé dans la littérature. Les présents modèles possèdent un coefficient $\mathbb{R}^2_{ajusté}$ de 0.973 et 0.983 (voir **Tableau IV-16**).





IV.6.5.2 Largeur du bain (Lbain)

La **largeur de bain** L_{bain} est prise au point le plus large. C'est donc la plus grande valeur entre L_{app} et L_{ZR} (soit la première dans quasiment tous les cordons étudiés). L_{bain} dépend donc essentiellement de l'énergie linéique El (relation directe), de façon un peu plus marquée en configuration *avec* interaction (cf. **Tableau IV-10**).

IV.6.5.3 Rapport d'élancement du bain (rebain)

Critère Y	Source	Paramètre X _{optimisé}	R ² ajusté	а	b
re _{bain}	Cordons (avec inter.)	V ^{-0.86} · Dm ^{0.31}	<u>0.912</u>	34.857	0.116
	Cordons (sans inter.)	V ^{-0.90} · Dm ^{0.41}	<u>0.955</u>	28.688	0.175

Гableau IV-17 :	Modèles	d'évolution	de rebain
-----------------	----------------	-------------	-----------

On a déterminé que le **rapport d'élancement du bain re**_{bain} dépendait majoritairement de la **vitesse d'avance V** (<u>relation inverse</u>) et dans une moindre mesure du **débit massique Dm** (<u>relation directe</u>). Cela signifie que quand **V** augmente, **H**_{bain} diminue plus vite que **L**_{bain}, autrement dit le bain s'aplatit plus vite qu'il ne s'élargit, comme le montre le **Graphe IV-23**. Cette tendance est nettement plus marquée pour les vitesses inférieures à 600 mm/min. Le rapport d'élancement de 0.5 (bain deux fois plus large que haut) est atteint entre **V** = 400 mm/min et **V** = 600 mm/min, dans les deux configurations. L'influence de la puissance n'est quant à elle pas significative. Les présents modèles possèdent un coefficient **R²_{ajusté} de 0.912 et 0.955** (voir **Tableau IV-17**).





Critère Y	Source	Paramètre X _{optimisé}	R² ajusté	а	b
Sbain (mm ²)	Cordons (avec inter.)	$P^{0.58} \cdot V^{-1.03}$	<u>0.978</u>	59.250	-0.292
	Cordons (sans inter.)	$P^{0.57} \cdot V^{-0.85} \cdot Dm^{0.21}$	<u>0.979</u>	12.368	-1.070

IV.6.5.4 Surface transversale du bain (Sbain)

La **surface transversale du bain S**_{bain} évolue de manière analogue à la surface transversale du cordon S_{app} : Elle dépend majoritairement de la **vitesse d'avance V** (<u>relation inverse</u>) et dans une moindre mesure de la **puissance P** (<u>relation directe</u>). Dans le cas de la configuration sans interaction, l'influence du débit massique n'est pas négligeable, même si elle reste mineure comme on peut le constater en **Graphe IV-24** entre le débit massique **Dm** = 10 g/min et **Dm** = 25 g/min. Les deux configurations présentent des résultats très similaires. On note que l'évolution de la hauteur de bain semble représentative de celle de sa surface. Les présents modèles possèdent un coefficient $\mathbb{R}^2_{ajusté}$ de 0.978 et 0.979 (voir Tableau IV-18).





Cordon (configuration sans interaction)

Graphe IV-24 : Évolution de la surface transversale du bain S_{bain} en fonction de ses paramètres d'influence P et V, en configuration <u>avec</u> interaction laser/poudre (à gauche) et en configuration <u>sans</u> interaction laser/poudre, pour Dm = 10 g/min (droite – haut) et pour Dm = 25 g/min (droite – bas)

Tableau IV-18 : Modèles d'évolution de Sbain

Critère Y	Source	Paramètre X _{optimisé}	R ² ajusté	а	b
Tail H (%)	Cordons (avec inter.)	$\mathbf{P^{0.31} \cdot Ml^{-0.12}} = P^{0.31} \cdot V^{0.12} \cdot Dm^{-0.12}$	<u>0.912</u>	0.066	-0.667
	Cordons (sans inter.)	$\mathbf{P^{0.73} \cdot Ml^{-0.31}} = P^{0.73} \cdot V^{0.31} \cdot Dm^{-0.31}$	<u>0.906</u>	5.86E-04	-0.057
	(Maisonneuve, 2008)	$\mathbf{P^{0.5} \cdot Ml^{-0.5}} = P^{0.5} \cdot V^{0.5} \cdot Dm^{-0.5}$	<u>0.82</u>		
τdil s (%)	Cordons (avec inter.)	$\mathbf{P^{0.37} \cdot Ml^{-0.12}} = P^{0.37} \cdot V^{0.12} \cdot Dm^{-0.12}$	<u>0.945</u>	0.038	-0.579
	Cordons (sans inter.)	$\mathbf{P^{0.95} \cdot Ml^{-0.51}} = P^{0.95} \cdot V^{0.51} \cdot Dm^{-0.51}$	<u>0.926</u>	5.06E-05	-0.037
	(De Oliveira, et al., 2005)	$P^{0.5} \cdot V^{0.5} \cdot Dm^{-0.5}$	<u>0.846</u>	8.5	-19.3

IV.6.5.5 Taux de dilution (τ_{dil})

Tableau IV-19: Modèles d'évolution de tail H et tails

Qu'il soit calculé comme un rapport de hauteurs ou un rapport de surfaces, le taux de dilution évolue de façon identique : il dépend à la fois de la **puissance P** (<u>relation directe</u>) et de la **masse linéique Ml** (<u>relation inverse</u>). Les cartographies d'évolution de $\tau_{dil H}$ et $\tau_{dil S}$ sont représentées sur le **Graphe IV-25** et le **Graphe IV-26**.









141

Ces tendances signifient que quand la puissance augmente, la zone refondue (bain inférieur) augmente plus vite que le dépôt (bain supérieur). L'inverse se produit quand c'est la masse linéique qui augmente. Sur un intervalle de temps donné, le volume du bain supérieur est limité par la quantité de matière reçue, tandis que le volume du bain inférieur est fonction de la puissance transmise. Il est donc logique qu'un apport énergétique supplémentaire tende à augmenter le volume de zone refondue, le bain supérieur ne pouvant augmenter. Inversement, l'augmentation du débit de matière apportée absorbe une plus grande quantité d'énergie pour passer à l'état liquide, ce qui limite celle disponible pour être transmise au bain inférieur.

On note que dans la configuration sans interaction, l'influence de la puissance est légèrement plus grande en considérant les surfaces plutôt que les hauteurs (iso-valeurs plus pentues). En configuration interaction, les influences restent identiques. Dans un cas général, il semble acceptable d'approximer l'évolution de $\tau_{dil S}$ par celle de $\tau_{dil H}$. En revanche, si on compare les valeurs, il apparaît que le rapport entre $\tau_{dil H}$ et $\tau_{dil S}$ dépend de la configuration. Dans le cas avec interaction, $\tau_{dil H}$ est inférieur de 0.05 à $\tau_{dil S}$. Dans le cas sans interaction, c'est l'inverse : $\tau_{dil H}$ est supérieur d'environ 0.05 à $\tau_{dil S}$.

Les valeurs de $R^2_{ajusté}$ sont de 0.912 / 0.906 pour les modèles de $\tau_{dil H}$ et de 0.945 / 0.926 pour les modèles de $\tau_{dil S}$ (voir **Tableau IV-19**).

IV.6.6 Géométrie de la zone affectée thermiquement

On ne considère que la zone affectée thermiquement dite « totale » (incluant la zone refondue) par opposition à la ZAT « seule », définie comme la matière affectée métallurgiquement sans avoir dépassé le point de fusion. En effet, il s'est avéré que l'étude de cette ZAT totale était plus pertinente d'un point de vue physique, et donc plus aisée à lier aux paramètres opératoires. Si on souhaite étudier l'évolution de la ZAT « seule », il suffit de soustraire les valeurs données par le modèle de ZR à celles du modèle de la ZAT totale, tous deux dépendant de **P** et **V** (voir équations **IV-12**, **IV-13** et **IV-14**). Ces résultats n'ont pas montré de tendance claire et n'ont pas permis d'établir de modèles pour l'évolution de cette ZAT « seule » – ils ne seront donc pas présentés ici.



Cordon (configuration avec interaction)Cordon (configuration sans interaction)Graphe IV-27 : Corrélogrammes X-Y des paramètres de la ZAT totale dans le cas de cordons

Critère Y	Source	Paramètre X _{optimisé}	R ² ajusté	а	b
HZAT totale (mm)	Cordons (avec inter.)	$P^{0.63} \cdot V^{-0.31}$	<u>0.909</u>	0.115	-0.308
	Cordons (sans inter.)	$P^{0.89} \cdot V^{-0.42} \cdot Dm^{-0.30}$	<u>0.933</u>	0.047	0.193
LZAT totale (mm)	Cordons (avec inter.)	$P^{0.39} \cdot V^{-0.20}$	<u>0.907</u>	1.328	-1.898
	Cordons (sans inter.)	$P^{1.29} \cdot V^{-0.47}$	<u>0.956</u>	5.06E-03	1.351
SZAT totale (mm ²)	Cordons (avec inter.)	$P^{1.44} \cdot V^{-0.77}$	<u>0.924</u>	0.016	-0.017
	Cordons (sans inter.)	$P^{1.69} \cdot V^{-0.71} \cdot Dm^{-0.38}$	<u>0.970</u>	3.84E-03	0.377

Tableau IV-20 : Modèles d'évolution de la ZAT totale

On constate que les paramètres géométriques décrivant la ZAT totale (**profondeur H**_{ZAT totale}, **largeur H**_{ZAT totale} et **surface H**_{ZAT totale}) dépendent à la fois de la **puissance P** (<u>relation directe</u>) et de la **vitesse d'avance V** (<u>relation inverse</u>). L'influence du débit massique vient se greffer en configuration sans interaction. Les **Graphe IV-28**, **Graphe IV-29**, **Graphe IV-30** donnent les cartographies correspondantes.



Cordon (configuration avec interaction)

Cordon (configuration sans interaction)

Graphe IV-28 : Évolution de la hauteur totale de la zone affectée thermiquement $H_{ZAT totale}$ en fonction de ses paramètres d'influence P et V, en configuration <u>avec</u> interaction laser/poudre (à gauche) et <u>sans</u> interaction, pour Dm = 10 g/min (droite – haut) et 25 g/min (droite – bas)






Graphe IV-29 : Évolution de la largeur totale de la zone affectée thermiquement L_{ZAT totale} en fonction de ses paramètres d'influence P et V, en configuration <u>avec</u> et <u>sans</u> interaction laser/poudre



Cordon (configuration avec interaction)



Graphe IV-30 : Évolution de la surface totale de la zone affectée thermiquement S_{ZAT totale} en fonction de ses paramètres d'influence P et V, en configuration <u>avec</u> interaction laser/poudre (à gauche) et en configuration <u>sans</u> interaction laser/poudre, pour Dm = 10 g/min (droite – haut) et pour Dm = 25 g/min (droite – bas)

IV.7 Résultats : évolution des critères étudiés dans le cas d'un mur monocordon

IV.7.1 Rendement et productivité



Graphe IV-31 : Corrélogrammes X-Y du rendement et de la productivité dans le cas d'un mur monocordon en configuration sans interaction

IV.7.	1.1	Rendement	massique	de	fusion	(R _{mf})
-------	-----	-----------	----------	----	--------	--------------------

Critère Y	Source	Paramètre X _{optimisé}	R ² ajusté	а	b
	Cordons (sans inter.)	$Dm^{-0.08} \cdot El^{0.13} = P^{0.13} \cdot V^{-0.13} \cdot Dm^{-0.08}$	<u>0.959</u>	0.823	-0.768
R mf (%)	Murs (sans inter.)	$P^{1.48} \cdot V^{-0.61}$	<u>0.861</u>	3.99E-0.4	0.448
	(Maisonneuve, 2008) Mur	$\mathbf{P^{\frac{1}{3}} \cdot V^{-\frac{1}{4}} \cdot Dm^{-1}} \cong P^{0.33} \cdot V^{-0.25} \cdot Dm^{-1}}$	<u>0.890</u>		

Tableau IV-21 : Modèles d'évolution du rendement de fusion (cordons et murs)

Dans le cas d'un mur monocordon construit en configuration sans interaction, le **rendement massique de fusion** R_{mf} est indépendant du débit massique (voir **Tableau IV-21**). Le $R^2_{ajusté}$ n'étant que de **0.861**, ce résultat est à considérer avec précaution. Si on compare avec le modèle établi pour le cordon sans interaction, lequel inclut **Dm**, on constate que l'influence du débit massique est de toute façon relativement faible.

J. Maisonneuve lui accordait un rôle plus important, mais il faut souligner que son modèle avait été déterminé en configuration avec interaction, sur une machine différente et dans des domaines paramétriques inférieurs. Le **Graphe IV-32** montre l'évolution de \mathbf{R}_{mf} suivant $\mathbf{P}-\mathbf{V}$ (à **Dm** fixé dans le cas du cordon). On voit qu'à paramétrie identique, **le rendement massique de fusion obtenu pour un mur est nettement supérieur à celui d'un cordon**.



Graphe IV-32 : Comparaison des modèles d'évolution de R_{mf} dans le cas d'un cordon et d'un mur monocordon, en configuration <u>sans</u> interaction laser/poudre, pour Dm = 10 g/min

On a également fabriqué des murs en configuration <u>avec</u> interaction sur machine Optomec LENS 850R, suivant les mêmes paramétries qu'en configuration <u>sans</u> interaction. Il n'a cependant pas été possible d'établir de modèles convergents. On peut tout de même comparer les valeurs expérimentales obtenues avec celles de la configuration sans interaction (voir **Graphe IV-33**).



Graphe IV-33 : Comparaison des rendements de fusion R_{mf} obtenus lors de la construction de murs monocordons de 50 couches sur Optomec LENS 850R en configuration <u>avec</u> et <u>sans</u> interaction laser/poudre

Il apparaît que **les murs en configuration sans interaction possèdent un rendement supérieur ou égal à ceux construits avec interaction**, à paramétrie identique (voir **Graphe IV-33**). L'écart entre les deux semble être conditionné par la vitesse : plus celle-ci est faible plus l'écart est important. Inversement, l'écart se réduit avec la vitesse, jusqu'à être négligeable vers 1500 mm/min (points superposés). Ainsi, pour **P** = 1245 W et **Dm** = 10 g/min, on relève un écart de 16,35% à V500, 5,60% à V1000 et -0,74% à V1500.

Critère Y	Source	Paramètre X _{optimisé}	R ² ajusté	а	b
Dv instantané	Cordons (sans inter.)	$\mathbf{P^{0.29} \cdot Ml^{0.28}} = P^{0.29} \cdot V^{-0.28} \cdot Dm^{0.28}$	<u>0.830</u>	56.61	-54.7
(cm ³ /h)	Murs (sans inter.)	$P^{0.79} \cdot V^{-0.35} \cdot Dm^{1.18}$	<u>0.975</u>	0.152	37.281

IV.7.1.2 Productivité (Dv	instantané)
---------------------------	-------------

Tableau IV-22 : Modèles d'évolution de la productivité (cordons et murs)

Le **débit volumique instantané** des murs sans interaction, **Dv**_{instantané}, dépend des trois paramètres d'entrée **P**, **V**, **Dm**, comme les cordons correspondants (voir **Tableau IV-22**). Les poids des variables sont cependant différents. Il n'est plus possible de combiner **V** et **Dm** en **Ml**. L'influence de la vitesse diminue au profit de la puissance et surtout du débit massique. La comparaison des tracés est donnée en **Graphe IV-34** à **Dm** constant puis à **V** constant. Fort logiquement, les débits volumiques obtenus avec les murs sont bien plus élevés que les cordons correspondants, tout comme les rendements massiques de fusion.



Graphe IV-34 : Comparaison des modèles d'évolution de Dv_{instantané} dans le cas d'un cordon et d'un mur monocordon, en configuration <u>sans</u> interaction laser/poudre, pour Dm = 10 g/min (en haut) et V = 500 mm/min (en bas)



IV.7.2 Stabilité et géométrie des dépôts



IV.7.2.1 Hauteur d'une couche (H_{app})

Critère Y	Source	Paramètre Xoptimisé	R ² ajusté	а	b
H _{app} (mm)	Cordons (avec inter.)	$V^{-0.80} \cdot Dm^{0.26}$	<u>0.978</u>	121.153	-0.252
and the second	Cordons (sans inter.)	$V^{-0.76} \cdot Dm^{0.32}$	<u>0.948</u>	76.02	-0.247
t	Murs (avec inter.)	$\mathbf{Ml}^{0.98} = V^{-0.98} \cdot Dm^{0.98}$	<u>0.990</u>	35.903	0.022
+.()	Murs (sans inter.)	$Ml^{1.11} = V^{-1.11} \cdot Dm^{1.11}$	<u>0.981</u>	55.330	0.116
	(Maisonneuve, 2008) Mur	$\mathbf{MI} = V^{-1} \cdot Dm$	<u>0.880</u>		

Tableau IV-23 : Modèles d'évolution de Happ (cordons et murs)

Tous les modèles déterminés pour la hauteur de dépôt Happ dépendent de la vitesse d'avance V (relation inverse) et du débit massique Dm (relation directe) - voir Tableau **IV-23**. Alors que **V** prime nettement sur **Dm** dans le cas des cordons, ces deux variables ont un poids similaire pour les murs. Cela nous a permis de les combiner pour exprimer H_{app} en fonction de la seule variable Ml. On retrouve là les résultats de J. Maisonneuve dans le cas d'un mur avec interaction fabriqué sur machine Limoges ($MI^{0.98} \sim MI$). Les murs construits sans interaction possèdent tous un Happ supérieur à ceux des murs avec interaction, comme mis en évidence par les tracés des modèles (voir Graphe **IV-36**). Les **R**²_{ajusté} sont de **0.990** et **0.981**.



Graphe IV-36 : Évolution de H_{app} en fonction de son unique paramètre d'influence Ml, dans le cas de murs en configuration <u>avec</u> et <u>sans</u> interaction laser/poudre

Critère Y	Source	Paramètre X _{optimisé}	R ² ajusté	а	b
L _{app} (mm)	Cordons (avec inter.)	$El^{0.58} = P^{0.58} \cdot V^{-0.58}$	<u>0.971</u>	0.128	1.570
Million and Street	Cordons (sans inter.)	$El^{0.21} = P^{0.21} \cdot V^{-0.21}$	<u>0.926</u>	1.933	-1.840
	Murs (avec inter.)	$P^{1.09} \cdot V^{-0.55}$	<u>0.986</u>	0.027	2.413
()	Murs (sans inter.)	$P^{1.43} \cdot V^{-0.70}$	<u>0.976</u>	7.00E-03	2.423
1 AVAILA	(Maisonneuve, 2008) Mur	$\mathbf{P} \cdot \mathbf{V}^{-0.5}$	<u>0.960</u>		

IV.7.2.2 Largeur d'un dépôt (Lapp)

Tableau IV-24 : Modèles d'évolution de Lapp (cordons et murs)

Tous les modèles déterminés pour la **largeur de dépôt L**_{app} dépendent de la **puissance P** (<u>relation directe</u>) et de la **vitesse d'avance V** (<u>relation inverse</u>) – voir **Tableau IV-24**. La puissance prend un peu plus d'importance dans le cas des murs (voir **Graphe IV-37**). En conséquence, il n'est plus possible de combiner **P** et **V** pour exprimer les modèles des murs suivant **El**. Là encore, on confirme le modèle de *J. Maisonneuve*. Les murs construits sans interaction possèdent un **L**_{app} supérieur à celui des murs avec interaction (de 0.5 mm à 2 mm). Les **R**²_{ajusté} sont de 0.986 et 0.976.



Graphe IV-37 : Comparaison des modèles d'évolution de la largeur de dépôt L_{app} dans le cas d'un cordon et d'un mur monocordon, en configuration <u>sans</u> interaction laser/poudre (en haut) et <u>avec</u> interaction laser/poudre (en bas)

Critère Y	Source	Paramètre X _{optimisé}	R² ajusté	а	b
re _{app}	Cordons (avec inter.)	$\mathbf{V}^{-0.68} \cdot \mathbf{Em}^{-0.23} = P^{-0.23} \cdot V^{-0.68} \cdot Dm^{0.23}$	<u>0.964</u>	204.41	-0.027
	Cordons (sans inter.)	$\mathbf{V}^{-0.64} \cdot \mathbf{Em}^{-0.28} = P^{-0.28} \cdot V^{-0.64} \cdot Dm^{0.28}$	<u>0.926</u>	225.52	-0.012
()	Murs (avec inter.)	$\mathbf{V}^{-0.75} \cdot \mathbf{Em}^{-0.43} = P^{-0.43} \cdot V^{-0.75} \cdot Dm^{0.43}$	<u>0.981</u>	897.85	9.97E-04
	Murs (sans inter.)	$P^{-0.40} \cdot V^{-0.50} \cdot Dm^{0.87}$	<u>0.976</u>	12.32	-0.055

IV.7.2.3	Rapport d	'élancement des	dépôts	(re _{app})
----------	-----------	-----------------	--------	----------------------

Tableau IV-25 : Modèles d'évolution de reapp (cordons et murs)

Tous les modèles déterminés pour les **rapports d'élancement des dépôts re**_{app} dépendent des trois paramètres d'entrée **P**, **V**, **Dm**, cordons comme murs, avec ou sans interaction (voir **Tableau IV-25**). La **vitesse d'avance V** est toujours la variable prédominante (<u>relation inverse</u>). Puissance **P** et débit massique **Dm** ont un poids équivalent (combinaison en **Em**) sauf dans le cas du mur sans interaction. Il est alors intéressant de comparer les évolutions de **re**_{app} à **Dm** constant (voir **Graphe IV-38**).





Cordon (configuration sans interaction)

Graphe IV-38 : Comparaison des modèles d'évolution du rapport d'élancement des dépôts re_{app} dans le cas d'un cordon et d'un mur monocordon, en configuration <u>sans</u> interaction laser/poudre (en haut) et <u>avec</u> interaction laser/poudre (en bas)

IV.8 Liens entre paramètres de sortie

IV.8.1 Cordons

Comme mentionné précédemment, les corrélations permettent d'étudier les liens entre tous les paramètres, X comme Y. Seules les corrélations « XY » nous ont servis pour l'établissement des modèles. En complément, on peut maintenant se pencher sur les corrélations « YY », uniquement entre paramètres de sortie. On veut voir quels paramètres sont liés entre eux, dans quel sens et avec force – *C'est tout l'intérêt des corrélations*. Cependant, on ne veut faire apparaître que les corrélations « réelles », en masquant celles induites par les variations des paramètres d'entrée – *C'est tout l'intérêt des corrélation partielle*. Il faut noter qu'on ne peut pas complètement gommer tous les effets des paramètres d'entrée, puisqu'on a calculé que les coefficients partiels par rapport à **P**, à **V** et à **Dm** – autrement dit, en ne fixant qu'un seul paramètre à la fois, les calculs étant déjà fortement chronophages⁸. Enfin, on veut disposer d'un moyen clair de représenter ces corrélations entre plus d'une vingtaine de paramètres – *C'est tout l'intérêt de la représentation graphique en réseau*.

Pourquoi ne pas simplement se contenter des modèles pour obtenir les valeurs des paramètres de sortie à partir de **P**, **V**, **Dm**? En premier lieu, il n'a pas été possible d'obtenir des modèles convergents dans tous les cas. Ensuite, le but n'est pas tant d'obtenir des valeurs que d'améliorer la compréhension du procédé DLD, au travers de la mise en évidence des liens existants entre les différents paramètres considérés. Enfin, une corrélation est une caractérisation objective et adimensionnelle, qui ne fait pas d'hypothèses – contrairement à un modèle.



Graphe IV-39 : Corrélogramme Y-Y révélant les liens forts entre paramètres de sortie (seuil à 0.85) dans le cas d'un cordon en configuration avec interaction

⁸ Pour aller plus loin, il aurait été nécessaire de calculer les coefficients partiels de chacun de ces coefficients partiels, chaque cas introduisant une nouvelle matrice de 1089 valeurs...

Le **Graphe IV-39** présente le corrélogramme YY pour le cordon en configuration avec interaction. Contrairement aux corrélogrammes XY où l'on prenait en compte toutes les corrélations significatives (pour ne manquer aucun régresseur), il est cette fois indispensable de filtrer les liens pour ne pas surcharger la représentation visuelle. On met donc en évidence uniquement les liens les plus forts. Après avoir essayé différentes valeurs, on choisit de fixer le **seuil minimum à 0.85**. La représentation en réseau fait clairement apparaître trois groupes :

- Le groupe 1 (à gauche) comprend des paramètres simples décrivant les évolutions dans le substrat (bain inférieur et zone affectée thermiquement)
- Le groupe 2 (à droite) comprend des paramètres simples décrivant le bain supérieur ou dans son ensemble (L_{app}, S_{app}, H_{bain}, S_{bain}) sur lesquels viennent se greffer quelques paramètres combinés (Ml_r, Dm_r, El_r, Dv_{instantané}).
- Enfin, le groupe 3 (en bas) comprend deux binômes de paramètres isolés. On retrouve des liens déjà identifiés lors de l'établissement des modèles (R_{mf} / R_{mg} et τ_{dil H} / τ_{dil S}).

On constate qu'un unique paramètre fait le lien entre les deux groupes : L_{app} . Là aussi, cela n'est pas intuitif puisque la largeur maximale du cordon ne se situe pas nécessairement au niveau de la surface (cf. cordons de type 2 sur le **Schéma IV-1**). C'est pourtant L_{app} qui lie les paramètres de dépôt/bain aux paramètres de refusion/ZAT et non L_{ZR} – ils ne possèdent même *aucun lien fort direct* avec L_{app} . On remarque d'ailleurs que ce sont les paramètres de ZAT totale qui font l'interface entre les paramètres de refusion et L_{app} .

Prenons l'exemple de S_{bain}, qui possède quatre liens forts : une corrélation de 0.923 avec L_{app}, de 0.917 avec S_{app}, de 0.935 avec H_{bain} et de 0.853 avec Dv_{instantané}. Comme le coefficient de corrélation représente la relation linéaire entre les paramètres, il suffit simplement d'effectuer une régression affine sur les points expérimentaux pour obtenir les relations suivantes :

$$\begin{split} \mathbf{L}_{app} &= 2.171 + 0.310 * \mathbf{S}_{bain} \quad (\mathbf{R}^2 = \underline{0.889}) \\ \mathbf{S}_{app} &= 0.096 + 0.718 * \mathbf{S}_{bain} \quad (\mathbf{R}^2 = \underline{0.921}) \\ \mathbf{H}_{bain} &= 0.391 + 0.291 * \mathbf{S}_{bain} \quad (\mathbf{R}^2 = \underline{0.943}) \\ \mathbf{D}_{v_{instantané}} &= 65.86 + 0.925 * \mathbf{S}_{bain} \quad (\mathbf{R}^2 = \underline{0.809}) \end{split}$$

Ainsi, on est donc capable de déterminer S_{bain} par la seule connaissance de L_{app} (dont la mesure est rapide et non-destructive), avec un coefficient de détermination \mathbb{R}^2 de <u>0.889</u>.

On voit ici la force de l'étude des corrélations dans une optique de maîtrise industrielle d'un procédé : déterminer quels paramètres facilement accessibles sont physiquement représentatifs de paramètres masqués lors de la fabrication. Cela est d'autant plus utile dans le cas où l'on ne dispose pas de modèle dépendant des paramètres d'entrée. Par exemple, on peut maintenant obtenir des valeurs de L_{ZR} par l'intermédiaire de L_{ZAT totale} (r=0.969) ou bien de H_{ZAT totale} (r=0.953) pour lesquels on dispose de modèles.

Il ne faut pas oublier que plus on implique d'intermédiaires, moins la prédiction sera pertinente puisque l'on cumule les imprécisions de chaque modèle – qu'il s'agisse de relations affines ou de modèles fonction des paramètres d'entrée. On note une fois de plus l'analogie avec un réseau social, où le risque de perte d'information s'accroît à chaque transmission d'une personne à une autre. La fiabilité décroît rapidement avec les degrés de séparation.

On peut aussi noter que les coefficients de détermination des relations affines \mathbb{R}^2 sont supérieurs au carré des coefficients de corrélations **r** correspondants – cela s'explique par le fait que ce sont des coefficients *ajustés* et non les coefficients linéaires standard de *Bravais-Pearson*.



Graphe IV-40 : Corrélogramme Y-Y révélant les liens forts entre paramètres de sortie (seuil à 0.85) dans le cas d'un cordon en configuration sans interaction

Le **Graphe IV-40** révèle une structure assez semblable dans le cas d'un cordon sans interaction. Les différences notables sont les suivantes :

- Les paramètres du groupe 1 sont bien moins corrélés entre eux (liens moins nombreux et moins forts).
- Les paramètres corrigés Elr et Mlr sont plus fortement intégrés dans le réseau Elr se posant même en intermédiaire entre Lapp et les autres paramètres du groupe 2.
- Dm_r et Dv_{instantané} ne sont plus liés au groupe 2.
- On voit apparaître dans le groupe 2 les rapports d'élancement du dépôt re_{app} et du bain re_{bain}

 absents de la configuration avec interaction.

IV.8.2 Murs monocordons

Le corrélogramme YY dans le cas du mur monocordon est bien moins fourni que les précédents, peu de paramètres ayant été mesurés. On n'a plus besoin de fixer un seuil pour alléger la représentation (voir **Graphe IV-41**). Les liens observés ne sont pas aussi forts que pour les cordons : seule la corrélation L_{app}/R_{mf} atteint le seuil précédent de 0.85.

Il faut relativiser la faiblesse de ces liens en se rappelant que la majeure partie de l'information est issue des paramètres d'entrée (les modèles « murs » possédant des **R**²_{ajusté} proches de 1, supérieurs à ceux des cordons). Pour résumer : les liens YY des murs sont plus faibles mais leurs modèles XY sont plus robustes.



Graphe IV-41 : Corrélogramme Y-Y dans le cas d'un mur monocordon en configuration sans interaction

IV.9 Conclusion du chapitre

L'analyse des essais paramétriques a permis de déterminer 53 modèles d'évolution. Ceux-ci couvrent 23 critères différents permettant de caractériser le procédé DLD du point de vue économique (rendement, productivité), géométrique (dimensions du bain et de la ZAT) et sur des aspects impactant la qualité de la pièce finale (taux de dilution, morphologie du cordon). Tous ces critères ont été déterminés pour deux configurations de travail (*avec* et *sans* interaction laser/poudre) dans le cas du dépôt d'un cordon. Certains d'entre eux ont également été établis dans le cas de murs monocordons, pour les deux configurations de travail. Les modèles trouvés sont en adéquation avec les données expérimentales : 20 modèles possèdent un coefficient d'ajustement \mathbf{R}^2 compris entre 90 et 95 % et 27 présentent un \mathbf{R}^2 supérieur à 95 %.

La majorité des critères étudiés n'avaient pas été auparavant modélisés dans la littérature : mentionnons la géométrie du bain dans son ensemble, les dimensions de la zone affectée thermiquement et les paramètres corrigés, permettant de traduire les apports réels de matière et d'énergie vus par le bain de fusion.

Pour ce qui est des critères ayant déjà fait l'objet de modèles dans la littérature, l'aspect innovant de notre travail se situe dans les régimes de fonctionnement utilisés (débit massique de poudre projetée supérieur à 10 g/min, contre **Dm** < 10 g/min pour les modèles existants). Dans la plupart des cas, nos modèles font apparaître des tendances similaires, en montrant toutefois une meilleure adéquation aux données expérimentales que les modèles de la littérature (**R**² plus élevés). Certains d'entre eux sont également plus robustes puisqu'ils utilisent moins de variables – un paramètre combiné ne comptant que comme *une seule* variable. Notre étude a révélé une puissance critique correspondant à une limite physique sur la productivité. Elle n'apparaissait pas dans les études antérieures, à plus faible débit de poudre.

La comparaison des configurations avec et sans interaction laser/poudre – sur l'Optomec *LENS* 850R et avec la buse d'Arts & Métiers – ne montre pas de différence majeure entre les évolutions des critères géométriques, lors du dépôt de cordons. Pour ce qui est du rendement massique de fusion, il apparaît que les valeurs obtenues en configuration avec interaction sont globalement plus élevées. On constate cependant l'effet inverse lors de la construction d'un mur : c'est la configuration sans interaction qui présente un bien meilleur rendement massique de fusion, pour toutes les paramétries testées. Le \mathbf{R}_{m} maximal est de **79** % en configuration avec interaction et de **97** % pour la configuration sans interaction (à même paramétrie). Toujours dans le cas des murs, on note également que la hauteur de dépôt \mathbf{H}_{app} est plus élevée en configuration sans interaction pour la plupart des paramétries testées.

L'approche choisie s'est donc avérée pertinente. L'étude des corrélations partielles a montré un fort potentiel pour comprendre et maîtriser le procédé DLD – et plus généralement tous les procédés pour lesquels un plan d'essai est applicable. Ces calculs nous ont permis d'exprimer chaque critère étudié en fonction des variables réduites les plus adaptées, ce qui présente un intérêt majeur pour la mise en place d'un contrôle procédé robuste. Enfin, l'étude des corrélations entre paramètres de sortie a illustré la possibilité de prédire les valeurs de certains critères non accessibles en fonction de critères mesurables in-situ, comme la largeur de bain.

Bibliographie du chapitre

Cheze, N. 2002. Statistique descriptive - Traitement des données. <u>*Techniques de l'ingénieur.*</u>, AF 167, 2002.

Cheze, N. 2003. Statistique inférentielle - Estimation. *Techniques de l'ingénieur*. AF 168, 2003.

Cheze, N. 2004. Statistique inférentielle - Tests statistiques. *Techniques de l'ingénieur*. AF 170, 2004.

De Oliveira, U., Ocelík, V. et De Hosson, J.Th.M. 2005. Analysis of coaxial laser cladding processing conditions. *Surface and Coatings Technology.* 2005, 197, pp. 127-136.

Demoulin, B. 2013. Statistiques appliquées aux variables physiques. <u>*Techniques de l'ingénieur.*</u> R 221, 2013.

El Cheikh, H. 2012. Fabrication directe par laser. Analyse expérimentale de dépot d'acier 316L sur acier bas carbone. Modélisation et simulation de la géométrie des dépôts et des champs thermiques induits. **Gaudin, O. 2011.** Principes et méthodes statistiques. Ensimag - 2ème année - <u>Notes de cours.</u> Grenoble, 2011.

Goupy, J. 2000. Modélisation par les plans d'expériences. *Techniques de l'ingénieur. R 275,* 2000.

Goupy, J. 1997. Plans d'expériences. *<u>Techniques de l'ingénieur</u>*. P230, 1997.

Jouquand, C., Tessier F.J., Bernard J. et al. 2015. Optimization of microwave cooking of beef burgundy in terms of nutritional and organoleptic properties. *LWT - Food Science and Technology.* 2015, Vol. 60, pp. 271-276.

Lesty, M. 2008. Corrélations partielles et "corrélations duales". *Revue de Modulad*. 2008, 39, pp. 1-22.

Lesty, M. 1999. Une nouvelle approche dans le choix des régresseurs de la régression multiple en

Longuet, A. 2010. *Modélisation du procédé de projection laser – Application au TI-6Al-4V.* <u>Thèse de doctorat</u>, MINES-ParisTech, 2010.

Maisonneuve, J. 2008. *Fabrication directe de pièces aéronautiques en TA6V et IN718 : projection et fusion sélective par laser.* <u>Thèse de doctorat</u>, MINES-ParisTech, 2008.

Marion, G., 2016. *Modélisation de procédés de fabrication additive de pièces aéronautiques et spatiales en Ti-6Al-4V par projection laser et fusion sélective d'un lit de poudre par laser : Approche thermique, métallurgique et mécanique.* <u>Thèse de doctorat</u>, MINES-Paristech, 2016.

Nenadl, O., Ocelik, V., Palavra, A., et al. 2014. The Prediction of Coating Geometry from Main Processing Parameters in Laser Cladding. *Physics Procedia.* 2014, Vol. 56, pp. 220-227.

Ocelik, V., Nenadl, O., Palavra, A., et al. 2014. On the geometry of coating layers formed by overlap. *Surface & Coatings Technology.* 2014, Vol. 242, pp. 54-61.

Rakotomalala, R. 2015. *Analyse de corrélation : Etudes des dépendances - Variables quantitatives.* <u>Cours</u>, Lyon, [http://eric.univ-lyon2.fr/~ricco/cours/cours/Analyse_de_Correlation.pdf], 2015.

Rakotomalala, R., 2016. *Econométrie : La régression linéaire simple et multiple.* <u>Cours,</u> Lyon [http://eric.univ-lyon2.fr/~ricco/cours/cours/La_regression_dans_la_pratique.pdf], 2016.

Rakotomalala, R., 2015. *Pratique de la Régression Linéaire Multiple : Diagnostic et sélection de variables.* <u>Cours</u>, Lyon, [http://eric.univ-lyon2.fr/~ricco/cours/cours/La_regression_dans_la_pratique.pdf], 2015.

Smith, M.A., et al. 2009. Analyzing (Social Media) Networks with NodeXL. C&T. 2009.

Table des illustrations du chapitre

Graphes

Graphe IV-1 : Plan d'essai réduit et symboles des paramétries étudiées, suivant P-V à Dm10 (à gauche) Graphe IV-2 : Exemple de représentation visuelle d'une matrice de corrélation dans le cas de l'étude Graphe IV-3 : Intérêt des corrélations partielles pour la mise en évidence de corrélations redondantes (à gauche) et de corrélations masquées (à droite).....121 Graphe IV-4 : Illustration de la présence d'une P_{critique} pour les critères relatifs à la matière apportée : R_{mf} (haut-gauche), H_{app} (haut-droite), S_{app} (bas-gauche), S_{bain} (bas-droite) [cas d'un cordon déposé avec interaction laser/poudre en amont du bain, pour Dm = 20 g/min]123 Graphe IV-5 : Évolution de S_{app} en fonction de P pour trois valeurs de V, avec Dm = 15 g/min (à gauche) Graphe IV-6 : Évolution de la puissance reçue Pr en fonction de la puissance transmise P, pour Dm15 Graphe IV-8 : Corrélogrammes X-Y du rendement et de la productivité dans le cas de cordons...... 127 Graphe IV-9 : Évolution du rendement massique de fusion R_{mf} en fonction de ses paramètres Graphe IV-10 : Évolution du rendement massique géométrique R_{mg} en fonction de ses paramètres Graphe IV-11 : Évolution du débit volumique instantané Dv_{instantané} en fonction de Dm et El (en haut) Graphe IV-12 : Corrélogrammes X-Y des paramètres du bain supérieur dans le cas de cordons...... 130 Graphe IV-13 : Évolution de la hauteur de cordon H_{app} en fonction de ses paramètres d'influence V et Dm, en configuration avec et sans interaction laser/poudre......131 Graphe IV-14 : Évolution de la largeur apparente de cordon L_{app} en fonction de son unique paramètre d'influence El, en configuration avec et sans interaction laser/poudre......131 Graphe IV-15 : Évolution du rapport d'élancement du cordon re_{app} en fonction de ses paramètres Graphe IV-16 : Évolution de la surface transversale du cordon S_{app} en fonction de ses paramètres d'influence P et V, en configuration avec et sans interaction laser/poudre, pour Dm = 10 g/min (en Graphe IV-17 : Corrélogrammes X-Y des paramètres du bain inférieur dans le cas de cordons.......134 Graphe IV-18 : Évolution de la hauteur de la zone refondue H_{ZR} en fonction de ses paramètres Graphe IV-19 : Évolution de la largeur de la zone refondue L_{ZR} en fonction de ses paramètres d'influence P et V, en configuration sans interaction laser/poudre......136 Graphe IV-20 : Évolution de la surface de la zone refondue S_{ZR} en fonction de ses paramètres Graphe IV-21 : Corrélogrammes X-Y des paramètres du bain entier dans le cas de cordons......137 Graphe IV-22 : Evolution de la hauteur du bain H_{bain} en fonction de ses paramètres d'influence P et V, en configuration avec et sans interaction laser/poudre, pour Dm = 10 g/min (en haut) et Graphe IV-23 : Évolution du rapport d'élancement du bain rebain en fonction de ses paramètres

Graphe IV-24 : Évolution de la surface transversale du bain S_{bain} en fonction de ses paramètres d'influence P et V, en configuration avec interaction laser/poudre (à gauche) et en configuration sans interaction laser/poudre, pour Dm = 10 g/min (droite – haut) et pour Dm = 25 g/min (droite – bas)

Graphe IV-25 : Evolution du taux de dilution d'après hauteurs $\tau_{dil H}$ en fonction de ses paramètres Graphe IV-26 : Évolution du taux de dilution d'après surfaces $\tau_{dil S}$ en fonction de ses paramètres d'influence P et Ml, en configuration avec et sans interaction laser/poudre......141 Graphe IV-28 : Évolution de la hauteur totale de la zone affectée thermiquement H_{ZAT totale} en fonction de ses paramètres d'influence P et V, en configuration avec interaction laser/poudre (à gauche) et sans Graphe IV-29 : Évolution de la largeur totale de la zone affectée thermiquement L_{ZAT totale} en fonction Graphe IV-30 : Évolution de la surface totale de la zone affectée thermiquement S_{ZAT totale} en fonction de ses paramètres d'influence P et V, en configuration avec interaction laser/poudre (à gauche) et en configuration sans interaction laser/poudre, pour Dm = 10 g/min (droite - haut) et pour Graphe IV-31 : Corrélogrammes X-Y du rendement et de la productivité dans le cas d'un mur monocordon en configuration sans interaction......145 Graphe IV-32 : Comparaison des modèles d'évolution de R_{mf} dans le cas d'un cordon et d'un mur monocordon, en configuration sans interaction laser/poudre, pour Dm = 10 g/min146 Graphe IV-33 : Comparaison des rendements de fusion R_{mf} obtenus lors de la construction de murs monocordons de 50 couches sur Optomec LENS 850R en configuration avec et sans interaction Graphe IV-34 : Comparaison des modèles d'évolution de Dv_{instantané} dans le cas d'un cordon et d'un mur monocordon, en configuration sans interaction laser/poudre, pour Dm = 10 g/min (en haut) Graphe IV-36 : Évolution de H_{app} en fonction de son unique paramètre d'influence Ml, dans le cas de Graphe IV-37 : Comparaison des modèles d'évolution de la largeur de dépôt Lapp dans le cas d'un cordon et d'un mur monocordon, en configuration sans interaction laser/poudre (en haut) et avec interaction laser/poudre (en bas)......149 Graphe IV-38 : Comparaison des modèles d'évolution du rapport d'élancement des dépôts re_{app} dans le cas d'un cordon et d'un mur monocordon, en configuration sans interaction laser/poudre (en haut) et avec interaction laser/poudre (en bas)......150 Graphe IV-39 : Corrélogramme Y-Y révélant les liens forts entre paramètres de sortie (seuil à 0.85) dans le cas d'un cordon en configuration avec interaction......151 Graphe IV-40 : Corrélogramme Y-Y révélant les liens forts entre paramètres de sortie (seuil à 0.85) Graphe IV-41 : Corrélogramme Y-Y dans le cas d'un mur monocordon en configuration sans interaction

Schémas

Schéma IV-1 : Types de cordons et critères géométriques considérés, en coupe transversale 110

Tableaux

Tableau IV-1 : Abréviations utilisées dans le Chapitre IV	105
Tableau IV-2 : Notations utilisées dans le Chapitre IV	106
Tableau IV-3 : Conditions d'établissement de modèles de comportement issus de la littérature.	107
Tableau IV-4 : Paramètres de sortie étudiés (= critères)	112
Tableau IV-5 : Forme de la matrice de corrélation pour l'étude paramétrique	119
Tableau IV-6 : Modèles d'évolution des paramètres corrigés	126
Tableau IV-7 : Modèles d'évolution de R _{mf} et de R _{mg}	127
Tableau IV-8 : Modèles d'évolution de Dv _{instantané}	129
Tableau IV-9 : Modèles d'évolution de H _{app}	130
Tableau IV-10 : Modèles d'évolution de L _{app}	131
Tableau IV-11 : Modèles d'évolution de re _{app}	132
Tableau IV-12 : Modèles d'évolution de S _{app}	133
Tableau IV-13 : Modèles d'évolution de H _{ZR}	134
Tableau IV-14 : Modèles d'évolution de L _{ZR}	135
Tableau IV-15 : Modèles d'évolution de SzR	136
Tableau IV-16 : Modèles d'évolution de H _{bain}	138
Tableau IV-17 : Modèles d'évolution de re _{bain}	139
Tableau IV-18 : Modèles d'évolution de S _{bain}	140
Tableau IV-19 : Modèles d'évolution de $\tau_{dil H}$ et $\tau_{dil S}$	141
Tableau IV-20 : Modèles d'évolution de la ZAT totale	143
Tableau IV-21 : Modèles d'évolution du rendement de fusion (cordons et murs)	145
Tableau IV-22 : Modèles d'évolution de la productivité (cordons et murs)	147
Tableau IV-23 : Modèles d'évolution de H _{app} (cordons et murs)	148
Tableau IV-24 : Modèles d'évolution de L _{app} (cordons et murs)	149
Tableau IV-25 : Modèles d'évolution de re _{app} (cordons et murs)	150



Chapitre V Effet des paramètres opératoires sur la

microstructure générée

<u> Résumé :</u>

Lors d'une fabrication par DLD, chaque nouvelle couche déposée affecte thermiquement les couches précédentes. Le cyclage thermique anisotherme qui en découle peut donner lieu à des microstructures variées dans la pièce construite, et donc à des propriétés mécaniques dispersées – tant qu'un post-traitement d'homogénéisation n'a pas été effectué.

Ce chapitre vise à enrichir la connaissance de l'effet des paramètres opératoires P, V, Dm sur les microstructures obtenues post-fabrication. Dans un premier temps, on rappellera des éléments de base des alliages de titane. On présentera ensuite les transformations métallurgiques induites par la fabrication d'un mur, ainsi que différents scénarios d'évolutions possibles.

On étudiera alors la macrostructure (grains) et la microstructure (phases) générées dans des murs de 50 couches issus de 5 paramétries différentes. On s'appuiera notamment sur des indices métallurgiques désormais bien connus pour expliquer la microstructure formée à différentes hauteurs de construction. On caractérisera également la stabilité géométrique des dépôts suivant la direction de construction (Z) et le long d'une même couche (X).

Sommaire du chapitre

Chapitre V	Effet des paramètres opératoires sur la microstructure gé 161	énérée
Sommaire	du chapitre	162
Nomenclat	ure du chapitre	163
V.1 Introdu	ıction	165
V.2 Alliage	de titane TA6V	165
V.2.1 Géné	ralités sur les alliages de titane	165
V.2.2 Prop	riétés du TA6V	166
V.2.3 Phas	es rencontrées dans les alliages de titane	
V.2.4 Morp	hologies des phases observables dans le TA6V	171
V.3 Transf	ormations métallurgiques lors d'une fabrication multicouche	173
V.3.1 Évol	ition thermique lors de la construction d'un mur monocordon	173
V.3.2 Tran	sformations métallurgiques lors du premier cycle thermique	175
V.3.3 Tran	sformations métallurgiques à partir du deuxième cycle thermique	177
V.4 Effet de	es paramètres opératoires sur la microstructure d'un mur mono	cordon 179
V.4.1 Choi	des murs, préparation et observation	
V.4.2 Vue	l'ensemble et zones d'intérêt	
V.4.3 Dern	ière couche : formation d'un bain liquide (T _f < T < T _{pic})	
V.4.4 Zone	claire haute : formation d'une ZAT ₁ super-transus ($T_B < T < T_f$)	
V.4.5 Zone	intermédiaire : formation d'une zone de recuit sub-transus ($T_{dest.\alpha'} < T < T_{\beta}$)	
V.4.5 Zone V.4.6 Zone	intermédiaire : formation d'une zone de recuit sub-transus ($T_{dest,\alpha'} < T < T_{\beta}$) claire basse : effet de pompage thermique du substrat	189 192
V.4.5 Zone V.4.6 Zone V.4.7 Zone	intermédiaire : formation d'une zone de recuit sub-transus ($T_{dest,\alpha'} < T < T_{\beta}$) claire basse : effet de pompage thermique du substrat	189 192 192
V.4.5 Zone V.4.6 Zone V.4.7 Zone V.4.8 Défa	intermédiaire : formation d'une zone de recuit sub-transus ($T_{dest,\alpha'} < T < T_{\beta}$) claire basse : effet de pompage thermique du substrat affectée thermiquement du substrat	189 192 192 193
V.4.5 Zone V.4.6 Zone V.4.7 Zone V.4.8 Défa V.4.9 Table	intermédiaire : formation d'une zone de recuit sub-transus ($T_{dest.\alpha'} < T < T_{\beta}$) claire basse : effet de pompage thermique du substrat affectée thermiquement du substrat its constatés eau de synthèse des observations comparatives	189 192 192 193 194
V.4.5 Zone V.4.6 Zone V.4.7 Zone V.4.8 Défa V.4.9 Table V.5 Conclu	intermédiaire : formation d'une zone de recuit sub-transus ($T_{dest.\alpha'} < T < T_{\beta}$) claire basse : effet de pompage thermique du substrat affectée thermiquement du substrat its constatés eau de synthèse des observations comparatives	189 192 192 193 194 195
V.4.5 Zone V.4.6 Zone V.4.7 Zone V.4.8 Défa V.4.9 Table V.5 Conclu Bibliograp	intermédiaire : formation d'une zone de recuit sub-transus ($T_{dest.\alpha'} < T < T_{\beta}$) claire basse : effet de pompage thermique du substrat affectée thermiquement du substrat uts constatés eau de synthèse des observations comparatives Sion du chapitre hie du chapitre	189 192 193 194 195 196

Nomenclature du chapitre

Abréviation	Signification		
DLD	Direct Laser Deposition (Dépôt Direct par Laser)		
EBM	Electron Beam Melting		
MEB	Microscopie Électronique à Balayage		
SE	MEB utilisé en mode électrons secondaires (S econdary E lectrons)		
SMD	Shape Metal Deposition		
TA6V	Appellation usuelle de l'alliage de titane Ti-6Al-4V		
ZAT	Zone Affectée Thermiquement		
ZR	Zone Refondue		

Tableau V-1 : Abréviations utilisées dans le Chapitre V

Notation	Unité	Description
Dm	g/min	Débit massique de poudre en sortie de buse
Dmr	g/min	Débit massique réellement intégré à la matière consolidée
Dv instantané	cm ³ /h	Débit volumique instantané (pour une section de dépôt)
El	J/mm	Énergie linéique (= puissance rapportée à la vitesse de balayage)
Em	J/g	Énergie massique (= puissance rapportée au débit massique)
Happ	mm	Hauteur de la zone apportée lors d'un dépôt (= cordon)
H _{app} dernière couche	mm	Hauteur apportée lors du dépôt de la dernière couche
Hbain	mm	Hauteur totale du bain de fusion
Hdernier bain	mm	Hauteur du dernier bain formé
H _{mur}	mm	Hauteur totale du mur
HZAT substrat		Profondeur de la zone affectée thermiquement dans le substrat
Hzone claire basse	mm	Hauteur de la zone peu contrastée en bas de mur
H _{zone claire} haute	mm	Hauteur de la zone peu contrastée en haut de mur (si présente)
Hzone intermédiaire	mm	Hauteur de la zone centrale de mur
Hzr	mm	Profondeur de la zone refondue
HZR dernière couche	mm	Profondeur refondue lors du dépôt de la dernière couche
Lapp	mm	Largeur de la zone apportée lors d'un dépôt (= cordon)
M _f	°C	Température de fin de transformation martensitique au refroidissement
MI	g/mm	Masse linéique (= débit massique rapporté à la vitesse de balayage)
Mlr	g/mm	Masse linéique réellement intégrée à la matière consolidée
Ms	°C	Température de début de transformation martensitique au refroidissement
Р	W	Puissance du faisceau laser incident
reapp	-	Rapport d'élancement de la zone apportée lors d'un dépôt (= cordon)
R _{mf}	-	Rendement massique de fusion par pesée
Sbain	mm ²	Surface totale du bain de fusion
Slatérale dernier bain	mm²	Surface de la section latérale du dernier bain formé en haut de mur
T _{dest.α'}	°C	Température de recuit minimale pour déstabiliser la phase α' à la chauffe

Notation	Unité	Description					
rrtotale	00	Température de recuit minimale pour déstabiliser entièrement et					
l dest.α/		rapidement la phase α' à la chauffe					
Tf	°C	Température de fusion du TA6V					
Tpic	°C	Température maximale atteinte lors d'un cycle thermique					
Trecuit	°C	Température minimale atteinte lors d'un cycle thermique					
Τβ	°C	Température de transus bêta					
V	mm/min	Vitesse de déplacement de la buse (= vitesse de balayage du faisceau laser)					
Vchauffe	°C/s	Vitesse de chauffe					
Vtrempe	°C/s	Vitesse de refroidissement (hors équilibre)					
X	-	Direction de dépôt des cordons et des murs monocordons					
Y	-	Direction perpendiculaire à la direction de dépôt des cordons et des murs					
Z	-	Direction de construction (perpendiculaire aux couches)					
α	-	Phase alpha du titane					
α'	-	Phase martensitique alpha prime					
α"	-	Phase martensitique alpha seconde					
α2	-	Composé intermétallique Ti ₃ Al					
αι	-	Phase alpha primaire					
αιι	-	Phase alpha secondaire					
αın	-	Phase alpha primaire nodulaire					
αm	-	Phase alpha massive					
β	-	Phase bêta du titane					
βι	-	Phase bêta primaire					
βm	-	Phase bêta métastable					
βr	-	Phase bêta résiduelle					
βs	-	Phase bêta stable à l'ambiante					
βt	-	Phase bêta transformée					
γ	-	Composé intermétallique TiAl					
ΔΖ	mm	Incrément de montée de la buse à chaque couche					
ω	-	Phase oméga hors équilibre					

Tableau V-2 : Notations utilisées dans le Chapitre V

V.1 Introduction

Lors d'une fabrication par DLD, le matériau subit une trempe initiale lors du premier dépôt sur substrat. Il connaît ensuite une succession de recuits anisothermes cycliques induits par le passage du laser à chaque nouvelle couche. L'histoire thermique est complexe, comme l'avait constaté *J. Maisonneuve*. La microstructure qui en résulte varie dans la hauteur du mur, suivant l'éloignement au substrat. Elle dépend également des paramètres opératoires **P**, **V**, **Dm** (Maisonneuve, 2008).

L'objectif de ce chapitre est d'étudier la maîtrise de la macrostructure (grains) et de la microstructure (phases) que l'on peut obtenir en variant ces paramètres opératoires. Cette fois encore, le principal apport de cette étude par rapport aux travaux existants dans la littérature réside dans les domaines de productivité choisis.

V.2 Alliage de titane TA6V

V.2.1 Généralités sur les alliages de titane

Le titane pur possède deux formes allotropiques distinctes dont la température de transition est appelée **transus** β (T_{β} en abrégé). En dessous de cette température, la structure cristallographique, nommée α , est hexagonale pseudo-compacte (paramètres de maille a = 0.285 nm ; c = 0.468 nm ; c/a = 1.633). Au-dessus du transus, la structure est cubique centrée (a = 0.33 nm) et est appelée β (cf. **Graphe V-1**).





Dans les alliages de titane, la température de transus T_{β} varie fortement avec les éléments d'addition (Combres, 2010). Ceux-ci sont regroupés en plusieurs catégories :

- Les éléments alphagènes stabilisent la phase α (aluminium, oxygène, azote, carbone).
- Les éléments **bêtagènes** stabilisent la phase β. On distingue :
 - ο Les <u>bêta-isomorphes</u>, miscibles en toute proportion dans la phase β (*hydrogène*, *molybdène*, *vanadium*, *niobium*).
 - Les <u>bêta-eutectoïdes</u>, pouvant former des précipités (*manganèse, fer, chrome, silicium, nickel, cuivre*).
- Les éléments **neutres** (*étain, zirconium*).

En fonction des éléments d'addition et dans des conditions d'équilibre, les alliages de titane vont stabiliser en quantité différente les phases α ou β à température ambiante (Combres, 2010). On les classe en cinq groupes :

- Les **alliages** α ne contiennent que la phase α à température ambiante.
- Les **alliages α**+**β** sont mixtes. Parmi eux, on distingue :
 - \circ Les <u>alliages quasi α</u>, dont la fraction volumique de phase β stable est inférieure à 5 %. Ils sont très proches des alliages α .
 - ο Les <u>alliages $\alpha+\beta$ </u> à proprement parler, dont la fraction volumique de phase β est comprise entre 5 % et 20 %.
 - \circ Les <u>quasi</u> β, dont la fraction volumique de phase β stable est supérieure à 20 %. Ils sont très proches des alliages β.
- Les **alliages** β ne contiennent que la phase β à température ambiante.

Élómont	Ti	Éléments d'alliage		Impuretés					
Liement		Al	V	Fe	0	С	Ν	Н	
% en masse	Bal	6.0	4.0	0.30	0.20	0.10	0.05	0.0125	
(TA6V standard)	Ddl.			max	max	max	max	max	

V.2.2 Propriétés du TA6V

Tableau V-3 : Composition massique de l'alliage TA6V d'après (Lampman, 1990)

Le Ti-6Al-4V – ou **TA6V** dans sa dénomination usuelle⁹ – est l'alliage de titane le plus vendu dans le monde. C'est un alliage $\alpha+\beta$ qui comprend 6% en masse d'aluminium (élément *alphagène*) et 4% en masse de vanadium (élément *bêtagène*) (voir **Tableau V-3**). Il présente une excellente résistance spécifique (rapport entre résistance mécanique et densité), une bonne ténacité ainsi qu'une bonne résistance à la corrosion. Ces propriétés en font un alliage particulièrement utilisé dans l'aéronautique (parties froides des moteurs, notamment). Il est également employé pour des implants chirurgicaux en raison de sa biocompatibilité. Les principales propriétés mécaniques et physiques du TA6V sont données dans le **Tableau V-4**.

⁹ Ces deux appellations répondent aux normes françaises (Metonorm, 2016)

Symbole	Propriété	Valeurs			
Е	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 – 1103 MPa			
Rm	Résistance maximale à la traction	900 – 1282 MPa			
А	Déformation à la rupture	6-16 % à 20 °C			
ν	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 Tı			
Τβ	Température de transus β	980 – 1000 °C			
M _f	Température de fin transformation martensitique au refroidissement	650 – 800 °C			
Ms	Température d'apparition de la phase α' au refroidissement	780 – 900 °C			
M _d	Température de trempe en dessous de laquelle β _m peut être retenue à température ambiante	720 °C			
Ts	Température de solidus	1640°C			
Tı	Température de liquidus	1660°C			
Téb	Température d'ébullition	3285 °C			
Cps	Capacité calorifique massique du solide	526,3 J.kg ⁻¹ .K ⁻¹ à 20 °C 645 J.kg ⁻¹ .K ⁻¹ à 800 °C			
Cpi	Capacité calorifique massique du liquide	986 J.kg ⁻¹ .K ⁻¹ à T ₁			
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 ₁ 37 W.m ⁻¹ .K ⁻¹ à T _{éb}			
$\Delta V_{\alpha} / V_{\beta}$	Variation du volume lors du passage du transus $\beta \rightarrow \alpha$	-1,4 %			
M	Masse molaire	46,76 g/mol			
γlv	Tension de surface du liquide (à <i>Ti</i>)	1,38 N.m ⁻¹			
3	Émissivité à une longueur d'onde de 1,4 μm	0,40 pour le TA6V non oxydé à moins de 600 °C			
ρe	Résistivité électrique	168 – 171 μΩ.cm à 20 °C 190 μΩ.cm à Tı			
Ks	Diffusivité thermique du solide	2,87.10 ⁻⁶ m ² .s ⁻¹ à 20 °C			
Kı	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 μm0,77				

Tableau V-4 : Propriétés physiques et mécaniques du TA6V

d'après (Gerberich, et al., 1968) (Donachie, 1984) (Lampman, 1990) (Combres, 1999) (Maisonneuve, 2008) (Vilaro, 2011) (Vinson, 2015)



V.2.3 Phases rencontrées dans les alliages de titane

Graphe V-2 : Diagramme pseudo-binaire et structures potentielles des familles d'alliages de titane

d'après (Maisonneuve, 2008) (Combres, 2013) (Vinson, 2015)

La composition chimique du TA6V permet de stabiliser à température ambiante et dans des conditions d'équilibre la phase α (majoritaire) mais aussi la phase β (minoritaire), comme on peut le voir sur le **Graphe V-2**. En effet, selon *R. Castro* et *L. Séraphin* il s'agit d'un alliage comprenant 92.5 % en volume de phase α et 7.5 % en volume de phase β à l'ambiante (Castro, et al., 1966).

Ces phases conduisent à une grande variété de microstructures selon l'histoire thermomécanique vécue par le matériau (mise en forme, temps et température de maintien, vitesse de refroidissement, cyclage thermique...). Les types de phases rencontrées dans les alliages de titane – dont celles du TA6V – sont présentées ci-après.

V.2.3.1 Phases de type β

La phase β apparaît lorsque la température dépasse le transus β . Le matériau est alors monophasé. Cette phase β présente une structure cubique centrée. Elle se rencontre sous les formes suivantes :

- Phase β primaire (β₁) : c'est la phase stable à haute température, pendant un traitement thermique ou thermomécanique. Il s'agit de la phase majoritaire, contrairement à celle présente à l'ambiante. Elle présente une morphologie équiaxe dont la taille de grain dépend essentiellement de la température. Ces grains β structurent la formation des autres phases lors du refroidissement sous le transus β.
- Phase β métastable (β_m) : il s'agit de la phase β_I hors équilibre retenue à l'ambiante. Elle conserve sa composition chimique haute température. Elle peut être modifiée par traitement thermique et/ou mécanique à une température inférieure au transus. Il s'agit en fait d'une phase β contenant suffisamment d'éléments bêtagènes pour que la température M_s de début de transformation martensitique soit inférieure à la température ambiante.
- Phase β stable à l'ambiante (β_s) : contrairement à la précédente, cette phase est stabilisée à température ambiante à partir d'une certaine concentration en éléments bêtagènes (15 % massique pour le vanadium). Elle ne peut pas être modifiée par un traitement thermique subtransus.
- **Phase** β résiduelle (β_r) : elle est formée lors d'un refroidissement hors-équilibre pour les alliages (dont la composition nominale coupe M_s (température de début de transformation martensitique) mais pas M_f (température de fin de transformation martensitique).
- Phase β transformée (β_t) : il ne s'agit pas d'une phase spécifique mais d'une façon de désigner les phases issues de la transformation de la phase β lors du refroidissement ou du vieillissement de l'alliage.

V.2.3.2 Phases de type α

La phase α apparaît dès lors que la température est inférieure au transus β . Elle présente une structure hexagonale pseudo-compacte. Elle peut se trouver sous les formes suivantes :

- Phase α primaire (α₁) : elle se forme en premier lors d'un refroidissement lent ou modéré depuis le domaine β. Elle présente une morphologie lamellaire. On distingue plusieurs sites de germination et croissance :
 - Phase α₁ aux joints de grain : elle s'amorce et croît le long des joints des ex-grains β jusqu'à former un liseré continu.
 - $\[\] \frac{Phase \alpha_{I}}{\alpha_{I}} depuis les joints de grain : elle germe aux joints des ex-grains <math>\beta$ et croît vers l'intérieur de ceux-ci sous forme de lattes (structure en vannerie, dite de *Widmanstätten*). Elle s'accompagne de la diffusion des éléments alphagènes (aluminium) vers les lattes α_{I} et celle des éléments bêtagènes (vanadium) vers la matrice β intra-granulaire, stabilisant cette dernière.
 - $\stackrel{\text{there}}{\Rightarrow}$ <u>Phase α₁ intra-granulaire</u> : elle germe à l'intérieur des ex-grains β à partir de défauts tels que des dislocations. Elle prend la forme de lattes parallèles ou désorientées de 60°.

- Phase α primaire nodulaire (α_{In}) : cette phase n'apparaît que suite à un traitement mécanique ayant brisé des lattes α_I déjà formées. Les débris générés peuvent recristalliser en nodules lors d'un traitement thermique dans le domaine $\alpha+\beta$. Leur taille dépend de la température et de la durée de maintien.
- Phase α secondaire (α_{II}): cette phase se forme entre les lattes de phase α primaire. Contrairement à celle-ci, sa croissance est très limitée, ce qui lui confère une taille bien inférieure. Elle apparaît lors de refroidissements lents ou modérés depuis le domaine α+β par décomposition de la phase β_m. Elle présente une morphologie aciculaire voire lamellaire.
- Phase α massive (α_m) : elle est issue d'une transformation massive sans diffusion pour une trempe à vitesse moyenne depuis le domaine β. Elle se présente sous forme de lattes.

V.2.3.3 Phases de type martensitique

- Phase martensitique α' : c'est une phase hors-équilibre qui apparaît lors d'un refroidissement rapide depuis le domaine β (> 410 °C/s), sans que les éléments d'alliage n'aient le temps de diffuser. Elle correspond à une phase intermédiaire entre la phase α et la phase β : sa structure est hexagonale comme α mais sa composition chimique est restée celle de la phase β à haute température (même teneur en éléments alphagènes et bêtagènes). Son domaine d'apparition est délimité par les températures M_s (début de transformation martensitique) et M_f (fin de transformation martensitique). Cet intervalle dépend des éléments d'alliage mais peut également dépendre de la vitesse de trempe selon certains auteurs. Pour le TA6V, la température M_s est très proche du transus, tandis que le M_f se situe entre 650 °C et 700 °C. Cette phase martensitique α' se présente sous forme de fines aiguilles, semblables à la phase α aciculaire. Contrairement à la martensite des aciers, sa dureté n'est pas particulièrement élevée mais elle peut être durcie par revenu.
- Phase martensitique α": cette phase possède une structure orthorhombique. Sa dureté est la moins importante des phases de type α. Elle n'apparaît que dans les alliages à forte teneur en éléments bêtagènes et réfractaires (Mo, Ta, Nb). Elle peut se former de différentes manières :
 - Sans diffusion lors d'une trempe énergique depuis le domaine $\alpha+\beta$ à température intermédiaire (~ 800 °C) si la phase β possède 10 % en masse de vanadium. La température d'apparition dépend de la concentration en oxygène dans l'alliage.
 - $\stackrel{\text{\tiny b}}{\Rightarrow}$ Par précipitation sous contrainte à partir de la phase β_m (déformation plastique à température ambiante).

V.2.3.4 Phases fragilisantes

- **Phase** ω : c'est une phase hors équilibre de structure hexagonale, formant des précipités nanométriques. Elle se forme à partir de la phase β_m soit par trempe rapide depuis le domaine β , soit par vieillissement entre 200°C et 500°C si la concentration massique en vanadium est supérieure à 15 %. Cette phase est très peu susceptible d'être rencontrée dans le TA6V.
- Composé intermétallique α₂ (Ti₃Al) : c'est la première phase ordonnée du binaire Ti-Al. C'est une phase hexagonale durcissante mais fortement fragilisante Elle apparaît lors de revenus

entre 450 °C et 700 °C pour les alliages contenant plus de 8 % en masse d'aluminium, mais elle est favorisée par la concentration en oxygène dans l'alliage.

 Composé intermétallique γ (TiAl) : c'est la deuxième phase ordonnée du binaire Ti-Al, qui n'apparaît que pour de fortes concentrations en aluminium.

Structure	Ductilité	Formabilité	Résistance à la corrosion sous contrainte	Résistance à la traction	Résistance à l'initiation de fissures	Résistance à la propagation de fissures	Résistance au fluage	Ténacité	Résistance à la fatigue oligo- cyclique
<mark>α</mark> équiaxe	~	7	-	7	7	7	-	7	~
<mark>α</mark> aciculaire	7	-	7	7	7	7	7	7	7
<mark>α</mark> étiré	N N	-	-	-	7	7	-	7	7
Colonie de <mark>α</mark>	7	-	-	7	2	7	-	7	7
Joints de grains <mark>α</mark>	7	-	-	-	2	7	-	7	7
Ex-grains <mark>β</mark> grossiers	7	-	-	7	N	-	7	7	7
Ex-grains <mark>β</mark> fins	7	-	-	7	7	7	-	7	-

V.2.4 Morphologies des phases observables dans le TA6V

Tableau V-5 : Avantages et inconvénients des microstructures des alliages quasi-α et α + β d'après (Lampman, 1990) (Maisonneuve, 2008) (Combres, 2010) (Vinson, 2015)

La morphologie et la finesse des phases des alliages de titane conditionnent les propriétés mécaniques obtenues (voir **Tableau V-5**). La vitesse de refroidissement lors d'un traitement thermique a une action directe sur la morphologie et la taille de la microstructure générée (Combres, 2010). Une vitesse de trempe élevée depuis le domaine β forme une structure aciculaire (ou *aiguillée*) fine. À mesure que cette vitesse de refroidissement diminue, les aiguilles générées voient leur taille augmenter jusqu'à devenir des lamelles (ou *lattes*) d'épaisseur de plus en plus forte. Les différentes microstructures (phases et morphologies) que l'on peut trouver dans l'alliage TA6V – qu'il soit obtenu par fonderie ou par forgeage – sont illustrées en **Figure V-1**.



Figure V-1 : Microstructures observables dans le TA6V (grandissement x250) d'après (Wood, et al., 1972)

V.3 Transformations métallurgiques lors d'une fabrication multicouche

V.3.1 Évolution thermique lors de la construction d'un mur monocordon



V.3.1.1 Évolution de la température d'une couche en cours de fabrication

Graphe V-3 : Évolution typique de la température en fonction du temps d'un point situé au milieu d'une couche d'un mur monocordon

Lors de la construction d'un mur monocordon, la température d'une couche donnée évolue de manière cyclique et anisotherme. Considérons un point en particulier situé dans une couche **n**, éloignée du bas du mur. Son histoire thermique est la suivante (voir **Graphe V-3**) :

- A. **Première chauffe** : lorsque la couche **n** est construite, la température d'un certain volume de matière monte à la vitesse $V_{chauffe}$ jusqu'à une température maximale $T_{pic 1}$ supérieure à la température de fusion du TA6V ($T_f = 1650$ °C, moyenne entre le liquidus et le solidus). Il y a formation d'un bain de fusion. La hauteur de ce bain est supérieure à la hauteur finale d'une couche solidifiée : il y a dilution (refusion d'une ou de plusieurs couches précédentes).
- B. Premier refroidissement : tandis que le bain de fusion s'éloigne à la vitesse de balayage V, la matière se solidifie à la vitesse de refroidissement V_{trempe} jusqu'à une température de recuit T_{recuit 1}.
- C. **Deuxième chauffe** : la couche **n+1** est projetée puis fondue. Cela a pour effet de repasser la couche **n** au-delà de la température de fusion jusqu'à une valeur **T**_{pic 2} inférieure au **T**_{pic 1} initial.
- D. **Deuxième refroidissement** : la matière se refroidit de nouveau jusqu'à une température de recuit $T_{recuit 2}$ très légèrement inférieure à $T_{recuit 1}$.
- E. Troisième chauffe : la couche n+2 est projetée puis fondue. Cela a pour effet de repasser la couche n+1 au-delà de la température de fusion jusqu'à une valeur T_{pic 3} inférieure au T_{pic 2}.
- F. **Troisième refroidissement** : la matière se refroidit de nouveau jusqu'à une température $T_{recuit 3}$ très légèrement inférieure à $T_{recuit 2}$.

Chaque dépôt supplémentaire induit un nouveau cycle de chauffe/refroidissement, et ainsi de suite. Pour un même point de la couche **n**, la température T_{pic} diminue bien plus rapidement d'un cycle à l'autre que T_{recuit} . En conséquence, l'amplitude des oscillations thermiques que subit ce point fixe s'atténue jusqu'à être négligeable à compter d'un certain nombre de couches déposées. Il n'y a alors plus de cyclage thermique et la matière refroidit lentement jusqu'à température ambiante.

V.3.1.2 Évolution de la température de plusieurs couches

Une comparaison de l'évolution thermique de plusieurs points (ou couches) d'un même mur est donnée sur le **Graphe V-4**. Celui-ci est extrait de la simulation thermique développée par *G. Marion* pour le procédé DLD dans le cadre du projet FALAFEL (Marion, 2016). Il se base sur une paramétrie avec dilution utilisée par *J. Maisonneuve*, sur machine *Limoges* et en configuration <u>avec</u> interaction : P350 V400 Dm3 (la plus proche des domaines paramétriques de la présente étude). Chaque courbe de couleur représente l'évolution thermique au cours du temps d'un point situé sur l'axe médian du mur, dans différentes couches correspondant à différentes hauteurs.



Graphe V-4 : Évolution de la température en fonction du temps pour un point sur l'axe central à différentes hauteurs d'un mur construit en paramétrie P350 V400 Dm3 d'après (Marion, 2016)

Comme on peut le voir, les températures pics et les températures de recuit du premier pic de chaque couche sont bornées. Leurs limites évoluent lors de la construction des premières couches en raison de l'effet de pompage calorifique du substrat. Dans ce régime <u>transitoire</u> et pour un point donné, la température $T_{pic 1}$ (maximum atteint au premier cycle) augmente d'une couche à l'autre, entraînant un accroissement du volume du bain. La température $T_{recuit 1}$ (valeur la plus basse atteinte suite au premier refroidissement) est aussi croissante dans ce domaine. Le nombre de couches composant le régime transitoire dépend de la paramétrie. D'une manière globale, les enveloppes des $T_{pic 1}$ et $T_{recuit 1}$ varient elles aussi avec les paramètres choisis. À titre d'exemple, le $T_{recuit 1}$ en régime <u>stationnaire</u> est de 600 °C à P200 V400 Dm1 contre 750 °C à P350 V400 Dm3.



V.3.2 Transformations métallurgiques lors du premier cycle thermique

Schéma V-1 : Scénarios d'évolution métallurgique du TA6V en construction multicouche (Crespo, 2010)

Plusieurs scénarios d'évolution microstructurale du TA6V ont été identifiés par *A. Crespo* lors d'une fabrication multicouche (voir **Schéma V-1**). Ceux-ci dépendent principalement de la vitesse de refroidissement, selon qu'elle permette ou non l'apparition de la phase martensitique α' . Cela se traduit par un **seuil critique à 410** °C/s au-delà duquel la phase α' commence à se former à partir de M_s et finit de se former à partir de M_f (voir **Graphe V-5**). Pour une couche donnée, le premier cycle thermique se distingue des suivants.

Ce premier cycle consiste en la fusion initiale de la matière apportée pour former la couche. Pour un point donné d'une construction, il s'agit donc du cas général de refroidissement du TA6V suite au passage à l'état liquide, avec remise en solution totale des éléments d'alliage. <u>Attention</u> : Comme on se trouve la plupart du temps dans le cadre d'une construction multicouche **avec** dilution, chaque refusion de la matière déjà présente réinitialise toute histoire métallurgique précédente.

On entend donc par «*premier cycle* » le premier cycle déterminant pour la microstructure finale – autrement dit, la *dernière solidification* vue par le point du mur considéré. Dans l'exemple du Graphe V-3, ce premier cycle correspond au pic 4, qui est atteint après le dépôt de 3 couches. La dernière solidification intervient donc après 3 cycles, c'est-à-dire 3 refusions.



Graphe V-5 : Diagramme schématique des transformations de phases du TA6V lors d'un refroidissement continu supérieur à 1.5°C/s après remise en solution dans le domaine β

d'après (Ahmed, et al., 1998)

Le TA6V est donc porté à l'état liquide puis se solidifie dans le domaine β avant de descendre sous le transus dans le domaine $\alpha + \beta$. Signalons que la température maximale atteinte dans le domaine β conditionne la taille des grains β , lesquels serviront de squelette à la microstructure générée lors du refroidissement.

On assimile ici l'étude de ce premier cycle à celle des cordons – tout en restant conscient que les conditions thermiques ne sont pas exactement identiques à celles vues dans un dépôt d'un mur. En effet, le substrat entraîne une dissipation calorique bien plus importante que ne le permet le bas d'un mur déjà construit. Outre la différence de température initiale, le substrat peut être considéré comme un volume semi-infini permettant l'évacuation de la chaleur par conduction. Cela a pour effet de limiter la zone de dilution.

V.3.2.1 Cas d'un refroidissement lent à partir du domaine β

Si la vitesse de refroidissement est **inférieure à 410 °C/s**, la phase β se transforme progressivement en phase α lamellaire par un mécanisme de germination/croissance. La phase α est généralement amorcée depuis les joints de grains β . Elle peut croître le long du joint de grain, formant un liseré continu. Elle peut également croître vers l'intérieur du grain par diffusion en volume des éléments d'alliage entre les phases α et β , en particulier celle du vanadium. Suite à la faible énergie interfaciale au niveau de certains plans cristallographiques des grains β , la phase α y germe et croît sous forme de lattes plus ou moins longues entourées de phase β . Il s'ensuit une microstructure en vannerie dite de *Widmanstätten*. Elle s'accompagne de la diffusion des éléments alphagènes (aluminium) vers les lattes α et celle des éléments bêtagènes (vanadium) vers la matrice β , stabilisant cette dernière. La microstructure $\alpha+\beta$ ainsi formée est dite stable.

Si la vitesse de refroidissement est **supérieure à 410** °**C**/**s** (trempe), il y a transformation de la phase β en phase martensitique α '. Celle-ci prend la forme de fines aiguilles. Cette transformation $\beta \rightarrow \alpha'$ étant rapide, les éléments d'alliage n'ont pas le temps de diffuser. Elle s'opère à la suite d'une déformation par cisaillement de la maille cubique centrée en une maille hexagonale compacte. La phase α' conserve donc une composition chimique hors équilibre identique à celle du domaine β .

V.3.3 Transformations métallurgiques à partir du deuxième cycle thermique

Comme défini précédemment, le deuxième cycle thermique – *et tous les suivants* – sont tels que le matériau ne dépasse plus jamais la température de fusion. Pour un point donné d'une couche d'un mur monocordon, il s'agit donc de la chauffe produite à chaque passage du faisceau laser lors du dépôt d'une nouvelle couche. Contrairement à la solidification du premier cycle, les transformations métallurgiques au refroidissement lors des cycles suivants ne débutent pas nécessairement après une remise en solution complète des éléments d'alliage dans le domaine β . Ces transformations métallurgiques peuvent s'initier sub-transus, depuis le haut ou le bas du domaine $\alpha+\beta$ (voir **Schéma V-1**). En cas de présence de la phase martensitique α' , celle-ci subit à la chauffe une décomposition en $\alpha+\beta$ par diffusion. Celle-ci est décrite dans la littérature par une loi de transformation anisotherme de phases, de type *Johnson-Mehl-Avrami* (JMA).

V.3.3.1 Microstructures générées suite à un premier refroidissement lent

Les cas consécutifs à un refroidissement lent au premier cycle sont présentés en **Graphe V-6**. Deux scénarios apparaissent : selon que la remontée en température au second cycle dépasse le transus β ou reste dans le domaine $\alpha + \beta$. Ils conduisent tous deux à la présence de phases α et β à l'équilibre. Seule la fraction volumique finale de phase β peut différer de la condition d'équilibre étant donné que la cinétique de transformation $\beta \rightarrow \alpha$ dépend de la température et de la vitesse de refroidissement.

V.3.3.2 Microstructures générées suite à un premier refroidissement rapide

En cas de trempe lors du premier cycle, les cas envisageables au second cycle lors de la remontée en température sont plus nombreux de par la présence de la phase hors équilibre α' (voir **Graphe V-7**). Cette phase martensitique α' peut être plus ou moins décomposée en $\alpha+\beta$, suivant les températures pics atteintes lors du second cycle. Au-delà de 400 °C, la phase α' peut se décomposer selon une certaine cinétique en $\alpha+\beta$ par un mécanisme de diffusion et leurs proportions dépendent de la température à laquelle a lieu cette transformation.



Graphe V-6 : Cycles thermiques et transformations métallurgiques associées suite à un premier refroidissement depuis le domaine L ou le domaine β avec une vitesse de refroidissement lente (< 410 °C/s)

(Marion, 2016)



Graphe V-7 : Cycles thermiques et transformations métallurgiques associées suite à un premier refroidissement depuis le domaine L ou le domaine β avec une vitesse de refroidissement rapide

(> 410 °C/s) (Marion, 2016)

V.4 Effet des paramètres opératoires sur la microstructure d'un mur monocordon



V.4.1 Choix des murs, préparation et observation

Figure V-2 : Mur monocordon en cours de construction

Les murs étudiés ont été choisis parmi ceux de l'étude paramétrique, en configuration sans interaction (cf. **Chapitre IV**). Ce sont donc des murs monocordons longs de 50 mm et hauts de 50 couches (voir **Figure V-2**). Contrairement à *J. Maisonneuve*, on a fait le choix de construire des murs à même nombre de couches plutôt qu'à même hauteur absolue. En effet, les microstructures générées lors de la fabrication dépendent des champs thermiques induits au travers des cycles successifs – *et donc du nombre de couches déposées*. Les incréments de montée ΔZ programmés pour chaque mur sont tels qu'ils permettent l'obtention d'un H_{app} optimal. Les couches sont déposées en alternance par allers-retours de la buse (la buse démarre un cordon sur la fin du précédent). Le temps de pause entre chaque cordon est réglé à 2 s.

Cinq paramétries ont été retenues pour l'étude (voir **Tableau V-6**) : elles possèdent toutes un rendement massique de fusion supérieur à 65 % et les murs construits ne présentent pas de défauts *apparents* : pas de décollements inter-couches, pas d'écroulement aux points de rebroussement, stabilité des couches déposées. Seul le mur construit à la puissance 1660 W montre une différence de hauteur entre ses deux extrémités après 50 couches. On ne l'écarte pas pour autant car il est probable que cela soit plus dû aux conditions de construction qu'à la paramétrie en elle-même. La longueur des couches a peut-être été insuffisante pour permettre d'homogénéiser la thermique suivant la direction de dépôt, ou bien l'évacuation calorique au niveau du substrat ne s'est pas faite de manière équilibrée.

<u>Paramétrie</u>	Α	В	С	D	E
P (W)	830	1245	1660	1245	1245
V(mm/min)	500	500	500	250	500
Dm (g/min)	10	10	10	10	20
El (J/mm)	99.6	149.4	199.2	298.8	149.4
Em (J/g)	4.98E+03	7.47E+03	9.96E+03	7.47E+03	3.74E+03
Ml (g/mm)	0.02	0.02	0.02	0.04	0.04
R _{mf}	66.10 %	86.77 %	97.26 %	93.02 %	79.59 %
Dv instantané (Cm ³ /h)	89.7	117.8	132.0	126.3	216.1
Dm _r (g/min)	6.61	8.68	9.73	9.30	15.92
Ml r (g/mm)	0.013	0.017	0.019	0.037	0.032

Tableau V-6 : Paramétries des murs monocordons de 50 couches de l'étude
Une des paramétries fait office de référence : la **B** (P1245 V500 **Dm**10). Ce choix s'est fait *a priori* en sélectionnant le meilleur équilibre suivant des critères de rendement, de stabilité et d'aspect visuel extérieur. C'est autour d'elle que s'articule la comparaison des autres paramétries :

- Comparaison des puissances : A (P830 V500 Dm10) / B (P1245 V500 Dm10) / C (P1660 V500 Dm10)
- Comparaison des vitesses de balayage : B (P1245 V500 Dm10) / D (P1245 V250 Dm10)
- Comparaison des débits massiques : B (P1245 V500 Dm10) / E (P1245 V500 Dm20)



Figure V-3 : Découpe des murs pour observation suivant (XZ) et (YZ)

Les murs ont été construits sur des substrats en TA6V de 5.2 mm d'épaisseur (tôles laminées). La longueur est orientée suivant l'axe X, la largeur est orientée suivant l'axe Y et l'empilement des couches se fait suivant l'axe Z (direction de construction). La construction des murs a été interrompue en milieu de dernière couche afin de pouvoir observer le dernier bain formé et la profondeur de dilution dans les couches précédentes.

On a analysé l'état de surface des murs au moyen d'un profilomètre laser. Ils ont ensuite été découpés au fil par électro-érosion afin d'en extraire deux sections observables : **une vue de profil** (*dans le plan YZ*) et une **vue de face** (*suivant XZ*). Cette dernière passe précisément par le plan médian du mur, de sorte que le bain supérieur soit observé au point le plus haut (voir **Figure V-3**). Les sections ont été enrobées, polies et attaquées chimiquement au Kroll ($2 \text{ m}\ell \text{ HF}$, $3 \text{ m}\ell \text{ HNO}_3$, $95 \text{ m}\ell \text{ H}_2\text{O}$, temps variable). Elles ont été entièrement cartographiées en imagerie optique pour une étude à l'échelle *macro* (couches, tailles et formes de grain, défauts de construction). On a ensuite observé des zones spécifiques en microscopie électronique à balayage en mode *électrons secondaires* (MEB en mode SE) pour étudier le matériau à l'échelle *micro* (phases en présence et morphologies).

V.4.2 Vue d'ensemble et zones d'intérêt

La **Figure V-4** donne une vue d'ensemble des sections transversales et longitudinales des cinq murs étudiés. Chaque section est une cartographie obtenue par assemblage de micrographies optiques individuelles de 6 mm de haut sur 8 mm de large. Toutes les sections sont à la même échelle. Il faut garder à l'esprit que l'ensemble de la microstructure résulte du dépôt des 50 couches, et ce quelle que soit la couche du mur observée.





Pour les 5 murs, on a mesuré la hauteur H_{app} et la largeur L_{app} de chaque couche. Cela nous a permis de représenter l'évolution des dimensions transversales des cordons le long de l'axe de construction (voir **Graphe V-8**), comme on l'avait déjà fait au **Chapitre III** (cf. **Graphe III-8**). On observe une élévation rapide de L_{app} sur les 3 premières couches, suivie d'une légère diminution pour les murs D et E (ceux à plus forte MI). Puis les couches voient leur largeur augmenter progressivement jusqu'à atteindre un palier stable. L'amplitude de cet élargissement et le nombre de couches nécessaires avant stabilisation augmentent avec l'énergie massique Em : alors qu'il faut 30 couches pour stabiliser L_{app} à 6.5 mm en paramétrie C, les murs construits en paramétrie A et E se stabilisent immédiatement sans élévation de L_{app} .



Graphe V-8 : Évolution des dimensions des couches (Lapp à gauche, Happ à droite) sur la hauteur totale de chaque mur de 50 couches de l'étude, à différentes paramétries

La hauteur de couche H_{app} connait elle aussi une élévation rapide en début de mur mais sur un nombre de couches qui augmente avec **Em**. Comme pour la largeur, on constate une légère diminution pour les murs à plus forte **MI** (**D** et **E**). En revanche, la hauteur de couche H_{app} ne connait pas de seconde augmentation – elle se stabilise donc bien plus vite que **L**_{app}. Contrairement aux résultats de *J. Maisonneuve* sur des murs à plus faible productivité (cf. **Graphe III-8**), les valeurs de H_{app} après stabilisation sont bien supérieures à la hauteur mesurée de la première couche.

Plusieurs zones métallurgiques distinctes apparaissent sur les murs polis et attaqués. *J. Maisonneuve* avait mis en évidence l'intérêt de ces zones comme indicateurs de l'histoire thermique vue par le mur lors de sa construction (Maisonneuve, 2008). En d'autres termes, on se base sur la microstructure après refroidissement pour remonter aux transformations ayant eu lieu lors de la chauffe – plus précisément, lors du dépôt du dernier cordon en haut du mur.

Les zones métallurgiques sont illustrées en détails dans le cas de la paramétrie **B** (voir **Figure V-5**) et plus succinctement pour les autres paramétries (voir **Figure V-6**). Nous allons les présenter une par une, en commençant par la dernière couche déposée jusqu'au bas du mur – de sorte à remontrer l'histoire thermique subie par ce dernier suivant l'axe de construction, comme l'avait fait *J. Maisonneuve* (voir **Schéma V-2**). *A. Longuet* avait également calculé ce profil par simulation numérique (voir **Schéma V-2**). *A. Longuet* avait également calculé ce profil par simulation numérique (voir **Schéma V-3**). Ses résultats invalidaient la présence d'une zone de recuit isotherme en milieu de mur telle que présentée par *J. Maisonneuve*. Cela semble effectivement plus pertinent d'un point de vue physique, d'autant plus que la présence d'une zone de microstructure relativement identique n'implique pas nécessairement de palier isotherme. Comme dans le **Chapitre IV**, on s'attachera également à déterminer le paramètre opératoire simple ou combiné dont l'évolution semble le mieux expliquer les variations des différents indices (ou zones métallurgiques).



Schéma V-2 : Profil de température le long de l'axe de construction d'un mur, tracé à partir des l'axe de construction d'un mur, selon un modèle indices métallurgiques d'après (Maisonneuve, 2008)

Schéma V-3 : Profil de température le long de thermique calculé par simulation numérique d'après (Longuet, 2010)



Figure V-5 : Délimitation des zones métallurgiques apparentes - mur B (P1245 V500 Dm10)



Figure V-6 : Délimitation des zones métallurgiques apparentes - murs A, C, D, E



Graphe V-9 : Hauteurs des zones métallurgiques des différentes paramétries pour la construction de murs de 50 couches, en valeur absolue (à gauche) et relativement au numéro de couche (à droite)

V.4.3 Dernière couche : formation d'un bain liquide (T_f < T < T_{pic})

En haut du mur, la 50^{ième} et dernière couche constitue la matière passée en phase liquide lors du dernier dépôt. Cette dernière couche est toujours plus haute que les couches précédentes puisqu'elle entraîne une refusion. Elle représente en fait le bain dont la température varie entre T_f et T_{pic} . La hauteur de cette dernière couche est donc celle du bain : H_{bain} . Comme on a stoppé le dépôt en milieu de mur (voir **Figure V-5**), on peut décomposer cette hauteur en ses composantes H_{app} et H_{ZR} par comparaison avec la couche précédente – et donc déterminer la dilution liée à la paramétrie considérée.

V.4.4 Zone claire haute : formation d'une ZAT₁ super-transus ($T_{\beta} < T < T_{f}$)

Sous l'isotherme de fusion (bas du bain), une zone présente après attaque chimique un contraste de phases peu marqué du fait qu'il s'agit d'une zone monophasée, contrairement au reste du mur. *J. Maisonneuve* a montré qu'il s'agissait d'une zone affectée thermiquement au-delà de la température de transus β . Le matériau est alors complètement remis en solution à haute température. La vitesse de refroidissement est suffisamment importante pour engendrer la phase martensitique α' . La limite inférieure de cette **ZAT**₁ correspond à la température de transus β et sa limite supérieure à l'isotherme de fusion **T**_f.

Cette zone claire semble être absente des paramétries **D** et **E** qui sont celles dont la masse linéique est la plus élevée (cf. **Figure V-6** et **Tableau V-6**). Cependant, il semble inévitable qu'une zone affectée dans le domaine β se trouve immédiatement sous le bain. En effet, le profil de température – continu – doit traverser ce domaine délimité par **T**_f et **T**_{β}, soit une plage thermique relativement large (environ 660 °C). L'absence de zone claire visible pour les paramétries **D** et **E** est donc plutôt à attribuer à une attaque chimique trop violente. Pour ces murs-là, on considère donc que la zone « intermédiaire » observée comprend à la fois la **ZAT**₁ et la **ZAT**₂, sans pouvoir les dissocier. Les trois murs restants (**A**, **B** et **C**) nous permettent de conclure que la hauteur de cette **ZAT**₁ augmente avec la puissance (voir **Graphe V-9**).

Quand cette **ZAT**₁ est bien visible, on remarque l'**alternance de bandes claires et sombres** dans le haut du mur (voir **Figure V-4** et **Figure V-5**). Elles correspondent en fait aux couches qui composent le mur, <u>après</u> refusion. Pour mieux comprendre cela, prenons l'exemple de la paramétrie **B**.

Le **Schéma V-4** montre côte à côte la section transversale et longitudinale des dernières couches composant le mur **B**, à même échelle et à même hauteur. Les bandes claires ont été mises en évidence en rouge et les bandes sombres en bleu. Chaque bande correspond en fait à un passage de la buse – *donc à une couche* – et c'est l'alternance du sens de déplacement de la buse qui entraîne les différences de contraste. Les couches claires (en rouge) ont été déposées suivant + X et les couches sombres (en bleu) suivant -X. L'origine de ce contraste après attaque chimique peut s'expliquer par des différences d'orientation cristallographique des grains. En effet, la croissance des grains se développe perpendiculairement au front de solidification qui délimite le bain liquide (ces directions normales à l'enveloppe du bain sont représentées par des flèches jaunes sur le **Schéma V-4**). Comme l'orientation de ce front de solidification change d'une couche à l'autre, les orientations cristallographiques des grains en font de même. Cet effet de l'alternance du sens de dépose des couches sur l'orientation des grains avait été bien illustré par *J. Maisonneuve* (voir **Figure V-7**). Comme on peut le voir, cette distorsion macrostructurale peut être plus ou moins modifiée par traitement thermique. Ce point sera détaillé dans le **Chapitre VII**.



Schéma V-4 : Mur B avec dilution à chaque couche (P1245 V500 Dm10)



Brut de projectionRecuit 730 °C / 2 hRemise en solution 1000 °C / 1 hFigure V-7 : Macrostructure en « zig-zag » observée sur la section (XZ) d'un mur en TA6V de 50
couches de paramétrie P350 V400 Dm3, dans 3 états thermiques différents
d'après (Maisonneuve, 2008)

Intéressons-nous maintenant aux **hauteurs de couches**. Celles-ci peuvent se définir physiquement comme les *écarts entre les limites des refusions obtenues d'un passage à l'autre de la buse*. En régime de construction stationnaire (comme c'est le cas ici en haut des murs de 50 couches), cet écart est égal à la composante **H**_{app} du dernier dépôt. Par ailleurs, les dépôts ont une forme de croissant, comme on peut le voir sur la section transversale du **Schéma V-4**. Les couches sont au plus haut dans le plan médian du mur – celui dans lequel on a obtenu la section longitudinale (XZ). Si maintenant on observe la surface extérieure du mur, chaque couche donne lieu à un ménisque plus bas, ce qui explique le décalage vertical avec les couches observées dans le plan médian.

On note également qu'en vue transversale les couches déposées suivant +X sont plus épaisses et plus larges que celles déposées suivant -X, tandis qu'elles sont de hauteur comparable en vue longitudinale. Cela est dû à la légère variation d'épaisseur d'une couche le long de X. En effet, le bain liquide est plus large et moins haut lorsqu'il se forme aux points de rebroussement. Pour mieux s'en rendre compte, on peut observer ce même mur **B** de l'extérieur, avant découpe (voir **Figure V-8**).



Figure V-8 : Ménisques du mur B (P1245 V500 Dm10) long de 50 mm

On voit nettement que les couches formant des ménisques proéminents à un bord du mur sont celles qui sont plus discrètes au bord opposé – et réciproquement. En milieu de mur, il n'y a pas de prédominance suivant le sens de dépose de la couche. C'est de là que provient la section longitudinale. En revanche, la section transversale a été obtenue près d'un bord, d'où l'alternance de taille constatée sur les couches. Ce phénomène peut s'expliquer par le fait que l'on initie un nouveau bain de fusion à l'endroit même où l'on vient d'en stopper un (point de rebroussement). Le temps de refroidissement entre les deux est égal à la pause programmée (**2 s** dans notre cas), tandis qu'à l'autre bord du mur il s'écoule le temps d'un aller-retour de la buse avant de repasser à l'état liquide (**14 s** pour la paramétrie considérée). Qui dit temps de refroidissement plus court dit température initiale plus élevée lors de la formation d'un nouveau bain liquide – et donc un plus grand étalement de celui-ci.



Figure V-9 : Ménisques d'un mur en paramétrie B (P1245 V500 Dm10) long de 80 mm

Il est intéressant de comparer le mur **B** (de *50 mm* de long) à un mur de paramétrie identique mais long de *80 mm* (voir **Figure V-9**). Il semble que l'effet de prédominance d'une couche sur l'autre ne varie pas avec la longueur déposée. Cela concerne donc uniquement les 20-30 premiers millimètres de projection à partir des points de rebroussement (en paramétrie **B**). Ce phénomène n'apparaissait pas dans les travaux précédents menés dans des domaines de productivité bien plus faibles.



Mur AMur BMur CMur DMur E(P830 V500 Dm10)(P1245 V500 Dm10)(P1660 V500 Dm10)(P1245 V250 Dm10)(P1245 V500 Dm20)Figure V-10 : Ménisques des murs de 50 couches de l'étude, observés entre un bord et le milieu de
chaque mur, en régime stationnaire

Si on observe les cinq murs de l'étude (voir **Annexe B**, p. **305**) on constate que ce phénomène est absent avec les paramétries **A** et **E**, comme illustré sur les sections transversales en **Figure V-11**. Ce sont les murs les moins oxydés en surface (voir **Figure V-10**), pour lesquels la dilution est la plus faible, ce qui correspond aux plus basses valeurs d'énergie massique fournie et de rendement massique obtenu. En revanche, dans le cas de la paramétrie **C** (dont l'énergie massique est la plus élevée), on constate aux points de rebroussement non plus une alternance de ménisques fins et épais, mais uniquement des ménisques très épais. Ceux-ci sont deux fois moins nombreux que le nombre de couches déposées. On en déduit que la dernière couche formée possède une température suffisamment élevée pour repasser entièrement à l'état liquide lors de la formation du bain suivant. Ainsi, chaque début de couche déposée refond entièrement la fin de la précédente dans un même bain liquide. Cela entraîne donc près des bords du mur la formation d'un seul dépôt d'une épaisseur équivalente à deux couches.





Figure V-11 : Murs A (P830 V500 Dm10) - à gauche et E (P1245 V500 Dm20) - à droite

Tous ces effets se retrouvent dans la mesure des dimensions des couches des 5 murs de l'étude en se basant sur les sections transversales (voir **Graphe V-10**). Si on compare au **Graphe V-8**, on voit que les paramétries **B** et **D** entraînent une oscillation périodique forte des valeurs mesurées sur toute la hauteur de construction, contrairement aux paramétries murs **A** et **E** où elle est nettement moins marquée.



Graphe V-10 : Évolution de la hauteur de couche en bord de mur pour chaque paramétrie (à gauche) – Évolution de la largeur de couche en bord de mur pour chaque paramétrie (à droite)

La zone « intermédiaire » – telle qu'on l'a identifiée métallurgiquement sur les murs (voir Annexe C, p. 306) – est comprise entre la ZAT₁ (zone « claire haute » quand elle est visible) et la partie affectée par le substrat (zone « claire basse », détaillée par la suite). La délimitation entre la ZAT₁ et la zone intermédiaire correspond à la température de transus β . Autrement dit, cette limite correspond à la matière consolidée dont la température maximale atteinte lors du dernier cycle thermique était égale à T_β. On avait mis cette limite en évidence sur les profils de température maximale, dans le Schéma V-2 et dans le Schéma V-3. Il faut noter que la température de transus β peut varier suivant la vitesse de chauffe ou de refroidissement. À l'équilibre thermodynamique, T_β est aux alentours de 995°C.

Cette délimitation est importante dans notre analyse métallurgique. Au-dessus de T_{β} , toute histoire microstructurale antérieure a été effacée lors du dépôt de la dernière couche, le matériau ayant subi une remise en solution complète dans le domaine β . En revanche, sous cette limite, il n'y a pas eu d'homogénéisation complète. La microstructure qui s'y trouve est donc le résultat des cycles thermiques successifs subis lors du dépôt des couches suivantes. Elle ne peut <u>plus</u> s'expliquer uniquement par les profils de température maximale induits par le dépôt de la dernière couche.

J. Maisonneuve avait identifié l'existence d'une deuxième zone affectée thermiquement existant sous la **ZAT**₁ mais difficile à repérer en raison de son impact métallurgique plus limité (Maisonneuve, 2008). Cette **ZAT**₂ se forme dans le domaine $\alpha + \beta$, pour les températures inférieures au transus β mais supérieures à la température de début de déstabilisation de la phase α' . Cette température, que l'on note **T**_{dest.\alpha'}, est celle à partir de laquelle on commence à avoir une décomposition de la phase α' . Elle dépend de la vitesse de chauffe. Selon qu'il y ait 3 phases en présence (α , α' , β) ou seulement 2 phases (α et β) après la déstabilisation de la phase α' , la proportion finale de phase α et de phase β sera différente, de même que leur composition.

On observe très nettement dans les murs **B** et **C** la présence d'une alternance régulière de larges bandes claires et de fines bandes sombres. Contrairement aux bandes claires et sombres du haut du mur, leur profil ne correspond pas à celui des couches déposées (courbure <u>inverse</u> à celle des couches, voir **Figure V-12**). Ces effets de bandes avaient été identifiés par *J. Maisonneuve* comme les marques des zones affectées thermiquement, autrement dit les limites successives des **ZAT**₁ correspondant à **T**_β (Maisonneuve, 2008). D'un point de vue microstructural, la différence de contraste au niveau de chaque bande s'explique par un épaississement des lattes de phase **α** (voir **Figure V-13**). Cet effet de bandes a également été observé en DLD dans la littérature (Kobryn, et al., 2003) (Gharbi, 2013) mais également avec le procédé EBM ou le procédé SMD (Baufeld, et al., 2010).



Figure V-12 : Effets de bandes - mur C (P1660 V500 Dm10) : limites des ZR visibles dans la ZAT₁ et limites des ZAT₁ visibles dans la zone intermédiaire, à chaque nouvelle couche déposée



Bande de 150 µm d'épaisseur



Si les bandes contrastées marquent les limites inférieures des ZAT_1 successives, alors elles marquent également la limite supérieure des ZAT_2 successives. On peut même avancer que chaque bande correspond à la partie haute d'une ZAT_2 , qui a été soumise à une température de recuit suffisamment élevée pour déstabiliser totalement et rapidement la phase α' en présence. Ce seuil – que l'on note $T_{dest,\alpha'}^{totale}$ – est proche de T_{β} . Il dépend également de la vitesse de chauffe.

Pour comprendre ce phénomène, on a représenté de manière schématique les profils de température maximale atteinte suivant la hauteur Z dans le mur, à un moment donné (voir **Schéma V-5**). La zone de mur représentée est celle montrée en **Figure V-12**. Les profils de température tracés sont ceux engendrés suite au dépôt des 5 dernières couches du mur de 50 couches. Pour chacun des profils, il y a apparition d'une **ZAT**₂ dans la zone du mur qui a atteint <u>lors de la chauffe</u> une température comprise entre $T_{dest.\alpha'}$ et T_{β} (d'après le **Graphe V-7**).

À l'intérieur même de cette ZAT_2 , une zone a atteint <u>lors de la chauffe</u> une température comprise entre $T_{dest,\alpha'}^{totale}$ et T_{β} , lui permettant de décomposer entièrement et rapidement la phase martensitique α' . Ainsi, cette zone présente après refroidissement une microstructure uniquement $\alpha+\beta$. La disparition de α' permet aux lamelles α de croître significativement. Ce grossissement explique la différence de contraste observable sur les clichés (cf. Figure V-13). Il y a donc une distribution de phases sur la hauteur de chaque ZAT_2 : le haut est composé des phases $\alpha+\beta$ et le bas des phases $\alpha'+\alpha+\beta$, avec une proportion de phase α' croissante en descendant.

Les ZAT_2 se forment à partir des limites de ZAT_1 successives, espacées d'une hauteur équivalente à la hauteur de matière apportée par chaque nouvelle couche (H_{app}). Pour une hauteur de couche suffisante, les profils de température générés chaque nouveau dépôt sont assez espacés pour que certaines zones du mur ne connaissent pas de décomposition totale de la phase α' à la chauffe. – Autrement dit, il n'y a pas chevauchement des bandes de microstructure $\alpha+\beta$ des ZAT_2 successives (voir Schéma V-5). Chaque nouveau dépôt se traduit donc par la formation d'une bande sombre de microstructure $\alpha+\beta$ en alternance avec la microstructure $\alpha'+\alpha+\beta$. du reste des ZAT_2 .



Schéma V-5 : Représentation simplifiée des conditions d'apparition d'un effet de bandes sombres et claires dans un mur monocordon de 50 couches

V.4.6 Zone claire basse : effet de pompage thermique du substrat

En bas du mur, on voit apparaître une autre zone claire de hauteur variable : elle diminue avec la puissance mais semble être peu modifiée par la vitesse ou le débit massique (cf. **Graphe V-9** et **Annexe D**, p. **307**). Cette zone marque le domaine thermique transitoire (cf. **Graphe V-4**), c'est-à-dire la zone du mur dans laquelle la dissipation de calories par conduction vers le substrat a un effet significatif. Cette influence est d'abord géométrique : lors de la solidification, les premières couches du mur voient leurs dimensions évoluer rapidement (cf. **Graphe V-8**).

Par la suite, cette influence est purement microstructurale : l'effet de pompage thermique du substrat maintient dans le bas du mur soit une vitesse de refroidissement encore suffisemment élevée, soit une température inférieure à $T_{dest.\alpha'}$. De la sorte, la phase martensitique trempée α' n'a pas le temps ou ne peut être déstabilisée lors des cycles thermiques successifs, et ce quel que soit le nombre de couches déposées ensuite.

Cette zone claire basse présente donc une microstructure monophasée α ' comme la zone claire haute, mais les phénomènes thermiques responsables de cette microstructure ne sont pas les mêmes. Ainsi, l'évolution de la microstructure sur la hauteur d'un mur ne peut pas s'expliquer uniquement par un profil de température puisque la vitesse de refroidissement joue un rôle majeur dans les premières couches (domaine transitoire). D'un point de vue macrostructural, cette zone claire basse présente une morphologie de grains principalement équiaxe sauf sur les deux premières couches du mur dans lesquelles on constate une structure colonnaire fine – probablement engendrée par un gradient thermique élevé en début de construction et une faible vitesse de solidification (voir **Annexe D**, p. **307**).

Sur la paramétrie **E** (avec la plus faible énergie massique **Em**), l'absence de dilution entraîne une discontinuité visible de la microstructure des deux premières couches – comme s'il s'agissait d'un empilement de cordons indépendants. En revanche, les autres paramétries montrent une dilution de couche en couche.

V.4.7 Zone affectée thermiquement du substrat

Le substrat non affecté – identique pour tous les murs – montre des grains α allongés bordés d'un liseré de phase β intergranulaire, dûs à la mise en forme de la tôle de TA6V par laminage (voir **Annexe D**, p. **307**). En revanche, la zone affectée présente des différences selon la paramétrie considérée. En remontant vers la surface du substrat, on observe tout d'abord une microstructure duplex $\alpha+\beta$ d'un substrat non affecté. Puis la phase β intergranulaire se transforme en $\alpha+\beta$ lamellaire en quantité d'autant plus grande que l'énergie massique est importante.

Pour une valeur de **Em** trop faible (paramétrie **E**), cette modification de la phase β de la ZAT en une microstructure lamellaire $\alpha+\beta$ n'apparaît pas, mais on constate à la place une microstructure fine aciculaire α' . La microstructure de la ZAT dépend donc de l'énergie massique : elle est α' aciculaire à faible **Em** sans dilution dans le substrat (paramétrie **E**), puis $\alpha+\beta$ lamellaire avec une épaisseur de latte α qui augmente avec **Em**, cette fois avec dilution dans le substrat.

V.4.8 Défauts constatés

Seul le mur **E** (à faible **Em**) présentait des défauts de construction (le plus souvent des pores à l'interface de deux couches superposées). Ceux-ci étaient clairement liés à un manque de dilution entre les couches (voir **Figure V-14**). Ces défauts peuvent également survenir lors de la fabrication de murs épais multi-cordons comme constaté par *C. Qiu*, qui confirme la nécessité d'avoir une énergie massique suffisante (donc **P** élevée et un **Dm** réduit) pour minimiser la porosité entre couches (Qiu, et al., 2015).



A) Manque de liaison entre couches - *Mur E (vue YZ)*



D) Manque de fusion Mur E (vue XZ - X1000)



B) Manque de liaison entre couches - *Mur E (vue XZ)*



E) Porosité de gaz occlus *Mur E (vue XZ - X3000)*



C) Manque de liaison entre couches - *Mur E (vue XZ - X200)*



F) Porosité Mur E (vue XZ - X3000)

Figure V-14 : Défauts de fabrication constatés dans le mur E (P1245 V500 Dm20)

V.4.9 Tableau de synthèse des observations comparatives

<u>Paramétrie</u> Murs monocordon 50 couches						
		Α	В	С	D	Ε
P (W)		830	1245	1660	1245	1245
V(mm/min)		500	500	500	250	500
Dm (g/min)		10	10	10	10	20
El (J/mm)		99.6	149.4	199.2	298.8	149.4
Em (J/g)		4.98E+03	7.47E+03	9.96E+03	7.47E+03	3.74E+03
Ml (g/mm)		0.02	0.02	0.02	0.04	0.04
R _{mf}		66.10 %	86.77 %	97.26 %	93.02 %	79.59 %
Dv instantané (cm ³ /h)		89.7	117.8	132.0	126.3	216.1
Happ (mm) moven		0.902	0.885	0.786	1.522	1.833
Lapp (mm) moven		3.73	4.90	6.29	6.12	4.50
reapp		0.242	0.181	0.125	0.249	0.407
Dernière couche	Grains	Équiaxe	Équiaxe <i>moyenne</i>	Équiaxe <i>moyenne</i>	Équiaxe	Équiaxe
(bain liquide)	Phases	α'	α'	α'	α'	α'
Zone claire haute	Grains	Équiaxe	Colonnaire	Colonnaire large	Équiaxe <i>large</i>	Équiaxe
(ZAT_1)	Phases	α'	α'	α'	-	-
Zone	Grains	Équiaxe	Colonnaire	Colonnaire large	Équiaxe <i>large</i>	Équiaxe
intermédiaire (ZAT 2 superposées)	Phases	$\alpha' + \alpha + \beta$	$\alpha' + \alpha + \beta$ et $\alpha + \beta$ dans les bandes sombres	$\alpha' + \alpha + \beta$ et $\alpha + \beta$ dans les bandes sombres	α' + α + β	α' + α + β
Zone claire basse (Domaine	Grains	Principalement équiaxe	Principalement équiaxe	Colonnaire <i>fine</i> (< 1 mm de large)	Principalement équiaxe	Colonnaire <i>moyenne</i> (< 2 mm de large)
transitoire)	Phases	α'	α'	α'	α'	α'
Substrat affecté	Grains	Équiaxe <i>fine</i> (< 100 μm)	Équiaxe <i>fine</i> (< 100 μm)	Équiaxe <i>fine</i> (< 100 μm)	Équiaxe <i>fine</i> (< 100 μm)	Équiaxe <i>fine</i> (< 100 μm)
(ZAT substrat)	Phases	α + β+ α'	α + β	α + β	α + β	α'

Tableau V-7 : Synthèse des mesures et observations sur les murs considérés

On a comparé 5 murs monocordons construits à même nombre de couche mais pour différentes paramétries, dans des domaines de productivité bien plus élevés que dans les travaux antérieurs de *J. Maisonneuve* (débit volumique de construction compris entre 90 et 216 cm³/h).

Le choix de ces paramétries s'est avéré pertinent puisqu'elles ont permis de générer des macrostructures variées. On a montré que le critère qui expliquait le mieux ces différences était l'énergie massique. L'augmentation de **Em** entraîne un grossissement des grains, ainsi qu'un passage d'une morphologie équiaxe (**Em** = 5 kJ/g) à une morphologie colonnaire suivant la direction de construction, traversant plusieurs dizaines de couches (**Em** = 10 kJ/g). En revanche, une énergie massique trop faible (< 4 kJ/g) ne permet pas une bonne dilution, ce qui se traduit par des porosités et des manques de fusion entre les couches. S'il y a présence de grains colonnaires, leur hauteur ne dépasse jamais celle des couches.

En réutilisant les indices métallurgiques de *J. Maisonneuve*, on a retrouvé des résultats similaires. Ainsi, on observe dans la partie haute des murs une zone monophasée α ' dont la hauteur peut atteindre plusieurs dizaines de couches. Il s'agit de la **ZAT**₁, dont la température lors de la fabrication était supérieure à T_B. Sur cette zone, des bandes de contrastes différents apparaissent après attaque chimique. Elles traduisent les changements du sens de balayage de la buse.

Sous cette première zone affectée thermiquement, de grande dimension, les transformations métallurgiques des couches successives deviennent moins apparentes en microscopie optique, le matériau n'étant plus recuit au-delà de la température de transus β . On peut observer la formation d'une deuxième ZAT, à chaque couche, qui traduit une déstabilisation de α' en $\alpha+\beta$, partiellement ou en totalité. Par couche, cette **ZAT**₂ est de faible épaisseur (< 1 mm), parfois moins élevée que la hauteur de matière apportée lors du dépôt en haut du mur. Elle est alors constituée d'une bande sombre ($\alpha+\beta$) et d'une bande claire ($\alpha'+\alpha+\beta$). Ainsi, une hétérogénéité microstructurale s'installe dans la partie centrale des murs. Pour un nombre total de couche donné, la hauteur de cette zone intermédiaire dépend de la paramétrie considérée.

Enfin, on a mis en évidence l'impact significatif que pouvaient avoir les paramétries à forte énergie massique sur le nombre de couches nécessaire (suivant Z) avant de stabiliser la géométrie du bain – et donc les dimensions de la matière consolidée. De plus, lors du dépôt d'un même cordon (suivant X), la longueur avant stabilisation de la géométrie peut atteindre plusieurs dizaines de mm à partir des points de rebroussement. Pour limiter cet effet, il serait donc nécessaire d'utiliser une énergie massique plus faible aux points de rebroussement. Le contrôle du débit massique de poudre n'ayant pas la réactivité ni la précision nécessaire, cela passe nécessairement par une modulation de la puissance laser. On peut par exemple envisager de programmer une rampe de montée de la puissance laser lors de chaque activation, au lieu d'un échelon comme c'était le cas dans notre étude.

On remarque également qu'une forte valeur d'énergie massique entraîne un agrandissement du domaine d'instabilité en bas de mur, dans lequel la largeur de cordon peut nécessiter jusqu'à 30 couches avant de se stabiliser. *A contrario*, la hauteur de la zone claire basse souligne la présence d'un domaine thermique transitoire qui semble diminuer avec l'énergie massique.

Bibliographie du chapitre

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

Baufeld, B., Van der Biest, O. et Gault, R. 2010. Additive manufacturing of Ti–6Al–4V components by shaped metal deposition: Microstructure and mechanical properties. *Materials and Design.* 2010, Vol. 31, pp. S106-S111.

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. 63, 12, pp. 1025–1058.

Combres, Y. 1999. Propriétés du titane et de ses alliages. <u>*Techniques de l'ingénieur.*</u> M 557, 1999.

Combres, Y. 2010. Propriétés du titane et de ses alliages. *<u>Techniques de l'ingénieur</u>*. M 4780, 2010.

Combres, Y. 2013. Traitements thermiques des alliages de titane. <u>*Techniques de l'ingénieur.*</u> M 1335, 2013.

Crespo, A. 2010. *Mathematical Simulation of Laser Powder Deposition Applied to the Production of Prostheses and Implants of Ti and Ti-6Al-4V.* Instituto Superior Técnico. Lisbonne : Universidade Técnica De Lisboa, 2010. <u>Thèse de doctorat</u>.

Donachie, M.J. Jr. 1984. Titanium. in : <u>Metals Handbook - Desk Edition</u>., H.E. Boyer et T.L. Gall. 1984.

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

Gharbi, M. 2013. États de surface de pièces métalliques obtenues en Fabrication Directe par Projection Laser (FDPL) - Compréhension physique et voies d'amélioration. <u>Thèse de doctorat</u>. Arts&Métiers-Paristech, 2013.

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. ed. J.R. Davis, in : <u>ASM Handbook –</u> <u>Properties and Selection : Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials</u>. 10ème. ed., ASM International, 1990, Vol. 2, pp. 592-633.

Longuet, A. 2010. *Modélisation du procédé de projection laser – Application au TI-6Al-4V.* <u>Thèse de doctorat</u>, MINES-ParisTech, 2010.

Maisonneuve, J. 2008. *Fabrication directe de pièces aéronautiques en TA6V et IN718 : projection et fusion sélective par laser.* <u>Thèse de doctorat</u>, MINES-ParisTech, 2008.

Marion, G., 2016. *Modélisation de procédés de fabrication additive de pièces aéronautiques et spatiales en Ti-6Al-4V par projection laser et fusion sélective d'un lit de poudre par laser : Approche thermique, métallurgique et mécanique.* <u>Thèse de doctorat</u>, MINES-Paristech, 2016.

Metonorm. 2016. Fiche technique Ti6Al4V - TA6V grade 5. *Metonorm.* [En ligne] 2016. http://www.metonorm.com/content/fr/Fiches-normes/1455/Ti6Al4V__TA6V_GRADE_5/.

Qiu, Chunlei, Ravi, G.A., et al. 2015. Fabrication of large Ti–6Al–4V structures by direct laser deposition. *Journal of Alloys and Compounds.* 2015, Vol. 629, pp. 351-361.

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.* <u>Thèse de doctorat.</u> MINES-ParisTech, 2011.

Vinson, P. 2015. Fabrication rapide et directe de pièces aéronautiques et spatiales au moyen d'un procédé additif et innovant - la fusion sélective par laser de lits de poudre métallique. <u>Thèse de doctorat</u>. MINES-Paristech, 2015.

Wood, R.A. et Favor, R.J. 1972. *<u>Titanium Alloys Handbook</u>*. Metals and Ceramics Information Center. 1972.

Table des illustrations du chapitre

Figures

Graphes

Graphe V-1 : Cristallographie du titane pur	165
Graphe V-2 : Diagramme pseudo-binaire et structures potentielles des familles d'alliag	es de titane
Graphe V-3 : Évolution typique de la température en fonction du temps d'un point situé au	milieu d'une
couche d'un mur monocordon	
Graphe V-4 : Évolution de la température en fonction du temps pour un point sur l'a	xe central à
différentes hauteurs d'un mur construit en paramétrie P350 V400 Dm3	174
Graphe V-5 : Diagramme schématique des transformations de phases du TA6V	/ lors d'un
refroidissement continu supérieur à 1.5° C/s après remise en solution dans le domaine β	
Graphe V-6 : Cycles thermiques et transformations métallurgiques associées suite à	un premier
refroidissement depuis le domaine L ou le domaine $\boldsymbol{\beta}$ avec une vitesse de refroidiss	ement lente
(< 410 °C/s)	
Graphe V-7 : Cycles thermiques et transformations métallurgiques associées suite à	un premier
refroidissement depuis le domaine L ou le domaine β avec une vitesse de refroidissement	ment rapide
(> 410 °C/s)	178

Schémas

Schéma V-1 : Scénarios d'évolution métallurgique du TA6V en construction multicouche	175
Schéma V-2 : Profil de température le long de l'axe de construction d'un mur, tracé à partir o	des indices
métallurgiques	
Schéma V-3 : Profil de température le long de l'axe de construction d'un mur, selon	un modèle
thermique calculé par simulation numérique	
Schéma V-4 : Mur B avec dilution à chaque couche (P1245 V500 Dm10)	
Schéma V-5 : Représentation simplifiée des conditions d'apparition d'un effet de bandes s	sombres et
claires dans un mur monocordon de 50 couches	

Tableaux

Tableau V-1 : Abréviations utilisées dans le Chapitre V	163
Tableau V-2 : Notations utilisées dans le Chapitre V	164
Tableau V-3 : Composition massique de l'alliage TA6V	166
Tableau V-4 : Propriétés physiques et mécaniques du TA6V	167
Tableau V-5 : Avantages et inconvénients des microstructures des alliages quasi- α et α + β	171
Tableau V-6 : Paramétries des murs monocordons de 50 couches de l'étude	179
Tableau V-7 : Synthèse des mesures et observations sur les murs considérés	194

SECONDE PARTIE

RECYCLAGE DES POUDRES EN DLD



Chapitre VI Étude du recyclage des poudres de TA6V

<u> Résumé :</u>

Les poudres utilisées en DLD ont un coût élevé. Il y a donc un intérêt économique certain à pouvoir réutiliser la poudre projetée qui n'a pas été consolidée. Comme les poudres ont un impact fort sur la mise en œuvre du procédé et la qualité de la pièce finale, il est important de déterminer au préalable dans quelle mesure un recyclage est possible. C'est l'objectif de ce chapitre.

On commencera par rappeler brièvement certaines caractéristiques des poudres atomisées et leur influence sur le procédé DLD. On définira ensuite une méthodologie complète pour étudier plusieurs niveaux de recyclage des poudres de TA6V, en justifiant les choix retenus. On détaillera les conditions opératoires appliquées lors de la phase expérimentale de l'étude.

On analysera ensuite les résultats en trois parties. Dans la première, on dressera un bilan quantitatif de l'influence du recyclage sur des critères économiques (consommation de poudre, taux de recyclage, rendement massique de fusion...). En seconde partie, on comparera la poudre neuve à celle issue des différents niveaux de recyclage, sur la base de critères « physiques » (taille, morphologie, porosité, écoulement...). Dans une troisième partie, on étudiera l'influence du recyclage sur des critères « chimiques » (microstructure, oxydation, contamination...). On analysera également la poudre non recyclée en la classant en plusieurs catégories dont on expliquera l'origine.

Sommaire du chapitre

Chapitre VI	Étude du recyclage des poudres de TA6V	201
Sommaire du	chapitre	
Nomenclature	e du chapitre	
VI.1 Introduct	ion	
VI.2 Métallura	tie des poudres	
VI.2.1 Élabora	tion des poudres par atomisation	
VI.2.2 Caracté	risation des poudres de TA6V atomisées	
VI.2.3 Influence	ce des propriétés des poudres utilisées en projection laser	
VI.2.4 Défauts	rencontrés	
VI.3 Démarch	e de l'étude du recvclage	210
VI.3.1 Démarc	he globale	210
VI.3.2 Constru	ctions pour caractérisation mécanique	211
VI.3.3 Constru	ctions pour récupération de poudre	
VI.3.4 Déroule	ment d'un cycle et variables de productivité	216
VI.3.5 Estimat	ion de la quantité de poudre initiale nécessaire	219
VI.3.6 Condition	ons opératoires	219
VI.4 Résultats	des essais de recyclage	
VI.4.1 Déroule	ment et bilan des essais	221
VI.4.2 Bilan m	assique des poudres	
VI.4.3 Notation	n des lots de poudre considérés	225
VI.5 Compara	ison des poudres neuves et recyclées – aspects physiques	226
VI.5.1 Étude m	norphologique et granulométrique	226
VI.5.2 Étude d	e la densité et de la porosité	237
VI.5.3 Étude d	e l'écoulement	238
VI.6 Compara	ison des poudres neuves et recyclées – aspects chimiques	240
VI.6.1 Étude m	nicrostructurale	240
VI.6.2 Étude d	e la composition chimique de la poudre et des phases en présence	247
VI.6.3 Étude d	es transformations de phases et d'état	252
VI.6.4 Microdu	ıreté	252
VI.7 Conclusio	n du chapitre	253
Bibliographie	du chapitre	255
Table des illus	strations du chapitre	256

Nomenclature du chapitre

Abréviation	Signification		
ATD	Analyse Thermique Différentielle		
BSE	MEB utilisé en mode électrons rétrodiffusés (B ack S cattered E lectrons)		
DLD	Direct Laser Deposition (Dépôt Direct par Laser)		
FALAFEL	Fabrication Additive par LAser et Faisceau d'ELectrons		
LENS	Laser Engineered Net Shaping		
MEB	Microscopie Électronique à Balayage		
МО	Microscopie O ptique		
PFP	Point Focal Poudre		
SE	MEB utilisé en mode électrons secondaires (Secondary Electrons)		
SLM	Selective Laser Melting		
ST	Sens Transversal (= perpendiculaire aux couches)		
TA6V	Appellation usuelle de l'alliage de titane Ti-6Al-4V		
WDS	Wavelenght Dispersive Spectroscopy (Spectroscopie à dispersion de longueur d'onde)		

Tableau VI-1 : Abréviations utilisées dans le Chapitre VI

Notation	Unité	Description	
séquence i m _{minimum}	g	Masse minimum de poudre pour démarrer une séquence i	
d ₁₀	μm	Diamètre équivalent tel que l'ensemble des particules de taille inférieure représentent 10 % du volume cumulé de matière	
d 50	μm	Diamètre équivalent tel que l'ensemble des particules de taille inférieure représentent 50 % du volume cumulé de matière	
d 90	μm	Diamètre équivalent tel que l'ensemble des particules de taille inférieure représentent 90 % du volume cumulé de matière	
Défoc l	mm	Défocalisation laser = distance entre le plan de travail et le point focal laser	
Défoc _P	mm	Défocalisation poudre = distance entre le plan de travail et le point focal poudre	
Dm	g/min	Débit massique de poudre en sortie de buse	
Happ	mm	Hauteur de la zone apportée lors d'un dépôt (= cordon)	
HV	HV	Dureté Vickers	
Ic	-	Indice de Carr	
I _H	-	Indice d'Hausner	
Lcordon	mm	Longueur d'un cordon	
m ₀	g	Masse de poudre présente dans le distributeur en début de cycle	
M à tamiser	g	Masse de poudre mise à tamiser	
m ajout	g	Masse de poudre ajoutée dans le distributeur en début de cycle	
m caractérisation	g	Masse de poudre minimum requise pour caractérisation	
m _{const+substrat}	g	Masse de l'ensemble construction + substrat	
mconstruction	g	Masse de la construction seule	
m fonctionnement	g	Masse de poudre minimale pour alimenter la machine	
m fondue	g	Masse de poudre consolidée lors d'une fabrication	
M infondue	g	Masse de poudre non consolidée lors d'une fabrication	
m _{murs}	g	Masse de poudre fondue lors du premier cycle de chaque séquence	
m pertes machine	g	Masse de poudre perdue lors de la fabrication	
M projetée	g	Masse totale de poudre projetée durant une fabrication	

Notation	Unité	Description
M récupérée	g	Masse de poudre récupérée dans l'enceinte de fabrication
mrecyclée	g	Masse de poudre recyclée après tamisage
m refusée	g	Masse de poudre refusée lors du tamisage
mrestante	g	Masse de poudre restante dans le distributeur en fin de cycle
m substrat	g	Masse du substrat seul
Ncordons/couche	-	Nombre de cordons par couche
Ncouches	-	Nombre total de couches d'une pièce
Øtamis	mm	Diamètre passant maximum du tamis (pour une particule sphérique)
Р	W	Puissance du faisceau laser incident
RO	-	Poudre neuve
R1	-	Poudre recyclée 1X
R2	-	Poudre recyclée 2X
R3	-	Poudre recyclée 3X
R _m	-	Rendement massique (incluant les temporisations)
R _{mf}	-	Rendement massique de fusion par pesée
RN	-	Poudre neuve (ni tamisée ni étuvée)
span	μm	Largeur de distribution par rapport à la taille moyenne
TO	-	Refus de tamisage de la poudre neuve
T11	-	Refus de tamisage après le cycle 1 de la séquence 1
T12	-	Refus de tamisage après le cycle 2 de la séquence 1
T21	-	Refus de tamisage après le cycle 1 de la séquence 2
T22	-	Refus de tamisage après le cycle 2 de la séquence 2
T31	-	Refus de tamisage après le cycle 1 de la séquence 3
T32	-	Refus de tamisage après le cycle 2 de la séquence 3
T41	-	Refus de tamisage après le cycle 1 de la séquence 4
Tf	°C	Température de fusion du TA6V
t _{fab}	h	Temps total de fabrication d'une pièce
tfusion	min	Temps total de fusion de matière par le laser durant une fabrication
tfusion/cordon	min	Temps de fusion d'un cordon
tprojection	min	Temps total de projection de poudre durant une fabrication
ttempo	S	Temporisation après lasage d'un motif élémentaire
ttempo total	min	Somme de toutes les temporisations durant une fabrication
Τβ	°C	Température de transus bêta
V	mm/min	Vitesse de déplacement de la buse (= vitesse de balayage du faisceau laser)
WD	mm	Distance de travail (Working Distance) entre le plan de travail et la buse
α	-	Phase alpha du titane
α'	-	Phase martensitique alpha prime
β	-	Phase bêta du titane
ΔΖ	mm	Incrément de montée de la buse à chaque couche
ρ τα6ν	g/cm ³	Masse volumique du TA6V
Trécupération	-	Taux de récupération de poudre non fondue après fabrication
Trecyclage	-	Taux de recyclage de la poudre mise à tamiser
τ ^{rséquence}	-	Taux de recyclage global par séquence

Tableau VI-2 : Notations utilisées dans le Chapitre VI

VI.1 Introduction

La possibilité de recycler les poudres non fondues est l'un des axes d'étude du projet, en raison de son enjeu économique. En effet, les poudres utilisées coûtent entre 200 et 300 €/kg pour le TA6V et ne sont actuellement pas réutilisées. Cet alliage de titane – le plus commercialisé – est avide d'oxygène et sensible à l'hygrométrie, en particulier sous forme pulvérulente et lors de montées en température. Ces contaminations, parmi d'autres facteurs, ont un impact significatif sur les propriétés mécaniques des pièces construites. Ces propriétés d'usage sont le critère d'acceptation principal des pièces construites.

Pour ces différentes raisons, l'alliage TA6V est un excellent candidat pour étudier l'influence du recyclage en DLD. On a donc mené une étude dans le but de connaître les effets du recyclage sur les caractéristiques mécaniques, topographiques et métallurgiques des pièces. La projection s'est faite sous protection gazeuse globale (argon) comme cela doit être le cas pour toute projection de TA6V par DLD dans une démarche industrielle. Une étude similaire a également été menée par *P. Vinson* sur le procédé SLM (Vinson, 2015).

Dans le cadre de ces travaux de thèse et du projet FALAFEL, l'étude du recyclage présente plusieurs objectifs, répartis sur deux chapitres. Le présent chapitre (<u>Chapitre VI</u>) se focalise sur l'aspect « poudre » – le cœur de l'étude du recyclage. Il traitera des objectifs suivants :

- Définir une méthodologie de recyclage permettant d'obtenir de la poudre recyclée jusqu'à 3 fois.
- Caractériser l'influence du recyclage sur le comportement du procédé, dans les conditions opératoires choisies (rendement massique de fusion, consommation de poudre, taux de recyclage, stabilité des dépôts).
- Caractériser l'influence du recyclage sur les poudres utilisées (taille moyenne, répartition granulométrique, morphologie, écoulement, masse volumique apparente ou porosité, structure cristalline, composition chimique globale, contamination, ségrégation chimique, transformations de phases, microstructure (phases, grains)).

Le chapitre suivant (**Chapitre VII**) se concentrera sur les propriétés mécaniques obtenues en DLD à partir des poudres neuves et recyclées. Il traitera les objectifs suivants de l'étude :

- Caractériser l'influence du recyclage sur les pièces construites (microstructures générées, propriétés mécaniques).
- Caractériser l'impact de traitements thermiques sur les pièces obtenues à partir de poudre recyclée (microstructures générées, propriétés mécaniques).

VI.2 Métallurgie des poudres

VI.2.1 Élaboration des poudres par atomisation

Une poudre est définie comme un ensemble de solides dont les dimensions sont habituellement inférieures au millimètre (Eudier, 1994). L'élaboration des poudres peut se faire par diverses méthodes : chimiques, électrolytiques, mécaniques et par atomisation (sous eau ou gaz). Cette dernière voie est celle par laquelle ont été mises en forme les poudres de TA6V de notre étude. L'atomisation consiste à désintégrer un écoulement de métal liquide surchauffé à l'aide de jets de gaz à grande vitesse sous pression. Cela engendre de très fines gouttelettes qui se solidifient ensuite sous forme de poudre de diverses granulométries (voir **Schéma VI-1**). Les dimensions des particules et leur morphologie dépendent du temps de solidification, du temps de sphéroïdisation et du temps de vol avant de heurter les parois de la chambre d'atomisation (Barralis, et al., 2002). Le TA6V étant très réactif vis-à-vis de l'oxygène, cette chambre est placée sous vide ou sous gaz inerte.



Schéma VI-1 : Principe de l'atomisation au gaz d'un métal d'après (Masounave, et al., 1987) (German, 1994)



Figure VI-1 : Poudre de TA6V atomisée (observée au MEB en mode SE, en grandissement x50 à gauche, x300 au milieu et x1000 à droite)

VI.2.2 Caractérisation des poudres de TA6V atomisées

La métallurgie des poudres dispose de nombreux critères pour caractériser une population de particules. On utilisera notamment les critères suivants (Castel, 1995) (Saleh, et al., 2009) :

La **distribution en taille** d'une population de particules, aussi appelée répartition granulométrique, décrit de manière statistique la répartition de ces particules selon leur diamètre. Cette répartition peut être étudiée en volume ou en nombre. Cette approche fait l'hypothèse que les particules sont parfaitement sphériques et uniformément denses.

L'analyse de la distribution en taille permet d'obtenir un diamètre médian de particule, d_{50} (µm) ainsi que le resserrement granulométrique (ou *span*) autour de cette valeur. Celui-ci traduit l'étalement de la population de particules. Dans notre cas, on le calcule en faisant appel au premier décile d_{10} (µm) et au dernier décile d_{90} (µm).

$$span = \frac{d_{90} - d_{10}}{d_{50}}$$
 VI-1

<u>Remarque</u> : l'appellation courante « *granulométrie* » est également employée pour parler de *répartition granulométrique*, bien qu'elle désigne au sens strict l'évaluation plutôt que ses résultats.

La détermination de la **morphologie** des particules peut se faire qualitativement (« sphéroïdale », « allongée », etc.) ou de manière plus précise à l'aide de critères chiffrés (facteur de forme, facteur de sphéricité).

La **porosité** est la proportion de vide (en volume) d'une particule (*porosité intra-particulaire*) ou bien d'un agglomérat (*porosité inter-particulaire*). Il existe deux types de porosités intra-particulaires : les porosités *ouvertes* (débouchantes) et les porosités *fermées*, qui peuvent être par exemple du gaz piégé dans la particule (gaz occlus lors de l'atomisation).

La **coulabilité** d'une poudre est une propriété importante qui intervient quelle que soit l'application qui est faite de la poudre. Elle varie avec la morphologie des particules, leur distribution granulométrique, leurs propriétés électrostatiques, leur éventuelle oxydation, leur niveau d'humidité...

Le **Tableau VI-3** liste quelques-unes des caractérisations possibles des poudres ainsi que les techniques associées et leurs références normatives. Les détails des moyens et des conditions d'obtention seront précisés ultérieurement, juste avant les résultats correspondants (dans les sections **VI.5** et **VI.6**).

Conastánistique	Critàno	Mayon d'évoluction	Références normatives		
Caracteristique	Critere	Moyen a evaluation	ASTM	ISO	EN
Densité apparente	ρ _{app} (g/cm ³)	Entonnoir de Hall	B212	3923/1	3923
Densité apparente	ρ _{app} (g/cm ³)	Carney apparatus	B417	3923/1 4490	4490
Densité apparente	ρ_{app} (g/cm ³)	Arnold meter	B703		
Densité apparente	ρ_{app} (g/cm ³)	Volumètre de Scott	B329	3923/2	
Densité tassée	ρ tassée (g/cm ³)		B527	3953	3953
Densité vraie	ρ vraie (g/cm ³)	Picnomètre à gaz	B293	12154	
Distribution granulométrique	d10, d50, d90 (µm)	Diffraction optique	B822	13320 24370	
Surface spécifique	$Sv(m^2/g)$	Perméabilité à l'air		10070	196-6
Taille et forme			B822	13322	
Taille moyenne des particules	d 50 (μm)	Fischer subsieve sizer	B330 C72	10070	
Vitesse d'écoulement	Temps de chute pour 50 g (s)	Entonnoir de Hall	B213	4490	4490

Tableau VI-3 : Méthodes et protocoles normalisés de mesure de certaines caractéristiques de la poudre

d'après (Colin, 2014)

VI.2.3 Influence des propriétés des poudres utilisées en projection laser

Les caractéristiques de la poudre utilisée ont un impact fort sur le procédé DLD (voir **Tableau VI-4**). Par exemple, il est constaté que sa taille moyenne influe sur la stabilité du bain, le rendement de fusion et la rugosité des surfaces libres de la pièce (Maisonneuve, 2008). Sa morphologie joue plutôt sur son écoulement à travers le distributeur et la buse et sa répartition granulométrique influe sur l'homogénéité du faisceau de poudre. La granulométrie de la poudre utilisée avec la machine de l'étude (Optomec LENS 850R) est idéalement comprise entre $45\mu m$ (d10) et $75\mu m$ (d90).

Propriétés / caractéristiques	Influence sur le procédé DLD
Propriétés thermo-physiques et optiques	Rendement énergétique
Taille moyenne	Rugosité / épaisseur des parois
Répartition granulométrique	Homogénéité du faisceau de poudre
Morphologie	Qualité de l'écoulement dans le distributeur et à travers la buse
Éventuelle contamination	Porosité et inclusions

Tableau VI-4 : Influence des poudres utilisées en DLD d'après (Colin, 2014)

VI.2.4 Défauts rencontrés

La poudre métallique élaborée par atomisation gazeuse peut présenter plusieurs défauts intrinsèques : gaz occlus, satellites, agglomérats, particules difformes et éclaboussures (« splashs »). Ces défauts sont illustrés en **Figure VI-2**. Une présentation plus exhaustive des défauts rencontrés sera faite lors de l'étude des poudres recyclées, à la section **VI.5**.



Figure VI-2 : Exemples de défauts rencontrés dans les poudres métalliques issus d'atomisation (poudre de TA6V TLS 45-75 µm, observée au MEB en mode SE)

VI.3 Démarche de l'étude du recyclage

VI.3.1 Démarche globale



Schéma VI-2 : Démarche globale de l'étude du recyclage

On souhaitait construire des pièces en DLD à partir de poudre neuve puis à partir de 3 niveaux de recyclage de cette même poudre. Pour cela, on a travaillé en 4 séquences successives, chacune correspondant à une utilisation de la poudre. Ainsi, la séquence 1 utilise de la poudre neuve et permet d'obtenir de la poudre recyclée 1X. Cette poudre recyclée 1X est consommée durant la séquence 2 pour récupérer de la poudre recyclée 2X, et ainsi de suite. La poudre alimentant chaque séquence n'a pas été diluée avec de la poudre neuve ou d'un niveau de recyclage plus faible. On a ainsi souhaité maximiser la dégradation de la poudre suite à son utilisation dans la machine. Cela permet d'accélérer l'apparition d'un éventuel abattement des propriétés mécaniques des pièces fabriquées avec de la poudre se décomposent elles-mêmes en cycles de fabrication.

Chaque séquence doit au minimum permettre d'obtenir des pièces destinées à la caractérisation mécanique. Afin de s'assurer d'avoir une quantité suffisante de poudre pour ce faire, c'est le premier cycle de chaque séquence qui est dédié à ces constructions. Une fois celles-ci produites, les cycles suivants de chaque séquence ont pour but d'obtenir de la poudre destinée au recyclage, à savoir de la poudre n'ayant pas été fusionnée lors des fabrications. La quantité de poudre récupérée n'est pas connue d'avance ; chaque séquence contient autant de cycle qu'il est possible d'obtenir, jusqu'à épuisement de toute la poudre disponible. Toute la poudre recyclée issue de tous les cycles (hormis le premier) est mélangée pour alimenter la séquence suivante. L'agencement des séquences et des cycles de fabrication est donné en **Schéma VI-2**.

VI.3.2 Constructions pour caractérisation mécanique

VI.3.2.1 Murs monocordons de 100 couches en configuration sans interaction

Le premier cycle de chaque séquence a pour objectif de produire des murs monocordons destinés à la caractérisation mécanique, longs de 80 mm et hauts de 100 couches. Ces murs doivent être obtenus dans des conditions identiques, quelle que soit la séquence. La paramétrie à utiliser doit permettre d'obtenir une construction stable avec un rendement massique de fusion supérieur à 70% afin de limiter la consommation de poudre.

On choisit la paramétrie optimisée P1245 V500 Dm10 issue de l'étude paramétrique, présentant un rendement massique de fusion de 87%. La configuration de travail adoptée est la même que dans l'étude paramétrique, à savoir <u>sans</u> interaction laser/poudre (WD = 9.1 mm; Défoc_P = - 1.8 mm; Défoc_L = +13.2 mm). On a vu que cette configuration assurait une bonne stabilité de construction au fil des dépôts successifs ainsi qu'une bonne régulation de la hauteur de matière déposée. Ces critères sont essentiels ici car la quantité de poudre disponible pour chaque séquence est de plus en plus limitée. Il est donc primordial de réussir du premier coup et sans accroc toutes les fabrications de l'étude pour mener celle-ci à bien.

On prévoit de construire 3 murs par niveau de recyclage pour traitements thermiques (voir **Figure VI-3**). Chacun de ces murs permet d'obtenir 7 éprouvettes de traction plates. On s'intéresse essentiellement au sens de construction le plus critique. Il a été montré qu'il s'agit du sens transversal ST, c'est à dire perpendiculairement aux couches. L'obtention des éprouvettes et les essais de traction seront présentés en détail dans le **Chapitre VII**.



Figure VI-3 : Murs monocordons destinés aux essais de traction des différents niveaux de recyclage de la poudre de TA6V

VI.3.2.2 Démarche ayant conduit au choix des murs monocordons

On souhaitait initialement pouvoir usiner des éprouvettes de traction cylindriques, permettant une meilleure caractérisation de l'allongement à rupture que les éprouvettes plates. Un minimum de 3 éprouvettes par condition était nécessaire pour pouvoir en déduire une moyenne et un écart-type. Les dimensions des éprouvettes de traction cylindriques imposaient d'être extraites de murs épais multi-cordons. Cependant, les premiers essais de construction de murs épais multi-cordons ont soulevé un problème majeur : la buse de projection utilisée s'obstruait partiellement après quelques couches déposées. Cela avait pour conséquence de perturber fortement la forme du faisceau poudre tout en limitant son débit. Après démontage, il est apparu que l'obstruction était due à des scories de TA6V (voir **Figure VI-4**). Ces résidus se sont vraisemblablement formés par fusion des particules bloquées entre les cônes internes de la buse.



Figure VI-4 : Obstruction de la buse de projection par des scories

On a pu observer des ricochets de particules de poudre sur les cordons déjà consolidés, adjacents au dépôt projeté. Il est probable que l'obstruction de la buse ait été liée à ces particules renvoyées vers l'orifice d'écoulement tout en étant chauffées par le faisceau laser ou par le rayonnement du bain. Cela voulait dire que la formation d'une scorie provenait soit du fait que des particules remontaient dans la buse, soit du fait que ces particules eussent été trop chaudes, soit la combinaison de ces deux facteurs. Dans tous les cas, il était impossible de construire en multi-cordons dans les conditions opératoires choisies.

Pour y remédier, on pouvait changer la configuration de travail (en éloignant la buse des cordons consolidés), adopter une paramétrie moins énergétique (pour limiter la température des particules renvoyées vers la buse) ou bien se limiter à des murs monocordons tout en conservant la configuration <u>sans</u> interaction laser/poudre et la paramétrie P1245 V500 Dm10. C'est cette dernière voie que l'on a choisie, les conditions opératoires ayant fait l'objet d'une optimisation dans l'étude paramétrique. Les épaisseurs accessibles en mur monocordon nous ont cependant imposé une géométrie d'éprouvette plate et non plus cylindrique.

VI.3.3 Constructions pour récupération de poudre

VI.3.3.1 Multimurs monocordons

Les cycles suivants de chaque séquence ont pour but d'obtenir de la poudre destinée au recyclage : il s'agit de la poudre non fondue durant les fabrications. Pour maximiser cette quantité de poudre récupérée en construisant des pièces, on a donc tout intérêt d'une part à augmenter le débit de poudre et d'autre part à rechercher un rendement massique aussi faible que possible. Cela ne doit cependant pas compromettre la stabilité des constructions. On veut en effet faire subir aux particules de poudre des conditions de fabrication représentatives d'une « vraie » construction – dépôt de cordons épais en remplissage de volume – afin de remplir les objectifs du projet FALAFEL.

Le volume de poudre à consolider durant l'étude du recyclage est important (32.3 kg – le détail sera abordé à la section **VI.3.5**). Le nombre de substrats disponibles étant limité, on souhaite maximiser le volume fondu par construction. On décide de fabriquer des « multimurs monocordons », c'est-à-dire une série de 15 murs monocordons de 80 mm de long, construits parallèlement sur un même substrat. Pour ne pas heurter la buse, les murs sont construits conjointement : on dépose la couche *n* du premier mur, puis la couche *n* du second mur, et ainsi de suite jusqu'au 15^{ème} mur. La buse se décale ensuite verticalement de l'incrément de montée programmé ΔZ , puis dépose la couche *n*+1 du second mur, et ainsi de suite. Le nombre de couches par construction est initialement programmé à 100 mais dans la pratique la hauteur réelle dépend de la poudre disponible dans le distributeur. Tout réapprovisionnement en poudre entraîne un nouveau cycle, et donc une nouvelle construction. La construction des 15 murs sur un même substrat est illustrée en **Figure VI-5**.



Figure VI-5 : Multimurs monocordons destinés à la récupération de poudre pour alimenter les séquences suivantes de l'étude

Le nombre de multimurs ne peut pas être déterminé initialement car il dépend de la quantité de poudre disponible et du rendement massique de fusion obtenu. Dans la pratique, on fera autant de cycles que possible par séquence jusqu'à épuisement de la poudre. La recherche d'un compromis débit/rendement/stabilité nous amène à utiliser une paramétrie différente de celle des premiers cycles : en se basant sur les résultats de l'étude paramétrique, on choisit de doubler **Dm** (20 g/min au lieu de 10 g/min) tout en conservant **P**1245 et **V**500. Cela diminue donc l'énergie massique apportée. Ces conditions permettent d'obtenir un rendement massique de fusion inférieur à 70 %.

Pour ce qui est de la configuration de travail à utiliser (*avec* ou *sans* interaction laser/poudre), chacune a un avantage propre : d'un côté on souhaite accélérer le plus possible une éventuelle dégradation de la poudre recyclée. Pour cela, la configuration *avec* interaction serait préférable, puisqu'elle permettrait comme son nom l'indique de faire interagir les particules avec le faisceau laser. D'un autre côté, on souhaite construire de manière stable une nouvelle géométrie (volume avec recouvrement de cordons), dont on ne sait pas dans quelle mesure la thermique et les dimensions vont différer des modèles établis pour les murs monocordons au **Chapitre IV**.

Comme on l'a dit, le nombre de substrats est limité – on veut donc réduire autant que possible le risque de voir apparaitre des soucis de construction conduisant à interrompre la fabrication. Pour cela, on aurait alors intérêt à choisir la configuration <u>sans</u> interaction, celle-ci s'étant révélée plus robuste sur la désadaptation entre l'incrément de montée de la buse ΔZ et la hauteur de couche H_{app} (cf. <u>Chapitre III</u>). Cet aspect étant le plus important, c'est la configuration <u>sans</u> interaction qu'on choisit d'adopter en début de construction.

Dans la pratique, on a constaté pour chaque multimurs une désadaptation de l'incrément après quelques dizaines de couches (la buse monte plus vite que les couches). Cet écart vient probablement de la différence importante de thermique subie par rapport aux murs monocordons que l'on a étudié. Cette désadaptation est faible, puisqu'elle n'empêche pas de construire de manière stable une centaine de couches d'affilées. Elle est cependant suffisante pour modifier la configuration *sans* interaction initialement réglée. Celle-ci se transforme peu à peu en configuration *avec* interaction durant la montée des couches, comme on l'a décrit au **Chapitre III**.

Ce résultat confirme la capacité d'accommodation de la configuration <u>sans</u> interaction lors de la montée des couches. On rappelle qu'il suffit d'une augmentation de la distance de travail de 1.8 mm pour passer de la configuration <u>sans</u> interaction (**WD** = 9.1 mm) à celle <u>avec</u> interaction (**WD** = 10.9 mm). Fondamentalement, des interactions laser/poudre apparaissent même dès que la distance de travail commence à augmenter par rapport à sa valeur initiale. Dans le cadre de l'étude recyclage, cette désadaptation sur les multimurs est avantageuse puisqu'elle permet de générer plus de scénarios d'affectation de la poudre récupérée.

VI.3.3.2 Démarche ayant conduit au choix des multimurs monocordons

On avait initialement envisagé de fabriquer des blocs parallélépipédiques dont chaque couche occupait une surface de 100 mm par 100 mm. Tout comme pour la construction de murs épais multicordons, on s'est heurté au problème d'obstruction de la buse de projection en raison de la stratégie multi-cordons. Pour y remédier, on avait dans un premier temps décider d'adopter une paramétrie moins énergétique (P830 V500 Dm20), afin de limiter le rayonnement du bain tout comme la température des particules renvoyées vers la buse. Ces conditions permettaient effectivement de surmonter ce blocage.

On a cependant constaté que le rendement massique de fusion obtenu était bien supérieur à celui obtenu en monocordon : environ 90 % contre 60 %. En effet, on a pu observer lors de la fabrication que la poudre non fondue lors du dépôt d'un cordon se déposait sur les cordons adjacents au lieu d'être évacuée autour de la pièce. Ce lit de poudre formé en surface était ensuite fusionné lors du passage de la buse, en même temps que la poudre projetée (voir **Figure VI-6**). Cela suggère que pour la fabrication de pièces avec de grandes surfaces, la qualité métallurgique de la pièce peut s'en trouver altérée.



Figure VI-6 : Essai de construction – blocs massifs

Bien que très intéressant sur le plan de la productivité, ce rendement supérieur allait à l'encontre de ce que l'on recherchait dans le cadre de l'étude du recyclage. Pour y remédier, la diminution du débit de poudre ou bien l'augmentation du débit de gaz interne auraient permis de faciliter l'évacuation du lit de poudre formé sur la surface de la pièce.

Ces solutions ne nous convenaient pas : on souhaitait rester à fort débit pour récupérer assez rapidement la poudre. L'augmentation du débit de gaz interne, quant à elle, aurait dû être assez importante pour souffler le lit de poudre formé à distance du bain. Cela aurait inévitablement entrainé l'ouverture du cône de poudre et le décalage du PFP vers le bas, comme étudié au **Chapitre III** (cf. **Figure III-6** p. **78**). Cette solution était donc également à écarter puisque l'on souhaitait conserver le faisceau poudre tel que réglé au **Chapitre III**, pour lequel on sait identifier les différentes configurations de travail – et avec lequel on a mené toute l'étude paramétrique.

La solution retenue a été de modifier la géométrie de construction : au lieu d'un bloc de matière dense, on a décidé de construire une série de murs mono-cordons parallèles régulièrement espacés. De la sorte, la poudre non fondue tombe entre les murs sans risque d'être refondue ultérieurement. Le nombre de substrats disponibles étant toujours limité, il était nécessaire que chaque série de murs monocordons représente à peu près le même volume de matière consolidée que les blocs massifs envisagés initialement. Cela nous a contraint à utiliser toute la surface des substrats disponibles et de construire des murs bien plus hauts que les blocs massifs. Cela a rendu d'autant plus critique l'importance d'adopter une configuration assurant une construction stable et régulière sur au moins une centaine de couches. Pour cette raison, on a fait le choix d'un réglage initial en configuration <u>sans</u> interaction laser/poudre.



Figure VI-7 : Essai de construction - multimurs monocordons

Les premiers essais de construction de ces « multimurs monocordons » avec la paramétrie choisie pour les blocs (P830 V500 Dm20) ont donné lieu à des manques d'adhérence avec le substrat et entre cordons. Ce décollement des cordons provoquait le relâchement des contraintes résiduelles durant la fabrication (voir Figure VI-7), bien que la même paramétrie permette de construire de manière stable un seul mur monocordon. En effet, les temps de refroidissement de chaque cordon sont très différents : il ne s'écoule plus 2 s mais 160 s entre deux passages du laser sur un même mur. Ce refroidissement plus important entraîne une diminution de la taille du bain de fusion formé lors d'un dépôt. Cela a limité voire empêché la refusion de couches précédentes, garante d'une bonne adhérence.
Il est donc indispensable d'ajuster la paramétrie à la stratégie de construction choisie, et ce quelle que soit la pièce construite. Dans notre cas, il était nécessaire d'utiliser une paramétrie assez énergétique pour compenser le refroidissement plus important des dépôts (temps de pause plus élevé) et assurer leur stabilité. On a donc choisi d'utiliser comme paramétrie initiale P1245 V500 Dm20. N'ayant plus que des murs monocordons à fabriquer, le problème de l'obstruction de la buse ne se posait plus.

VI.3.4 Déroulement d'un cycle et variables de productivité

<u>Notation</u> : Les cycles sont référencés par une notation abrégée « **xy** », avec **x** le numéro de séquence et **y** le numéro du cycle. Ainsi, « **13** » fait référence au 3^{ème} cycle de la séquence 1. Chaque lot de poudre de l'étude lié à un cycle en porte la référence : « (**m**_{projetée})¹³ » désigne par exemple la masse de poudre projetée lors du cycle 13. Les différentes masses de poudre intervenant dans un cycle sont données en **Schéma VI-3**.



VI.3.4.1 Préparation

Une masse de poudre \mathbf{m}_{ajout} (g) est introduite dans le distributeur en début de cycle. Elle complète la masse de poudre initialement présente dans le distributeur $\mathbf{m}_{restante}$ (g) pour donner \mathbf{m}_{0} (g), masse totale de poudre présente dans le distributeur en début de cycle. Cette masse de poudre doit être suffisante pour alimenter la machine ($\mathbf{m}_{0} > \mathbf{m}_{fonctionnement}$) et pour réaliser les constructions du cycle sans re-remplissage, donc sans interruption.

$$m_0 = m_{restante} + m_{ajout}$$
 VI-2

VI.3.4.2 Projection

Dans notre cas, il n'est pas possible de stopper la projection de poudre en cours de fabrication. On a donc l'égalité suivante :

$$t_{fab} = t_{projection}$$
 VI-3

La masse de poudre projetée $m_{projetée}$ (g) est déterminée à partir du débit massique de poudre **Dm** (g/min) et du temps de projection total $t_{projection}$ (min) :

$$m_{projet\acute{e}e} = Dm * t_{projection}$$
 VI-4

Ce temps de projection total t_{projection} (min) peut se décomposer sous la forme :

$$t_{\text{projection}} = t_{\text{fusion}} + t_{\text{tempo total}}$$
 VI-5

Le temps $t_{tempo \ total}$ (min) correspondant à la somme de toutes les temporisations peut s'exprimer en fonction de $N_{couches}$ le nombre total de couches de la construction, $N_{cordons/couche}$ le nombre de cordon par couche et de t_{tempo} (min), la durée de pause après chaque cordon :

$$t_{tempo \ total} = N_{couches} * N_{cordons/couche} * t_{tempo}$$
 VI-6

De même, le temps de fusion t_{fusion} (min) peut s'exprimer en fonction du temps de fusion d'un cordon $t_{fusion/cordon}$ (min) :

Sachant qu'un cordon, de longueur L_{cordon} (mm), est déposé à vitesse d'avance de la buse V (mm/min), on a :

$$t_{fusion/cordon} = \frac{L_{cordon}}{V}$$
 VI-8

Après fabrication, on pèse la construction sur substrat $\mathbf{m}_{construction+substrat}$ (g) pour en déduire la masse de la construction $\mathbf{m}_{construction}$ (g) qui est aussi la masse de poudre fondue \mathbf{m}_{fondue} (g).

$$m_{construction} = m_{construction+substrat} - m_{substrat}$$
 VI-9

On pourra ensuite calculer le rendement massique de construction R_m et le rendement massique de fusion R_{mf} (ne tenant pas compte des temporisations).

$$R_{m} = \frac{m_{fondue}}{m_{projetée}} = \frac{m_{fondue}}{Dm * t_{projection}}$$
VI-10

$$R_{mf} = \frac{m_{fondue}}{Dm * t_{fusion}}$$
 VI-11

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

VI.3.4.3 Récupération

On récupère le plus possible de la quantité de poudre non fondue lors de la construction présente dans le bac de récupération, $\mathbf{m_{infondue}}$ (g), comme indiqué en **Schéma VI-3**. Cette masse de poudre récupérée $\mathbf{m_{récupérée}}$ (g) nous permet de quantifier les pertes de poudre dans l'enceinte de fabrication $\mathbf{m_{pertes machine}}$ (g).

$$m_{r\acute{e}cup\acute{e}r\acute{e}e} = m_{infondue} - m_{pertes machine} = (m_{projet\acute{e}e} - m_{fondue}) - m_{pertes machine}$$
 VI-12

On définit le taux de récupération $\tau_{récupération}$:

$$\tau_{r\acute{e}cup\acute{e}ration} = \frac{m_{r\acute{e}cup\acute{e}r\acute{e}e}}{m_{infondue}} \qquad \qquad VI-13$$

VI.3.4.4 Tamisage

Le tamisage concerne tous les cycles hormis le premier de chaque séquence, dont la poudre résiduelle est stockée à part. La poudre neuve est aussi tamisée avant utilisation afin d'écarter les éventuelles particules ayant un diamètre > \emptyset_{tamis} . On met à tamiser la quantité de poudre $\mathbf{m}_{a \ tamiser}$ (g), qui, dans notre cas, est égale à la quantité récupérée après fabrication $\mathbf{m}_{récupérée}$). La masse de poudre traversant le tamis est $\mathbf{m}_{recyclée}$ (g) tandis que la masse de poudre stoppée par le tamis est $\mathbf{m}_{refusée}$ (g).

$$\mathbf{m}_{\text{recyclée}} = \mathbf{m}_{\text{à tamiser}} - \mathbf{m}_{\text{refusée}} = \mathbf{m}_{\text{récupérée}} - \mathbf{m}_{\text{refusée}}$$
 VI-14

On définit le taux de recyclage $\tau_{recyclage}$:

$$\tau_{\text{recyclage}} = \frac{m_{\text{recyclée}}}{m_{\text{à tamiser}}} = \frac{m_{\text{recyclée}}}{m_{\text{récupérée}}}$$
VI-15

On définit également un taux de recyclage global pour chaque séquence τ_r séquence :

$$\tau_r^{séquence} = \frac{m_{recyclée}}{m_{projetée}} = (1 - Rm) * \tau_{récupération} * \tau_{recyclage}$$
VI-16

VI.3.5 Estimation de la quantité de poudre initiale nécessaire

On ne veut pas diluer la poudre recyclée. On a donc intérêt à utiliser une quantité suffisante de poudre neuve en séquence 1 pour s'assurer de pouvoir étudier 3 niveaux de recyclage. Autrement dit, on cherche à estimer la quantité de poudre neuve $m_{minimum}^{séquence 1}$ qui permet au minimum de construire les murs pour procéder à une caractérisation mécanique après 3 niveaux de recyclage. On fait les hypothèses suivantes :

- À chaque séquence, la machine nécessite pour fonctionner une masse de poudre m_{fonctionnement}. Ce minimum est dû au distributeur utilisé, afin de garantir l'envoi d'un débit massique constant de poudre dans le système d'alimentation. Cette quantité de poudre ne peut donc pas être projetée. On a déterminé que ce minimum de fonctionnement devait être de **400 g**.
- À chaque séquence, on souhaite conserver pour caractérisation une masse de poudre m_{caractérisation} = 1000 g.
- Le rendement massique R_m est supposé égal à 60 % pour tous les cycles de toutes les séquences.
- Le taux de récupération dans la machine τ_{récupération} est supposé égal 95 % pour tous les cycles de toutes les séquences.
- Le taux de recyclage τ_{recyclage} est supposé dégressif : 90 % en fin de séquence 1, 80% en fin de séquence 2 puis 70 % en fin de séquence 3.
- La masse de poudre fondue aux premiers cycles m_{murs} (murs pour caractérisation mécanique) est de 400 g. La poudre non fondue durant ces cycles ne contribue pas au recyclage car elle n'est pas obtenue dans les mêmes conditions opératoires.

$$m_{\min imum}^{séquence 4} = \left(\frac{m_{murs}}{R_m^{séquence 4}} + m_{fonctionnement} + m_{caractérisation}\right)$$
VI-17

$$m_{minimum}^{séquence i} = \left(\frac{m_{minimum}^{séquence i+1}}{\tau_r^{séquence i}} + m_{fonctionnement} + m_{caractérisation}\right)_{i = 1 \text{ à } 3} VI-18$$

Cela nous donne une masse initiale *minimum* m^{séquence 1}_{minimum} d'environ **32.3 kg de poudre neuve de TA6V**.

VI.3.6 Conditions opératoires

VI.3.6.1 Spécifications

La machine de projection utilisée est la même que dans l'étude paramétrique : l'Optomec *LENS* 850R mise à disposition par Arts & Métiers. Toute l'enceinte de fabrication – y-compris le distributeur de poudre et le circuit d'alimentation – est maintenue sous argon dynamique pendant toute la durée de l'étude, sans interruption. On utilise la même buse de projection que dans l'étude paramétrique (buse concue par Arts & Métiers, refroidie par circulation d'eau). Le système de projection (buse, conduits, tuyauterie...) est nettoyé entre chaque séquence afin d'éviter la contamination par une poudre d'un plus bas niveau de recyclage. Les constructions des premiers cycles de chaque séquence sont 3 murs monocordons identiques, longs de 80 mm et hauts de 100 mm. Les constructions des cycles suivants sont des séries de 15 murs monocordons parallèles longs de 100 mm. L'espacement programmé entre chaque mur est de 10 mm, ce qui donne un espacement réel d'environ 6 mm en raison de la largeur des murs. On programme initialement 100 couches de hauteur, mais en pratique la construction est stoppée sitôt le niveau de poudre dans le distributeur insuffisant pour assurer le débit massique voulu (donc dès que l'on atteint la quantité minimum de poudre nécessaire au fonctionnement). Tous les substrats en TA6V sont dégraissés (acétone), séchés et nettoyés avant d'être utilisés. L'emploi de gants est systématique, comme pour toutes les manipulations de l'étude.

VI.3.6.2 Manipulation de la poudre

La poudre neuve utilisée est fournie par TLS. Elle est conditionnée en pots inox sous argon scellés contenant chacun 2.5 kg. Toute la poudre est issue d'un même lot référencé 1441/3-M. On décide de consacrer **32.5 kg de poudre neuve** (soit 13 pots). Les pots de poudre neuve sont ouverts au fur et à mesure de leur utilisation.

La procédure de tamisage utilisée est la suivante : la quantité de poudre à tamiser est versée dans un tamis de 90 µm placé sur un bac de récupération en acier inox. L'ensemble est couvert et mis en vibration discontinue jusqu'à constater visuellement que seules des particules de grande taille restent sur la grille du tamis. L'amplitude de tamisage est parfois variée manuellement pour faciliter l'écoulement. Après chaque utilisation, les tamis sont nettoyés à l'aspirateur. Cela enlève les particules coincées dans les mailles, celles-ci pouvant gêner l'écoulement au travers du tamis et induire le refus de particules normalement passantes. Pour éviter toute contamination, un tamis différent est utilisé pour chaque niveau de recyclage de poudre, soit un tamis par séquence.

Avant utilisation, la poudre tamisée est étuvée entre 100 °C et 120 °C pendant une nuit, soit environ une douzaine d'heures. Cela a pour but de la sécher autant que possible pour faciliter son écoulement dans la machine puis à travers la buse. Cela permet également de limiter l'oxydation insitu. La manipulation de la poudre et les opérations de tamisage et d'étuvage sont effectuées à l'air ambiant, faute de disposer de moyens permettant de travailler sous atmosphère protectrice. Pour éviter toute pollution extérieure, la poudre est cependant maintenue dans un récipient couvert durant ces opérations.

Après étuvage, la poudre est introduite dans le distributeur, puis celui-ci est fermé hermétiquement et mis sous atmosphère protectrice. De même, *tous* les lots de poudre de l'étude sont stockés dans des récipients hermétiques placés dans l'enceinte de la machine, sous argon. Ainsi, on limite au minimum le temps d'exposition de la poudre à l'air ambiant.

Des lots de poudres sont prélevés à chaque étape majeure de l'étude du recyclage. On s'intéresse en particulier à la poudre tamisée issue des différents niveaux de recyclage, mais également aux refus de tamisage correspondant. Ceux-ci peuvent nous renseigner sur l'éventuelle dégradation de la poudre lors de la projection : par exemple si elle se traduit par une agglomération par pontage ou par une fusion de plusieurs particules.

La méthodologie appliquée pour recycler la poudre a fait l'objet d'un livrable pour le projet FALAFEL.

VI.4 Résultats des essais de recyclage



VI.4.1 Déroulement et bilan des essais

Schéma VI-4 : Bilan final des cycles de l'étude du recyclage des poudres en DLD

L'étude s'est déroulée correctement suivant la méthodologie spécifiée. Comme souhaité, on a atteint 3 niveaux de recyclage de la poudre et réussi à construire des murs en séquence 4 (voir **Schéma VI-4**). Les estimations de poudre initiales, loin d'être surévaluées, se sont révélées pertinentes – et même légèrement insuffisantes : en effet, la quantité de poudre s'est révélée trop juste pour finir le 3^{ème} et tout dernier mur du cycle 41. Ce mur a tout de même pu être étudié mais il n'a pas été caractérisé en traction. Les constructions sont présentées en **Figure VI-8**.



A) Séries de 3 murs dans le premier cycle de chaque séquence

B) <u>Détail</u> : murs pour monocordons construits caractérisation mécanique de 15 murs monocordons issus de la séquence 1

C) « Multimurs » = séries D) <u>Détail</u> : multimurs pour juxtaposés sur un même substrat

récupérer de la poudre non consolidée





VI.4.2 Bilan massique des poudres

Graphe VI-1 : Évolution de la quantité de poudre (à gauche) et du taux de récupération après projection (à droite)

Comme on peut voir sur le Graphe VI-1 (à gauche), les estimations de quantité de poudre nécessaires étaient presque adaptées. Au final, les 32.5 kg de poudre neuve ont permis d'obtenir 11.2 kg de poudre en début de séquence 2, puis 3.3 kg en début de séquence 3 et enfin à peine 0.70 kg en début de séquence 4. Cela nous a laissé moins de poudre que prévu pour les caractérisations mais celles-ci ont tout de même pu être menées à bien.

Toujours sur le Graphe VI-1 (à droite), on constate que le taux de récupération décroît quasilinéairement avec le niveau de recyclage, faiblement pour les constructions « caractérisation *mécanique* » mais de manière importante pour les constructions « *récupération de poudre* » (environ - 8 % par niveau de recyclage). Il faut cependant noter que l'on a une dispersion des résultats de plus de 10% pour la première séquence (sur 7 fabrications). Cette dispersion est bien moins représentative pour la deuxième séquence (2 fabrications) et n'est pas du tout disponible en séquence 3.

Sur ce même **Graphe VI-1** (à droite), on remarque que le taux de poudre récupérée après projection semble globalement plus faible pour les constructions *« récupération de poudre »* que pour les constructions *« caractérisation mécanique »*. Cela peut s'expliquer par la différence de paramétrie choisie. En effet, dans le cas de la récupération de poudre, on a souhaité maximiser le taux de poudre non fondue, par l'adoption d'une paramétrie moins énergétique (P1245 V500 Dm20 contre P1245 V500 Dm10 pour les murs de caractérisation mécanique). Cela s'est montré efficace, mais on peut penser que l'augmentation de la part de poudre projetée en dehors du bain de fusion entraîne une plus grande dispersion de cette poudre dans l'enceinte de fabrication. Il y a en effet à la fois une quantité de poudre plus importante tombée au pied du substrat <u>et</u> une plus grande part de particules soufflée en direction de ces dépôts.

Ce résultat est à relativiser : d'une part, le taux de récupération de poudre restait supérieur à 90 % dans les conditions énergétiques les plus élevées, les plus représentatives d'une fabrication industrielle. D'autre part, les moyens de récupération étaient limités, puisque la poudre qui était soufflée hors du bac fabrication était définitivement perdue dans l'enceinte.



Graphe VI-2 : Évolution du rendement (à gauche) et du taux de recyclage (à droite)

Si l'on s'intéresse maintenant à l'évolution du rendement (voir **Graphe VI-2**, à gauche), on constate que le rendement massique de fusion diminue légèrement pour les constructions *« caractérisation mécanique »* tout en restant à des valeurs élevées (80 – 90 %). Le rendement massique intègre en plus les temps de pause. Comme ceux-ci sont significatifs dans le cas des murs de caractérisation (2 s après chaque dépôt), on trouve une évolution similaire mais environ 20 % inférieure à celle du rendement massique de fusion.

Dans le cas des constructions *« récupération de poudre »*, les rendements restent stables avec le recyclage mais ils sont – *comme souhaités* – plus faibles que les précédents. Ils ne sont cependant pas aussi bas que prévu, en raison de la nécessité d'utiliser une paramétrie assez énergétique pour obtenir des constructions stables. Cela n'a heureusement pas compromis l'étude. On peut également noter que l'écart entre le rendement massique et le rendement massique de fusion est deux fois moindre que précédemment, ce qui montre l'impact limité des temps de pause dans ce cas. Sur le **Graphe VI-2** (à droite), on constate que les taux de recyclage obtenus sont bien supérieurs à ceux anticipés et demeurent stables au fur et à mesure du recyclage. Pour rappel, on avait considéré des taux de recyclage de 90 %, 80 % et 70 % (cf. section **VI.3.5**). Bien qu'ils semblent légèrement diminuer, il faut bien garder en tête que chaque taux de recyclage des constructions *« caractérisation mécanique »* n'est issu que d'une seule mesure et sur un faible volume de poudre (inférieur au volume perdu lors de l'opération de tamisage), tout comme en séquence 3 pour les constructions *« récupération de poudre »*.

Un autre résultat important est l'écart d'environ 7 % constaté entre les taux de recyclages pour les constructions *« caractérisation mécanique »* (P1245 V500 Dm10) et ceux obtenus pour les constructions *« récupération de poudre »* (paramétrie P1245 V500 Dm20). Cela voudrait dire qu'on obtient un taux plus faible en se plaçant dans des conditions plus énergétiques – autrement dit que celles-ci sont responsables d'une quantité plus importante de résidus de grande taille. Il faut cependant relativiser ce taux de recyclage plus faible (en paramétrie plus énergétique) en n'oubliant pas que les rendements massiques obtenus lors de la projection sont quant à eux supérieurs à ceux de la paramétrie moins énergétique. L'évolution des principaux critères au cours du recyclage est synthétisée dans le **Tableau VI-5** :

	Séquence	Séquence 1	Séquence 2	Séquence 3	Séquence 4	
(État de la poudre en début de séquence	Poudre neuve	Poudre recyclée 1X	Poudre recyclée 2X	Poudre recyclée 3X	
Quar	ntité de poudre disponible en début de séquence	32,5 kg	11,2 kg	3,3 kg	0,7 kg	
л	Nombre de constructions	3 murs	3 murs	3 murs	3 murs	
Constructions pou caractérisation mécanique	Rendement mass. fusion	88,00% ± 1,36%	85,05% ± 0,31%	$84,43\% \pm 0,31\%$	$81,50\% \pm 0,70\%$	
	Rendement massique	$68,28\% \pm 1,05\%$	$66,00\% \pm 0,24\%$	$65,52\% \pm 0,24\%$	$\textbf{63,25\%} \pm 0,54\%$	
	Taux de récupération	92,10%	91,24%	90,59%	90,01%	
	Taux de recyclage	92,00%	91,39%	90,75%	87,40%	
	Taux de recyclage global	26,87%	28,35%	28,34%	25,73%	
onstructions pour cécupération de poudre	Nombre de constructions	7 multimurs	2 multimurs	1 multimur	-	
	Rendement mass. fusion	$69,18\% \pm 1,36\%$	71,06% ± 5,41%	68,52%	-	
	Rendement massique	61,09% ± 1,25%	59,27% ± 0,17%	59,68%	-	
	Taux de récupération	90,95% ± 6,41%	$82,10\% \pm 0,85\%$	75,35%	-	
	Taux de recyclage	$99,11\% \pm 0,23\%$	$99,14\% \pm 0,09\%$	98,10%	-	
Ŭ	Taux de recyclage global	$35,08\% \pm 3,23\%$	$33,15\% \pm 0,24\%$	29,80%	-	

Tableau VI-5 : Bilan des constructions de l'étude du recyclage

VI.4.3 Notation des lots de poudre considérés

Le **Tableau VI-6** présente les différentes analyses ayant été menées sur les lots de poudre issus des essais de recyclage, ainsi que leur notation.

				Lots de poudre et références												
				Poudre neuve (non tamisée)	Poudre neuve (après tamisage)	Poudre recyclée 1X (après tamisage)	Poudre recyclée 2X (après tamisage)	Poudre recyclée 3X (après tamisage)	Refus de tamisage de la poudre neuve	Refus de tamisage après S1C1	Refus de tamisage après S1C2	Refus de tamisage après S2C1	Refus de tamisage après S2C2	Refus de tamisage après S3C1	Refus de tamisage après S3C2	Refus de tamisage après S4C1
Т	ype d'analyse	État de la poudre	Information désirée	RN	RO	R1	R2	R3	T0	T11	T12	T21	T22	T31	T32	T41
	Observation MEB en mode SE	Poudre scotchée	Morphologie des particules	Х	Х	Х	Х	Х	Х	Х	Х		Х		Х	
dues	Granulomètre laser	Poudre libre	Distribution granulométrique	Х	Х	X	Х	Х	Х		Х		Х		Х	
ts physic	Microscopie optique	Poudre enrobée / polie	Présence de porosités intra- particulaires		х	x	x	X								
Aspe	Pycnomètre à hélium	Poudre libre	Quantification de la porosité fermée		Х	Х	X	Х								
	Flowmètre de Hall	Poudre libre	Vitesse d'écoulement		Х	Х	Х	Х								
	Observation MEB en mode SE	Poudre scotchée	Microstructure en surface	X	X	х	Х	Х	Х	Х	X		X		Х	
	Observation MEB en mode SE/BSE	Poudre enrobée / polie / attaquée	Microstructure intra- particulaire		Х	Х	Х	Х	Х	Х	Х				Х	
Se	Dosage C, N, O (fusion réductrice)	Poudre libre	Mesure quantitative globale des éléments C, N, O		X	X	X	X								
chimique	Cartographie X (µsonde de Castaing)	Poudre enrobée / polie	Ségrégation chimique et contamination		х			X								
Aspects	Profils WDS (µsonde de Castaing)	Poudre enrobée / polie	Mesure élémentaire quantitative au travers des particules		х			X	X						Х	
	DRX	Poudre libre Poudre enrobée / polie	Structure cristalline des phases		х			Х								
	ATD	Poudre libre	Transformation de phases		Х	Х	Х	Х								
	Microdureté Vickers	Poudre enrobée / polie	Microstructure intra- particulaire		Х	Х	Х	Х								

Tableau VI-6 : Caractérisations effectuées et notations des lots de poudre correspondant

VI.5 Comparaison des poudres neuves et recyclées – aspects physiques

VI.5.1 Étude morphologique et granulométrique

VI.5.1.1 Évolution de la granulométrie des poudres recyclées

On s'est en premier lieu intéressé à l'influence du recyclage sur la taille des particules. On a procédé à des mesures de distribution de taille à l'aide d'un granulomètre laser. Celui-ci dispose de deux cellules de mesure : en voie sèche pour une mesure ponctuelle (avec aspiration de la poudre) et en voie humide pour une mesure continue (avec entraînement des particules par un liquide). Cette deuxième méthode est celle que l'on a choisie : elle présente l'avantage de faire recirculer le fluide porteur de l'échantillon, ce qui nécessite bien moins de poudre qu'en voie sèche. Cela permet aussi de gérer la vitesse d'agitation du liquide porteur pour que toutes les particules soient entraînées. Il est enfin possible d'appliquer des ultrasons destinés à séparer les particules des agglomérats de poudre, le cas échéant, et donc d'obtenir une mesure plus pertinente. L'inconvénient principal de la voie humide est sa plus grande sensibilité au bruit et à des artefacts tels que le piégeage de bulles d'air. Pour chaque lot de poudre, on a déterminé un niveau d'agitation de vibration ultrasonore permettant d'obtenir des valeurs cohérentes et répétables.

Le **Tableau VI-7** synthétise les valeurs de d_{10} (diamètre tel que l'ensemble des particules de taille inférieure représentent 10 % du volume cumulé de matière), d_{50} (diamètre tel que l'ensemble des particules de taille inférieure représentent 50 % du volume cumulé de matière), d_{90} (diamètre tel que l'ensemble des particules de taille inférieure représentent 90 % du volume cumulé de matière). Ce sont des diamètres équivalents, les capteurs ne mesurant que des surfaces et des taux d'obscurcissement. Les résultats sont moyennés sur au moins 10 mesures.

Lot de poudre	d ₁₀ (μm)	d ₅₀ (μm)	d ₉₀ (μm)	span	Distribution	
Poudre neuve (non tamisée)	RN	42,1	59,4	83,5	0,697	Monomodale
Poudre neuve (tamisée)	RO	42,7	59,7	82,9	0,673	Monomodale
Poudre recyclée 1X (tamisée)	R1	40,4	57,7	83,0	0,738	Monomodale
Poudre recyclée 2X (tamisée)	R2	38,0	54,2	76,6	0,713	Monomodale
Poudre recyclée 3X (tamisée)	R3	37,2	54,3	78,9	0,768	Monomodale

Tableau VI-7 : Évolution de la taille des particules recyclées (mesure par granulométrie laser)

On constate que chaque utilisation de la poudre entraîne une légère diminution globale de la taille des particules (il faut bien noter que l'on ne parle ici que des poudres recyclées, après tamisage à 90 μ m). Cette tendance concerne à la fois les valeurs de d₁₀, d₅₀ et d₉₀, d'une manière générale. Les variations sont du même ordre de grandeur : -5.5 μ m pour d₁₀, -5.5 μ m pour d₅₀ et -6.4 μ m pour d₉₀ en prenant l'écart entre le minimum et le maximum entre R0 et R3. Il y a donc un décalage de l'ensemble de la distribution granulométrique avec le niveau de recyclage. L'évolution du span (= largeur de la distribution par rapport à la taille moyenne) semblerait indiquer un léger élargissement de la distribution avec le recyclage, mais il serait nécessaire d'étudier un plus grand nombre de niveaux de recyclage pour pouvoir s'en assurer. On remarque que cette répartition granulométrique reste monomodale (une seule classe de taille) quel que soit le niveau de recyclage (voir Graphe VI-3).





60%

50%

40%

30%

20%

10%

0%

Fraction

12%

10%

8%

6%

4%

2%

0%

10

VI.5.1.2 Morphologie des poudres recyclées

100

Classe de taille (µm)

C) Poudre recyclée 2X (tamisée)

Fraction

12%

10%

8%

6%

4%

2%

0%

10

On a observé les poudres neuves et recyclées au microscope électronique à balayage (MEB en mode électrons secondaires et rétrodiffusés). Chaque lot de poudre a été préalablement mélangé afin d'en extraire un échantillon le plus représentatif possible quant à la taille de particules. Ces prélèvements ont ensuite été étalées sur un scotch carbone conducteur d'environ 1 cm². La Figure VI-9 présente l'aspect général des lots de poudre (encore une fois, il faut bien noter que la poudre neuve **R0** et les poudres recyclées **R1**, **R2** et **R3** ont été obtenues <u>après</u> tamisage à 90 μm).

60%

50% raction

40%

30%

20%

10%

0%

100

Classe de taille (µm)

D) Poudre recyclée 3X (tamisée)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE



A) Poudre neuve (tamisée) **R0** (SE X200)



B) Poudre neuve (tamisée) **RO** (SE X500)



C) Poudre neuve (tamisée) **RO** (SE X1000)



D) Poudre recyclée 1X (tamisée) E) Poudre recyclée 1X (tamisée) F) Poudre recyclée 1X (tamisée) **R1** (SE X200)



R1 (SE X500)



R1 (SE X1000)



G) Poudre recyclée 2X (tamisée) H) Poudre recyclée 2X (tamisée) I) Poudre recyclée 2X (tamisée) R2 (SE X200)



R2 (SE X500)



R2 (SE X1000)



R3 (SE X200)



J) Poudre recyclée 3X (tamisée) K) Poudre recyclée 3X (tamisée) L) Poudre recyclée 3X (tamisée) **R3** (SE X500)



R3 (SE X1000)

Figure VI-9 : Poudre scotchée des lots R0, R1, R2, R3 – aspect global (observation MEB en mode SE)

On constate tout d'abord que toutes les particules conservent une morphologie sphérique, quel que soit le niveau de recyclage. Ensuite, l'ordre de grandeur de la taille des particules observées ne varie pas significativement d'un niveau à l'autre, ce qui est cohérent avec les valeurs obtenues au granulomètre laser (voir **Tableau VI-7**). Il est cependant difficile d'apprécier visuellement (et donc qualitativement) la légère diminution de distribution granulométrique mesurée. On peut quand même noter que l'on n'observe pas autant de grosses particules dans la poudre recyclée que dans la poudre neuve. Enfin, les défauts rencontrés dans les poudres sont semblables quel que soit le niveau de recyclage (uniquement d'un point de vue morphologique) : satellites et agglomérats de particules collées (voir **Figure VI-10**).



Figure VI-10 : Satellites (à gauche) et agglomérat de particules collées ou frittées ponctuellement (à droite)

VI.5.1.3 Refus de tamisage récupérés

L'étude des lots de poudre refusés au tamisage est particulièrement intéressante pour comprendre l'altération due à la projection. En effet, contrairement aux poudres recyclées, les résidus bloqués par le tamis sont nécessairement apparus in-situ. Ces résidus peuvent être classés en 4 types par volume décroissant (voir **Figure VI-11**).



Figure VI-11 : Tamiseuse (à gauche), zoom dans le tamis de 90 μm (au milieu) et refus de tamisage récupéré (à droite)

VI.5.1.3.a Les agglomérats frittés

Ce sont des résidus plats d'aspect mat pouvant mesurer plusieurs centimètres de long. Ils sont composés de particules frittées et sont très friables. Ils apparaissent uniquement entre les murs monocordons juxtaposés des constructions destinées à récupérer de la poudre, comme illustré en **Figure VI-12**.

Cela peut s'expliquer par l'éjection d'une quantité significative de poudre non fondue ($\mathbf{R}_{mf} \approx 0.7$), par la présence d'un espacement étroit (≈ 6 mm) entre deux parois chaudes où peuvent se loger les particules ou bien encore par le manque d'énergie fournie avec les paramètres choisis. D'une manière générale, se placer dans des conditions de projection insuffisamment énergétiques se traduit par l'apparition d'agglomérats frittés. Ceux-ci traduisent un manque de fusion qui entraîne systématiquement un manque d'adhérence entre couches.



Figure VI-12 : Formation d'agglomérats frittés près du substrat, entre les murs monocordons destinés à la récupération de poudre (P1245 V500 Dm20)¹⁰

VI.5.1.3.b Les scories allongées

Ce sont des résidus de fusion d'aspect brillant, mesurant plusieurs millimètres de long. Elles proviennent du bain de fusion refroidi, c'est-à-dire du TA6V passé à l'état liquide puis revenu à température ambiante. Si on observe les pièces consolidées, on constate que ces scories sont des bavures provenant des points de rebroussement de la fabrication, en bord de mur (voir **Figure VI-13**). La plupart se détachent lors du déplacement de la construction, mais certaines doivent être enlevées manuellement. Elles sont très marquées sur les multimurs (P1245 V500 Dm20) mais peu sur les murs pour caractérisation mécanique (P1245 V500 Dm10).

En s'appuyant également sur les observations de murs construits lors de l'étude paramétrique (cf. **Chapitre V**), on peut conclure que ces irrégularités aux points de rebroussement sont accentuées dans des conditions opératoires trop peu énergétiques (cf. **Figure V-4** et **Figure V-10**). Les dimensions importantes de ces scories sont quant à elles dues aux forts débits de poudre utilisés.

¹⁰ Le décalage visible à même hauteur sur tous les murs (légèrement au-dessus des agglomérats frittés) est dû à un déplacement involontaire du substrat lors d'un arrêt de fabrication. Cet artefact n'est <u>pas</u> la cause de l'apparition des agglomérats frittés, ceux-ci étant présents sur <u>tous</u> les autres multimurs, construits sans discontinuité. L'image a été choisie uniquement car étant la meilleure à disposition.



Figure VI-13 : Formation de scories allongées aux points de rebroussement des murs monocordons destinés à la récupération de poudre (P1245 V500 Dm20).

VI.5.1.3.c Les scories compactes

Ce sont des éclats de matière fondue qui proviennent des bavures aux points de rebroussement mais aussi de toute zone présentant un manque de fusion (entre couches ou à l'interface avec le substrat). Ces scories compactes (de l'ordre du millimètre tout au plus) sont de plus petite taille que les scories allongées mais elles sont en revanche bien plus nombreuses que ces dernières. Elles se détachent de la construction que celle-ci soit déplacée ou non. En effet, le simple relâchement des contraintes résiduelles post-fabrication entraîne des déformations rapides et des décollements intercouches en cas de manque de liaison (« claquements » audibles).

Cela est accompagné de la projection de scories compactes tout autour de la construction. Ces déformations résiduelles ont été systématiquement constatées pour les multimurs, donc pour une énergie massique faible. Bien qu'elles surviennent la plupart du temps lors du refroidissement dans l'enceinte – juste après la fabrication – on a pu observer certains cas pour lesquels le relâchement des contraintes se déclenchait spontanément plus de douze heures après la fabrication.

VI.5.1.3.d <u>La poudre</u>

Ce sont toutes les particules restantes, qualifiables de pulvérulentes (ou divisées) mais qui peuvent différer des particules de TA6V originales. Elles composent en nombre la majorité des résidus récupérés.

Pour la suite de l'étude, on choisit de se focaliser sur les résidus « fins » et d'écarter ceux dont la taille est supérieure à 3 mm, à savoir les agglomérats frittés et les scories allongées. Bien que très peu nombreux, ils gêneraient l'observation des autres résidus (que ce soit au granulomètre ou au MEB). D'autre part, ils sont déjà « représentés » métallurgiquement dans les résidus fins car certains agglomérats frittés ont été cassés et dispersés avec la poudre lors du tamisage. Pour ce qui est de la matière fondue, on dispose déjà des scories compactes que l'on suppose représentatives des scories allongées.

VI.5.1.4 Évolution de la granulométrie des refus de tamisage

On s'est intéressé à la distribution granulométrique de ces résidus fins aux différents niveaux de recyclage (voir Graphe VI-4). On remarque que tous les refus de tamisage comportent des particules inférieures aux mailles du tamis (90 µm). Contrairement aux particules tamisées, ces refus de tamisage présentent des distributions différentes aux différents niveaux de recyclage. On a voulu vérifier qu'il ne s'agissait pas d'artefacts de mesures (présence d'un contaminant, formation de bulles). On a donc effectué plusieurs fois les mesures de ces lots en nettoyant soigneusement le circuit de mesure et en variant les paramètres opératoires (vitesse de mélange, niveau d'ultrasons, quantité de tensioactif). On a également vérifié de nouveau des lots connus pour s'assurer de la pertinence des mesures. Il faut tout de même noter que les quantités à analyser étaient relativement faibles et très hétérogènes en tailles.



90%

80%

70%

60%

50%

40%

30%

20%

10%

0%

1000

A) Poudre neuve refusée (T0)

Fraction volumique (T22)

raction numérique (T22

22%

20%

18%

16%

14%

12%

10%

8%

6%

4%

2%

0%

10

Fraction







Classe de taille (µm)

100

C) Poudre refusée au deuxième recyclage (T22) D) Poudre refusée au troisième recyclage (T32)



En (**A**), la distribution de taille des particules neuves refusées au tamisage est fort ressemblante à celle de la poudre neuve <u>après</u> tamisage au tamis de 90 μ m (voir **Graphe VI-3**). Toutefois, ses tailles caractéristiques (**d**₁₀, **d**₅₀, **d**₉₀) sont presque deux fois plus importantes pour un **span** quasiment identique (voir **Tableau VI-8**).

En (**B**), on voit qu'une première utilisation de la poudre fait apparaître 2 classes granulométriques. Une première population de particules représente l'écrasante majorité en numérique : elle montre un pic en volume vers 60 μ m et s'étale d'environ 25 μ m à plus de 200 μ m, donc bien au-delà des mailles du tamis (90 μ m). Cette première population se distingue de la deuxième, qui représente à peu près la même proportion volumique de matière mais à une distribution granulométrique 10 fois plus importante. Elle présente un pic vers 600 μ m et s'étend jusqu'à 3 mm de diamètre équivalent. On suppose que cette population est composée des scories compactes, tandis que la classe inférieure comprend quant à elle la poudre à proprement parler.

En **(C)**, après deux utilisations successives, on constate une distribution similaire avec une légère prédominance de la seconde population en volume.

Enfin, en (**D**), après trois recyclages, on n'observe plus que la première classe de taille. Les fractions volumiques et numériques se rapprochent, même si le volume est d'abord assuré par des grosses particules et la quantité par des petites particules (les plus nombreuses étant aux alentours de $35 \mu m$ de diamètre équivalent). Il est possible que l'absence de la seconde population soit due à la faible quantité de refus de tamisage à ce niveau. Les résultats sont donc logiquement peu (ou pas) représentatifs des grosses particules.

Lot de poudre		d ₁₀ (μm)	d ₅₀ (μm)	d ₉₀ (μm)	span	Distribution
Poudre neuve refusée	T0	73,8	107	153	0,737	Monomodale
Poudre refusée au premier recyclage	T12	50,1	314	1220	3,717	Bimodale
Poudre refusée au deuxième recyclage	T22	60,2	325	1030	2,971	Bimodale
Poudre refusée au troisième recyclage	T32	40,8	76,8	140	1,287	Monomodale

Tableau VI-8 : Évolution de la taille des particules refusées au tamisage après le second cycle de chaque séquence (par granulométrie laser)

VI.5.1.5 Défauts caractéristiques des refus de tamisage

Tout comme avec les poudres neuves et recyclées, on a observé les particules bloquées au tamisage, au microscope électronique à balayage (MEB en mode électrons secondaires et rétrodiffusés). On a veillé à disposer des particules de toutes tailles sur la surface du scotch carbone, toujours en ne considérant que les résidus fins (poudre et scories compactes). Plusieurs types de défauts ou spécificités se dégagent de ces observations (voir **Figure VI-14**).





D) Particules lisses **T12** (SE X200)



E) Surface d'une particule lisse (traces d'oxydes) T32 (SE X2000)

F) Particule lisse de fort diamètre **T22** (SE X500)

Figure VI-14 : Défauts rencontrés dans les refus de tamisage (observation MEB en mode SE et BSE)

En (A), on constate que les plus « gros » résidus sont des agglomérats de particules fondues. Il s'agit en fait d'une fusion partielle car on peut encore distinguer à la surface libre des agglomérats la forme des particules non fondues. Ces agglomérats sont probablement issus d'éjections liquides du bain que des particules viennent impacter. On a pu observer durant la fabrication qu'une partie des particules projetées ricochait sur les bords du bain liquide. Cela se produit quelle que soit la configuration de travail, qu'il y ait ou non de l'interaction laser/poudre.

On rencontre également de nombreux agglomérats de taille inférieure, en (B). Ils se composent de particules non plus emprisonnées dans de la matière fondue mais collées ou frittées ponctuellement les unes aux autres. Une forte oxydation est présente aux liaisons entre particules (ce point sera abordé à la section VI.6.2.1, Figure VI-27).

Quelques particules de très grande taille sont visibles, en (C), pouvant atteindre plusieurs centaines de µm suivant un axe. Elles présentent une morphologie plus homogène et régulière que les agglomérats de particules fondues, en (A). Elles ont donc très certainement subi un apport énergétique supérieur, même si on ne peut pas affirmer en l'état qu'elles sont entièrement passées en phase liquide à un moment donné de la fabrication. On peut logiquement penser qu'il s'agit de résidus que l'on a définis comme les scories compactes. Une forte oxydation est présente sur toute la surface de ces macro-particules (de nouveau, ce point sera abordé à la section VI.6.2.1, Figure VI-27).

Si l'on regarde maintenant la majorité des particules composant le refus de tamisage, en (**D**), on constate qu'elles présentent un aspect plus lisse que les particules de TA6V neuves. Elles semblent également plus sphériques que ces dernières. L'observation fine de ces particules lisses, en (**E**), témoigne d'une refusion – du moins en surface.

Quatre scénarios peuvent expliquer la formation de ces particules :

- 1. Il peut tout d'abord s'agir de particules projetées par la buse et portées à fusion par le laser sans avoir rencontré le bain liquide et ayant refroidi suffisamment vite pour ne pas se déformer à l'impact dans le bac de récupération de poudre. Autrement dit, elles s'apparentent à des particules de poudre ré-atomisées lors de la projection.
- 2. Deuxième scénario, il peut s'agir de particules ayant seulement refondu en surface, sans qu'elles n'aient été en contact avec le bain liquide. Là aussi, le refroidissement avant l'impact serait suffisant pour empêcher la déformation des particules.
- 3. Troisième scénario : ces particules seraient des éjections du bain liquide, atomisées en vol. Ces éjections seraient alors causées par l'impact des particules projetées en bordure de bain. Ces particules « froides » (ou du moins à l'état solide) viendraient arracher des gouttelettes du bain liquide.
- 4. Quatrième et dernier scénario : des particules « froides » venant ricocher sur le bain en emportant avec elle une petite quantité de TA6V à l'état liquide, laquelle se solidifierait autour de la particule initiale.

Ces scénarios sont exclusifs pour une même particule mais il est tout à fait possible que plusieurs d'entre eux coexistent à l'échelle du lot de poudre. On peut remarquer que certaines de ces particules lisses ont un diamètre supérieur à celui de la poudre projetée (exemple en (**F**), une particule de 170 μ m de diamètre). Cela implique nécessairement un apport de matière à partir du bain de fusion (scénario 3 ou 4).

On peut observer sur certaines particules lisses des zones circulaires à forte rugosité qui sont d'anciens cols de diffusion après que des satellites aient été arrachés, comme sur la **Figure VI-15** en (G), (H) et (I). Dans quelques cas, le col de diffusion est assez épais par rapport à la taille des particules, comme en (J).

Comme dans les poudres tamisées, on trouve des satellites : de petites particules collées autour d'une plus grosse particule, comme en (K). On note que ces petites particules ont formé des ondulations concentriques en heurtant la surface de la grosse particule. Cela suggère qu'à l'impact cette surface était encore suffisamment déformable puis qu'elle s'est solidifiée avant d'avoir pu retrouver une surface lisse. Ce phénomène est également visible sur des particules de plus petite taille, comme en (L) où l'on voit que seule l'une des deux particules impactées était suffisamment fluide. Dans le cas de petites particules, cette déformation peut donner un aspect écrasé, comme en (M).

On trouve plusieurs particules creuses. Si, comme en (**N**), celles-ci ne sont pas lisses, c'est que la porosité de gaz occlus ne s'est pas formée durant la projection. Elle était déjà présente dans la poudre initiale. Enfin, en (**O**), on constate la présence de « splats » de matière fondue venue s'enrouler autour de particules existantes.



G) Arrachement de satellites collés H) Arrachement de satellites collés I) Arrachement de satellites collés (détail) (détail) **T22** (SE X2000)

T22 (SE X5000)

T22 (SE X5000)



J) Cols de diffusion entre particules oxydées **T22** (SE X1000)



K) Satellites **T22** (SE X500)



L) Particule déformée **T12** (SE X2000)



M) Particule écrasée **T12** (SE X2000)



N) Particule creuse **T22** (SE X1000)



O) Splat **T12** (*SE X1000*)

Figure VI-15 : Défauts rencontrés dans les refus de tamisage – suite (observation MEB en mode SE)

VI.5.2 Étude de la densité et de la porosité

On veut déterminer qualitativement et quantitativement la présence de gaz occlus dans les particules de poudre neuve comme recyclée. En effet, on a vu précédemment que certaines particules s'étaient révélées creuses. Pour se faire une première idée de la porosité intra-particulaire, on enrobe chaque lot de poudre de **R0** à **R3** dans de la résine durcissable que l'on polit ensuite mais sans procéder à une attaque chimique. On obtient ainsi des vues en coupe des particules, que l'on observe au microscope optique (voir **Figure VI-16**). On procède à des balayages visuels sur l'ensemble de la surface observable, à divers grandissements.



Figure VI-16 : Porosités de gaz occlus rencontrées dans la poudre enrobée et polie (observation MO)

Ces observations ne révèlent pas de porosités intra-particulaires en quantité importante, quel que soit le niveau de recyclage. Bien qu'il ne s'agisse pas d'une analyse quantitative, on estime que chaque enrobage est représentatif du lot de poudre enrobée. En effet, la surface observable de l'enrobage est d'environ 490 mm² (soit 1600 fois la surface montrée dans un cliché à grandissement X200, comme en **Figure VI-16**).

Il faut noter que ce type d'observation ne permet pas d'obtenir de manière fiable la taille des particules observées. En effet, on ne peut voir des particules que leur section par le plan de coupe (dû au polissage), or celui-ci ne traverse pas nécessairement les particules par leur plan médian (correspondant à leur diamètre maximal).

Pour quantifier ces porosités de gaz occlus, on a analysé les lots de poudre au pycnomètre à hélium. Chaque essai a fait l'objet de 10 mesures (voir **Graphe VI-5**). Le tracé de ces résultats met en évidence une augmentation de la densité apparente de la poudre avec le niveau de recyclage. Cela nous permet de quantifier la proportion de porosités fermées, qui décroît avec le niveau de recyclage. Il semblerait donc que les utilisations successives de la poudre recyclée permettent de diminuer les porosités de gaz occlus – ou de les transformer en porosité ouverte. Ce constat n'est valable que pour la poudre tamisée (donc inférieure à 90 μ m).

Cela pourrait s'expliquer par la rapide montée en température des particules lors de la projection, entrainant simultanément une augmentation de la pression interne du gaz occlus et une déformabilité accrue des particules, lesquelles éclatent, transformant les porosités fermées en porosités ouvertes (voir **Figure VI-17**).



Graphe VI-5: Évolution de la porosité fermée et de la densité apparente de la poudre suivant son niveau de recyclage (mesure au pycnomètre à hélium) – avec ρ_{TA6V} = 4.43 g/cm³







VI.5.3 Étude de l'écoulement

On a voulu déterminer si les niveaux de recyclage successifs avaient un impact sur l'écoulement de la poudre dans la machine et au travers de la buse de projection. On a pour cela suivi la procédure normée de mesure à l'entonnoir de Hall, ou *Hall-flowmeter* en anglais (AFNOR, 2014).

Cela consiste à chronométrer le temps d'écoulement d'une masse de 50 g de poudre à travers un entonnoir normé. Celui-ci comprend un cône interne d'angle 60° dont la surface présente une rugosité arithmétique **Ra** inférieure à $0.4 \,\mu$ m. La poudre s'écoule librement au travers d'un orifice cylindrique de diamètre 2.5 mm (soit une surface de passage qui forme un **disque de 4.91 mm²**). La buse de projection, quant à elle, projette la poudre (et le gaz porteur) à son extrémité entre un cône externe de diamètre 8 mm et un cône interne de diamètre 6 mm et d'angle 42°. L'écoulement se fait donc à travers un espacement formant **une couronne d'épaisseur 1 mm et de surface 21.99 mm²**. L'écart est donc plus faible qu'avec l'entonnoir de Hall, tandis que la surface de passage totale est supérieure. Chaque essai est moyenné sur 3 mesures. L'humidité est connue pour avoir un effet néfaste sur la capacité d'écoulement des poudres. On a donc procédé à des essais avec et sans étuvage de la poudre.



Graphe VI-6 : Évolution de l'écoulement de la poudre suivant son niveau de recyclage (mesure à l'entonnoir de Hall)

Il n'y a pas d'évolution clairement définie entre la vitesse d'écoulement et le niveau de recyclage (voir **Graphe VI-6**). En revanche, les résultats montrent un meilleur écoulement de la poudre étuvée, hormis pour la poudre neuve. Les résultats après étuvage sont également moins dispersés. Le plus grand écart entre poudre étuvée et non étuvée est obtenu avec la poudre recyclée 2X. Rapporté en débit massique, il correspond à un **Dm** = 84.7 g/min pour la poudre étuvée contre **Dm** = 76.8 g/min pour la poudre non étuvée.

Ces valeurs sont bien supérieures à celles obtenues en pratique sur la machine Optomec. Il faut cependant noter que ces débits sont ceux d'une poudre libre dans les conditions de mesure, bien supérieurs aux débits que peuvent offrir les machines, distributeurs et buses actuelles (moins de 30 g/min pour le TA6V). Quant à l'effet néfaste de l'étuvage sur la poudre neuve, il pourrait s'expliquer par la propreté en surface de cette poudre, dénuée de toute trace d'oxyde. C'est loin d'être le cas pour les poudres recyclées, qui présentent toutes de l'oxydation en surface (ce point sera traité à la section **VI.6.2.1**).

Il est d'usage de considérer que des particules métalliques aux surfaces oxydées se réarrangent mieux et présentent moins de friction entre elles que des particules aux surfaces non oxydées. L'indice de Carr (I_c) ou l'indice d'Hausner (I_H) permettraient de quantifier cet état de friction entre particules – et donc leur aptitude à s'écouler (on n'a cependant pas jugé utile de faire ces mesures ici).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

VI.6 Comparaison des poudres neuves et recyclées – aspects chimiques

VI.6.1 Étude microstructurale

VI.6.1.1 Microstructure en surface des refus de tamisage

On a observé la surface des particules modifiées durant la projection (particules « lisses »). Celles-ci présentent une structure lamellaire (voir **Figure VI-18**), traduisant un refroidissement inférieur à 20 °C/s depuis le domaine β après qu'elles aient été portées au-dessus du transus β par le laser avec ou sans fusion ou plus probablement traduisant un réchauffage de la surface des particules au-delà de la température de déstabilisation de α' en $\alpha+\beta$. Des différences d'épaisseur de lattes α formées montrent une légère variation de la température de déstabilisation et de la vitesse de refroidissement, suivant les tailles de particules (dans le cas où c'est la première hypothèse qui est retenue), les plus petites connaissant logiquement un refroidissement plus rapide (voir **C** et **F**).



Figure VI-18 : Microstructures rencontrées en surface des particules lisses (refus de tamisage pour récupération de poudre – paramétrie peu énergétique)

La poudre récupérée à la suite des premiers cycles a également été tamisée, bien qu'elle n'ait pas servi à alimenter les séquences suivantes. Il est en effet intéressant d'observer les refus de tamisage obtenus car ils correspondent à des conditions opératoires réalistes (paramétrie énergétique permettant d'obtenir une « bonne » construction avec un rendement optimisé). L'observation des particules lisses révèle des microstructures de surface tantôt lamellaires (voir **Figure VI-19** en **A**, **B**, **C**), tantôt aciculaires (voir **Figure VI-19** en **D**, **E**, **F**).



Figure VI-19 : Microstructures rencontrées en surface des particules lisses (refus de tamisage pour caractérisation mécanique – paramétrie énergétique)

Cette deuxième morphologie traduit un éventuel refroidissement rapide depuis le domaine β (vitesse de trempe supérieure à 410 °C/s) ayant conduit à la formation d'aiguilles de martensite α ' perpendiculaires les unes aux autres (voir **E** et **F**). En revanche, la structure en vannerie témoigne d'un refroidissement lent (inférieur à 20 °C/s) avec présence des phases $\alpha+\beta$ (voir **B** et **C**). Rappelons que la vitesse de trempe d'une particule fusionnée est d'autant plus élevée que son volume est faible (grande surface spécifique). Dans notre cas, c'est pourtant la particule de plus grande taille qui montre en surface une microstructure trempée α' . On peut donc en déduire que les deux particules **P1** et **P2** ont connu des histoires thermiques différentes.

Dans un premier scénario, on peut imaginer que la particule **P2** soit restée solide sans avoir interagi avec le faisceau laser. Cela expliquerait qu'elle ait pu rester dans l'état microstructural d'une particule de poudre neuve (état trempé brut d'atomisation). En revanche, la particule **P1** semble être montée en température au-delà de la température de déstabilisation de la phase α' – mais en <u>deçà</u> du transus β – avant de subir un refroidissement lent (inertie thermique plus importante de par le fait que le refroidissement de la particule s'effectue dans le domaine solide).

Un autre scénario serait que ces deux particules **P1** et **P2** – de taille relativement importante (> 90 μ m) – soient des produits de la projection. Elles seraient alors issues d'un refroidissement à partir de la phase liquide. L'observation d'une coupe transverse de ces particules devrait permettre de conclure si l'ensemble du volume a été modifié par le faisceau laser ou seulement l'extrême surface.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

VI.6.1.2 Microstructure intra-particulaire

VI.6.1.2.a Évolution de la poudre recyclée et comparaison à la poudre neuve

Les particules enrobées et polies ont été attaquées au Kroll (2 m ℓ HF, 3 m ℓ HNO₃, 95 m ℓ H₂O, 15 secondes). Elles laissent apparaître en leur sein une structure martensitique aciculaire α , indépendamment de la taille des particules ou du niveau de recyclage (voir **Figure VI-20** et **Figure VI-21**). Aucune structure interne des particules de poudres recyclées ne présente une microstructure lamellaire α + β .

Leur microstructure interne reste alors inchangée par rapport à celle de la poudre neuve brute d'atomisation qui est aciculaire de type α '. Seule leur enveloppe externe pourrait être modifiée comme pour les refus de tamisage explicités précédemment. Nous allons voir que les propos tenus pour les poudres recyclées sont à revoir légèrement dans le cas des refus de tamisage.



Figure VI-20 : Microstructure interne de particules issues des lots R0 et R1 (poudre enrobée/polie/attaquée, observée au MEB en mode SE)



J) Poudre recyclée 3X (tamisée) K) Poudre recyclée 3X (tamisée) L) Poudre recyclée 3X (tamisée) R3 (SE X1000) R3 (SE X5000) R3 (SE X5000)

Figure VI-21 : Microstructure interne de particules issues des lots R2 et R3 (poudre enrobée/polie/attaquée, observée au MEB en mode SE)

VI.6.1.2.b Poudre refusée des cycles de récupération de poudre (paramétrie peu énergétique)

Toutes les particules de poudre refusée au tamisage possèdent une enveloppe caractéristique en surface (liseré clair sur les clichés, **Figure VI-22**). L'observation en coupe de cette enveloppe fait apparaître une couche α compacte en surface, qui pénètre vers l'intérieur de la particule (nettement visible en **I**, **Figure VI-23**). Il s'agit très certainement d'une couche de structure α enrichie en oxygène, dite *alpha case*, et ce bien que l'atmosphère soit peu oxydante.

Cette couche se forme lorsque le titane est soumis à des températures supérieures à 650 °C, en présence d'un élément stabilisant la phase α : en premier lieu l'oxygène, mais aussi l'azote (Eylon, et al., 1990). Cette couche *alpha case*, réputée fragile, forme une peau épaisse d'environ 1 µm qui recouvre entièrement les particules affectées thermiquement. Elle apparaît aussi bien dans le cas d'un refus de tamisage **T12** (voir **A**, **B**, **C**, **D**) que **T32** (voir **E**, **F**).



Figure VI-22 : Mise en évidence d'une couche *alpha case* sur des particules issues des lots T12 et T32 (poudre enrobée/polie/attaquée, observée au MEB en mode SE)

On observe plusieurs types de microstructure interne dans les poudres refusées (voir **Figure VI-23**). Pour un même refus de tamisage (**T12**), on observe aussi bien des microstructures aciculaires α' (voir G, H, I) que lamellaires $\alpha+\beta$ (voir J, K, L). Cela se retrouve également avec le refus de tamisage **T32** (où M, N, O montrent des microstructures $\alpha+\beta$ et P, Q, R des microstructures α').

La microstructure α' peut suggérer que la particule n'a pas été chauffée au-delà de la température de déstabilisation anisotherme de la martensite, ou en revanche que la particule s'est échauffée au-delà du transus β (avec ou sans passage à l'état liquide) puis refroidie depuis le domaine β à une vitesse supérieure à 410 °C/s. Cette seconde hypothèse semble plus probable.

Quant à la microstructure $\alpha+\beta$, elle suggère une complète déstabilisation anisotherme de la martensite ou un échauffement de la particule au-delà du transus β (avec ou sans passage à l'état liquide) suivi d'un refroidissement depuis le domaine β à une vitesse inférieure à 20 °C/s. C'est alors la première hypothèse qui semble la plus probable.

Certaines particules de très grande taille (\gg 90 µm) ont nécessairement été générées durant la projection. Elles montrent une structure interne martensitique α ' qui s'est développée à partir d'un bain liquide puis trempé au-delà de 410 °C/s depuis le domaine β (voir P, Q, R).





CONFIDENTIEL INDUSTRIE

VI.6.1.2.c Poudre refusée du premier cycle (paramétrie énergétique)

Le refus après tamisage à 90 µm du premier cycle de fabrication **T11** (paramétrie énergétique) montre une plus grande variété de microstructures que pour les refus des cycles suivants de chaque séquence – **T12**, **T22**, **T32** – réalisés avec une paramétrie moins énergétique (voir **Figure VI-24** et **Figure VI-25**). Les particules ont donc connu des histoires thermiques différentes :

- Les particules qui subissent une vitesse de trempe élevée (supérieure à 410 °C/s) depuis le domaine β montrent majoritairement une microstructure aciculaire issue de la transformation martensitique $\beta \rightarrow \alpha'$ (voir A, B, C, D).
- Certaines particules font apparaitre une déstabilisation partielle de la phase martensitique α' en $\alpha + \beta$, plus stables (voir **E**, **F**).



Figure VI-24 : Poudre enrobée/polie/attaquée du lot T11 (observation MEB en mode SE)

- Quelques particules montrent une microstructure équiaxe (en majorité) et aciculaire en intragranulaire (voir I, J). Il semble s'agir de particules satellites.
- Plus rarement, on peut trouver dans certains gros agglomérats de particules fondues une microstructure α +β dite de Widmenstätten. Celle-ci est formée d'épaisses lattes ayant germé depuis les anciens joints de grains β et de lattes tout aussi épaisses séparées par un fin ligament de β en intra-granulaire (voir K, L).
- Enfin, des particules montrent la présence de phases α lamellaire et nodulaire entourées d'un fin ligament de β (voir M, N).



Figure VI-25 : Poudre enrobée/polie/attaquée du lot T11 (observation MEB en mode SE) - suite

VI.6.2 Étude de la composition chimique de la poudre et des phases en présence

VI.6.2.1 Contamination en surface

VI.6.2.1.a Poudres recyclées

On a observé les poudres, déposées sur scotch, au MEB en mode SE (voir **Figure VI-26**). Au premier recyclage, on constate l'apparition d'une contamination visible en surface (voir **D** à **L**). La contamination est constituée majoritairement de nodules sphériques d'une dizaine de nanomètre en taille et parfois de cristaux géométriques de taille 5 à 10 fois supérieure. Il s'agit très certainement d'oxydes de titane de type TiO₂. La poudre neuve en est totalement exempte (voir **A**, **B**, **C**). On ne constate en aucun cas la présence d'enveloppe caractéristique des refus de tamisage (cf. section **VI.6.1.2.b**).



J) Poudre recyclée 3X (tamisée) K) Poudre recyclée 3X (tamisée) L) Poudre recyclée 3X (tamisée) R3 (SE X5000)

R3 (SE X20000)

R3 (SE X50000)



VI.6.2.1.b Refus de tamisage (paramétrie peu énergétique)

L'observation des refus de tamisage met en évidence une oxydation plus conséquente que dans les lots de particules recyclées (voir **Figure VI-27**). Celle-ci se répand à la surface des particules lisses (voir **A**). Elle peut également se trouver aux cols de diffusion interparticulaires (voir **B**, **C**). Les résidus de fusion issus de la projection (scories comme celles en **D**, **E**, **F**) sont bien plus oxydés que les particules individuelles non portées au-delà de T_f . Enfin, quelques rares agglomérats d'oxydes sont présents (voir **G**, **H**, **I**).



G) Refus de tamisage T12 (SE X2000)

H) Refus de tamisage T12 (SE X2000)

I) Refus de tamisage T12 (SE X5000)

Figure VI-27 : Poudre scotchée des lots T12, T13, T14 – détails (observation MEB en mode SE)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

VI.6.2.2 Cartographies X de particules neuves et recyclées

Des images X de chaque élément chimique du TA6V ont été menées sur des coupes transversales des particules neuves et recyclées, de différentes tailles, pour qualifier une éventuelle ségrégation chimique ou contamination intra-particulaire. Ces mesures ont été faites à l'aide d'une microsonde de Castaing sur des échantillons de poudre **R0** et **R3** enrobés, polis et métallisés au carbone (voir **Figure VI-28** et **Figure VI-29**). Les images X ne semblent pas être efficaces pour différencier les particules neuves de particules recyclées. On constate également que l'image X ne permet pas de rendre compte de la contamination en oxygène à la surface des particules recyclées, pourtant mise en évidence au MEB (couche d'*alpha case* et nanoparticules de TiO₂).



Figure VI-28 : Images X sur particules neuves de différentes tailles (R0)



Figure VI-29 : Images X sur particules recyclées de différentes tailles (R3)

VI.6.2.3 Dosage des éléments légers : carbone, azote, oxygène

Le carbone, l'azote et l'oxygène sont des éléments légers alphagènes dont on souhaite contrôler la teneur. Les valeurs attendues sont inférieures à 0.2 % en masse. On a procédé à une analyse WDS des poudres au moyen d'une microsonde de Castaing, mais celle-ci ne permettait pas d'obtenir des valeurs absolues fiables pour les teneurs attendues (voir **Annexe E** p. **308** et **Annexe F** p. **309**).

On a donc sous-traité la mesure de leur concentration massique. L'analyse s'est faite par fusion réductrice (voir **Graphe VI-7**). On constate que la teneur en carbone et en azote se maintiennent au fur et à mesure des recyclages. En revanche, le taux d'oxygène progresse avec les recyclages successifs (on rappelle que ceux-ci ont été réalisés <u>sans</u> dilution). Ainsi, on passe de 980 ppm pour **R0** (poudre neuve) à 1300 ppm pour **R3** (poudre recyclée 3X).



Graphe VI-7 : Évolution de la quantité de C, N et O dissous dans les poudres, exprimée en concentration massique, en fonction du niveau de recyclage (analyse par fusion réductrice)

L'oxydation la plus importante a lieu lors du premier recyclage de la poudre (+ 220 ppm). Malgré cette oxydation, la teneur en oxygène reste inférieure à la limite aéronautique de 2000 ppm, et ce même après trois recyclages successifs sans dilution. Il faut tout de même garder à l'esprit que la poudre a été récupérée dans un réceptacle froid mais aussi en grande partie entre les murs chauds, donc dans des conditions très variées.

VI.6.2.4 Phases présentes dans les particules

Des échantillons de poudre neuve (lot **R0**) et recyclée trois fois (lot **R3**) ont été analysés par diffraction X. La mesure s'est faite en surface de poudres déposées aléatoirement sur scotch carbone ainsi que sur des poudres enrobées et polies. On a cherché à déterminer si ces analyses mettaient en évidence l'apparition de phase β , ce qui indiquerait une déstabilisation de α' en $\alpha+\beta$. Les diffractogrammes obtenus n'ont cependant pas permis d'observer des pics de phase β , quel que soit l'échantillon. Cela ne présage pas pour autant l'absence de β . La couche d'*alpha case* et les fines particules d'oxydes n'ont également pas pu être mises en évidence par diffraction X.
VI.6.3 Étude des transformations de phases et d'état

Des échantillons de poudre représentatifs issus des différents lots ont été placés dans des creusets en alumine pour être étudiés par analyse thermique différentielle (*ATD*). Deux cycles ont été faits entre 20 °C et 1575 °C (le moyen de mesure ne permettant pas de monter jusqu'à la température de fusion du TA6V, 1660 °C), avec une vitesse de chauffe et de refroidissement de 10 °C/min, sous balayage dynamique d'argon de 3 L/h. Les thermogrammes ATD (voir **Graphe VI-8**) ne nous permettent donc pas d'en déduire l'intervalle de solidification (température de liquidus – température de solidus), mais on peut en revanche visualiser le transus β (noté T_{β}).

Il n'apparaît aucun décalage marqué de ce T_{β} en fonction du niveau de recyclage. La quantité d'oxydes – et plus particulièrement la quantité d'oxygène dissous – est trop faible pour observer une augmentation de T_{β} en fonction d'une augmentation de la teneur en oxygène, élément alphagène. La valeur de transus β que l'on retiendra est de **950** °C à la chauffe.



Graphe VI-8 : Thermogramme ATD de la poudre neuve R0 et des poudres recyclées R1, R2, R3 sous argon dynamique (3 L/h) de 20 °C à 1575 °C à 10 °C/min (à gauche) et zoom sur courbes lissées de part et d'autre du transus β de 600 °C à 1400 °C à la chauffe (à droite)

VI.6.4 Microdureté

Des essais de microdureté Vickers ont été menés sur des particules enrobées et polies choisies arbitrairement selon deux classes de tailles (30-45 µm et 75-90 µm). Plusieurs charges ont été testées (100 g, 50 g, 25 g), afin de déterminer celle permettant d'obtenir l'indentation la plus pertinente (représentative de la microstructure sans enfoncer la particule dans la résine d'enrobage). On a choisi la charge de 50 g, appliquée durant 10 s (voir **Graphe VI-9**). On note une légère augmentation de la dureté avec le niveau de recyclage, plus visible sur les grosses particules. Il est cependant difficile d'en tirer des conclusions car l'écart-type s'accroît significativement avec le niveau de recyclage.



Graphe VI-9 : Évolution de la microdureté Vickers de la poudre avec le niveau de recyclage (obtenue avec une charge de 50 g appliquée pendant 10 s)

VI.7 Conclusion du chapitre

Avant ces travaux, il n'existait en DLD aucune étude aussi complète du recyclage des poudres sur plusieurs niveaux. On a défini une procédure de recyclage permettant d'étudier 3 niveaux de recyclage de la poudre de TA6V, de granulométrie initiale 45-75 µm. Une masse de 32.5 kg de poudre a été utilisée, ne pouvant être modifiée une fois l'étude entamée. La consommation de poudre durant les essais s'est révélée fidèle à nos estimations. Cela nous a permis de recycler de la poudre jusqu'à 3 fois, sans dilution avec de la poudre neuve, comme souhaité. Les deux types de constructions de l'étude (murs et multimurs) nous ont permis de comparer des conditions énergétiques élevées (permettant d'obtenir des murs de bonne qualité pour la caractérisation métallurgique) et des conditions énergétiques faibles, pour la récupération de poudre (donnant lieu à des manques de liaison entre couches).

Le bilan de l'étude a mis en avant une excellente tolérance du procédé DLD aux recyclages successifs de la poudre utilisée. Pour les murs obtenus dans les conditions énergétiques élevées – les plus représentatives d'une utilisation industrielle – on ne déplore presque pas de chute du rendement massique, du taux de poudre récupérée ou de la fraction de poudre recyclée après tamisage à 90µm. Malgré une très légère diminution, ces trois critères sont maintenus à des valeurs élevées durant les 3 niveaux de recyclage étudiés : le rendement massique de fusion est compris entre 81 et 88 %, le taux de récupération de poudre entre 90 et 92 % et le taux de recyclage après tamisage entre 87 et 92 %.

On a mis en évidence la nécessité du tamisage avant toute réutilisation des poudres. En effet, la comparaison des poudres recyclées (passantes au tamis de 90 µm) et des refus de tamisage a révélé des différences significatives sur plusieurs points, quel que soit le niveau de recyclage et pour les deux conditions énergétiques étudiées. On a identifié 4 catégories de refus : des *agglomérats frittés* de plusieurs cm de long, des *scories allongées* (> 1 mm), des *scories compactes* (\leq 1 mm) et enfin les *refus de poudre* à proprement parler, de diamètre \geq 90 µm. On retiendra que l'adoption des conditions énergétiques suffisamment élevées permet d'éviter les deux premiers types tout en limitant fortement la quantité de résidus fins formés (scories compactes ou poudres).

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Si on compare la poudre neuve à celle issue des différents niveaux de recyclage (donc *après* tamisage), on retrouve à peu près la même taille moyenne de poudre ($d_{50} \sim 55 \mu m$), la même répartition granulométrique (monomodale) avec le même span, la même morphologie de particule (sphérique) et la même microstructure intra-particulaire (α ' aciculaire). On ne constate pas de contamination en carbone ou en azote. Aucune modification significative de la température de transus β et aucune tendance significative sur la dureté des particules de poudres recyclées ne sont observées.

En revanche, on constate que les poudres détiennent moins de porosités fermées et qu'elles s'oxydent à chaque utilisation. La contamination en oxygène la plus importante se fait lors de la première utilisation (980 ppm \rightarrow 1200 ppm). Malgré cela, le taux d'oxygène dans la poudre reste inférieur à la limite aéronautique de 2000 ppm, et ce même après trois recyclages successifs sans dilution. La vitesse d'écoulement est, quant à elle, bien meilleure avec une poudre étuvée et recyclée, suggérant que l'absence d'humidité et la présence d'oxydes en surface sont favorables au glissement entre particules.

Le recyclage des poudres de TA6V est donc possible en DLD – et ce plusieurs fois d'affilée – à condition d'effectuer un tamisage avant chaque utilisation et d'adopter une bonne « hygiène poudre »¹¹ : nettoyage systématique et rigoureux de la zone de travail avant et après projection, utilisation de tamis spécifiques à chaque niveau de recyclage, eux aussi nettoyés après chaque utilisation, identification précise de l'état de chaque lot de poudre. On doit également veiller à ce que la poudre recyclée soit le moins de temps possible en contact avec l'air ambiant, durant les manipulations, et toujours maintenue sous atmosphère inerte lors du stockage.

¹¹ Les protocoles de manipulation et de stockage des poudres métalliques ont fait l'objet d'un livrable FALAFEL rédigé par l'UTBM.

Bibliographie du chapitre

AFNOR. 2014. Norme NF E67-010. Fabrication additive - poudres - spécifications techniques. 2014.

AFNOR. 1993. Norme NF EN 24497. *Poudres métalliques - Détermination de la granulométrie par tamisage à sec.* 1993.

AFNOR. 2010. Norme NF EN 3923-1. *Poudres métalliques - Détermination de la masse volumique apparente, partie 1, méthode de l'entonnoir,* 2010.

AFNOR. 1993. Norme NF EN 3923-2. *Poudres métalliques - Détermination de la masse volumique apparente*. partie 2, méthode du volumètre de scott, 1993.

AFNOR. 2014. Norme NF EN ISO 4490. *Poudres métalliques - Détermination du temps d'écoulement au moyen d'un entonnoir calibré (appareil de Hall).* 2014.

AFNOR. 1993. Norme NF EN ISO 4491-1. *Poudres métalliques - Dosage de l'oxygène par les méthodes de réduction, partie 1 : directives générales,* 1993.

AFNOR. 1999. Norme NF EN ISO 4491-2. *Poudres métalliques - Dosage de l'oxygène par les méthodes de réduction. partie 2 : perte de masse par réduction dans l'hydrogène,* 1999.

AFNOR. 2006. Norme NF EN ISO 4491-3. *Poudres métalliques - Dosage de l'oxygène par les méthodes de réduction, partie 3 : oxygène réductible par l'hydrogène,* 2006.

AFNOR. 2013. Norme NF EN ISO 4491-4. *Poudres métalliques - Dosage de l'oxygène par les méthodes de réduction, partie 4 : oxygène total par réduction-extraction.* 2013.

Barralis, J., Maeder, G. 2002. *Précis de métallurgie*. Nathan. AFNOR, 2002.

Castel, B. 1995. Mise en forme des solides - Aspects théoriques. <u>*Techniques de l'Ingénieur.*</u> J 3380, 1995.

Colin, C. 2014. Cours au Collège Polytechnique. 2014.

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

Eylon, D. et Newman, J.R. 1990. Titanium and Titanium Alloy Castings. ed. J.R. Davis, in : <u>ASM</u> <u>Handbook–Properties and Selection : Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials</u>. 10^{ème} ed., ASM International, 1990, Vol. 2, pp. 634-646.

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

Maisonneuve, J. 2008. *Fabrication directe de pièces aéronautiques en TA6V et IN718 : projection et fusion sélective par laser.* <u>Thèse de doctorat</u>, MINES-ParisTech, 2008.

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

Saleh, K. et Guigon, P. 2009. Caractérisation et analyse des poudres. Propriétés physiques des solides divisés. *<u>Techniques de l'ingénieur</u>*. J 2251. 2009.

Vinson, P. 2015. Fabrication rapide et directe de pièces aéronautiques et spatiales au moyen d'un procédé additif et innovant - la fusion sélective par laser de lits de poudre métallique. <u>Thèse de doctorat</u>. MINES-Paristech, 2015.

Table des illustrations du chapitre

Figures

Figure VI-1 : Poudre de TA6V atomisée (observée au MEB en mode SE, en grandissement x50 à gauche, x300 au milieu et x1000 à droite)
Figure VI-2 : Exemples de défauts rencontrés dans les poudres métalliques issus d'atomisation (poudre de TA6V TLS 45-75 μm, observée au MEB en mode SE)
Figure VI-3 : Murs monocordons destinés aux essais de traction des différents niveaux de recyclage de la poudre de TA6V
Figure VI-4 : Obstruction de la buse de projection par des scories
Figure VI-5 : Multimurs monocordons destinés à la récupération de poudre pour alimenter les
séquences suivantes de l'étude
Figure VI-6 : Essai de construction – blocs massifs
Figure VI-7 : Essai de construction – multimurs monocordons
Figure VI-8 : Constructions de l'étude du recyclage au complet
Figure VI-9 : Poudre scotchée des lots R0, R1, R2, R3 – aspect global (observation MEB en mode SE)
Figure VI-10 : Satellites (à gauche) et agglomérat de particules collées ou frittées ponctuellement (à droite)
Figure VI-11 : Tamiseuse (à gauche), zoom dans le tamis de 90 μm (au milieu) et refus de tamisage récupéré (à droite)
Figure VI-12 : Formation d'agglomérats frittés près du substrat, entre les murs monocordons destinés
à la récupération de poudre (P1245 V500 Dm20)230
Figure VI-13 : Formation de scories allongées aux points de rebroussement des murs monocordons
destinés à la récupération de poudre (P1245 V500 Dm20)231
Figure VI-14 : Défauts rencontrés dans les refus de tamisage (observation MEB en mode SE et BSE)
Figure VI-15 : Défauts rencontrés dans les refus de tamisage – suite (observation MEB en mode SE)
Figure VI-16 : Porosités de gaz occlus rencontrées dans la poudre enrobée et polie (observation MO)
Figure VI-17 : Particule éclatée (à gauche) et particule ouverte (à droite)
Figure VI-18 : Microstructures rencontrées en surface des particules lisses (refus de tamisage pour
récupération de poudre – paramétrie peu énergétique)
Figure VI-19 : Microstructures rencontrées en surface des particules lisses (refus de tamisage pour
caracterisation mecanique – parametrie energetique)
Figure VI-20 : Microstructure interne de particules issues des lots RU et RI (poudre
Eigune VI 21 : Microstructure interne de particular ignore des late P2 et P2 (poudre
anrabás (nelis (attaquás absorvás au MEP on mode SE)
Figure VI-22 : Mise on évidence d'une couche alpha case sur des particules issues des lets T12 et T22
(noudre enrobée/nolie/attaquée observée au MER en mode SE)
Figure VI-23 · Microstructure interne de particules issues des lots T12 et T32 (noudre
enrobée/polie/attaquée, observée au MEB en mode SE)
Figure VI-24 : Poudre enrobée/polie/attaquée du lot T11 (observation MEB en mode SE)
Figure VI-25 : Poudre enrobée/polie/attaquée du lot T11 (observation MEB en mode SE) – suite247
Figure VI-26 : Poudre scotchée des lots R0, R1, R2, R3 – détails (observation MEB en mode SE) 248
Figure VI-27 : Poudre scotchée des lots T12, T13, T14 – détails (observation MEB en mode SE) 249

Figure VI-28 : Images X sur particules neuves de différentes tailles (R0)	250
Figure VI-29 : Images X sur particules recyclées de différentes tailles (R3)	250

Graphes

Graphe VI-1 : Évolution de la quantité de poudre (à gauche) et du taux de récupération après projection
(à droite)
Graphe VI-2 : Évolution du rendement (à gauche) et du taux de recyclage (à droite)
Graphe VI-3 : Évolution de la distribution de la taille des particules tamisées (mesure par
grandionieu le lasel J
Graphe VI-4 : Evolution de la distribution de la talle des particules refusees au tamisage après le
second cycle de chaque séquence (mesure par granulométrie laser)
Graphe VI-5: Évolution de la porosité fermée et de la densité apparente de la poudre suivant son niveau
de recyclage (mesure au pycnomètre à hélium) – avec ρ_{TA6V} = 4.43 g/cm ³ 238
Graphe VI-6 : Évolution de l'écoulement de la poudre suivant son niveau de recyclage (mesure à
l'entonnoir de Hall)
Graphe VI-7 : Évolution de la quantité de C, N et O dissous dans les poudres, exprimée en concentration
massique, en fonction du niveau de recyclage (analyse par fusion réductrice)
Graphe VI-8 : Thermogramme ATD de la poudre neuve R0 et des poudres recyclées R1, R2, R3 sous
argon dynamique (3 L/h) de 20 °C à 1575 °C à 10 °C/min (à gauche) et zoom sur courbes lissées de
part et d'autre du transus β de 600 °C à 1400 °C à la chauffe (à droite)
Graphe VI-9 : Évolution de la microdureté Vickers de la poudre avec le niveau de recyclage (obtenue
avec une charge de 50 g appliquée pendant 10 s)253

Schémas

Schéma VI-1 : Principe de l'atomisation au gaz d'un métal	206
Schéma VI-2 : Démarche globale de l'étude du recyclage	210
Schéma VI-3 : Détail d'un cycle de l'étude du recyclage	216
Schéma VI-4 : Bilan final des cycles de l'étude du recyclage des poudres en DLD	221

Tableaux

Tableau VI-1 : Abréviations utilisées dans le Chapitre VI	
Tableau VI-2 : Notations utilisées dans le Chapitre VI	
Tableau VI-3 : Méthodes et protocoles normalisés de mesure de certaines caractéristiques de l	a poudre
Tableau VI-4 : Influence des poudres utilisées en DLD	
Tableau VI-5 : Bilan des constructions de l'étude du recyclage	
Tableau VI-6 : Caractérisations effectuées et notations des lots de poudre correspondant	
Tableau VI-7 : Évolution de la taille des particules recyclées (mesure par granulométrie laser)226
Tableau VI-8 : Évolution de la taille des particules refusées au tamisage après le second cycle d	e chaque
séquence (par granulométrie laser)	



Chapitre VII Effet du recyclage et des traitements

thermiques sur les propriétés mécaniques

<u> Résumé :</u>

Ce dernier chapitre fait directement suite à l'étude du recyclage des poudres. Il vise à déterminer les propriétés finales que l'on peut obtenir dans une pièce en TA6V fabriquée par DLD à forte productivité, avec de la poudre neuve ou recyclée, à l'état brut de fabrication comme après post-traitement thermique.

On commencera par situer les propriétés en traction du TA6V que l'on peut attendre au regard de résultats précédents, en DLD comme dans d'autres procédés de fabrication additive métallique. On évoquera ensuite les aspects de la construction couche par couche qui ont un impact sur les propriétés mécaniques d'une pièce brute de fabrication par DLD.

On présentera ensuite deux traitements thermiques permettant de modifier les propriétés du brut de fabrication, en explicitant les transformations métallurgiques induites : un traitement de détensionnement destiné aux pièces faiblement sollicitées et un traitement de remise en solution + revenu pour les pièces fortement sollicitées.

On détaillera la méthodologie d'obtention des éprouvettes dans les murs, puis on quantifiera l'influence du niveau de recyclage sur les propriétés métallurgiques et mécaniques du TA6V (poudre neuve recyclée 1X, 2X, 3X). On s'intéressera également au sens de sollicitation (parallèlement ou perpendiculairement aux couches) ainsi qu'aux post-traitements thermiques appliqués, en prenant comme référence l'état brut de fabrication, lui-même comparé à l'état coulé et à l'état forgé.

Sommaire du chapitre

propriétés mécaniques	259
Sommaire du chapitre	260
Nomenclature du chapitre	260
VII.1 Introduction	262
VII.2 Propriétés mécaniques de pièces en TA6V fabriquées par DLD	
VII.2.1 Propriétés mécaniques du TA6V pour divers procédés de fabrication additive	
VII.2.2 Particularités de la fabrication additive sur les propriétés en traction du TA6V	264
VII.3 Traitements thermiques et microstructures	267
VII.3.1 Microstructure brute de fabrication	267
VII.3.2 Traitement haute température (HT) pour les pièces fortement sollicitées	269
VII.3.3 Traitement basse température (BT) pour les pièces faiblement sollicitées	271
VII.4 Évolution des propriétés mécaniques avec le recyclage	272
VII.4.1 Méthodologie expérimentale	272
VII.4.2 Détermination des propriétés mécaniques en traction	274
VII.4.3 Courbes de traction et résultats	277
VII.4.4 Évolution de la rigidité (module de Young)	
VII.4.5 Évolution de la résistance mécanique	
VII.4.6 Évolution de la ductilité	284
VII.5 Conclusion du chapitre	290
Bibliographie du chapitre	292
Table des illustrations du chapitre	

Nomenclature du chapitre

Abréviation	Signification
BSE	MEB utilisé en mode électrons rétrodiffusés (B ack S cattered E lectrons)
ВТ	Traitement thermique B asse T empérature
CIC	Compaction Isostatique à Chaud (= HIP)
DLD	Direct Laser Deposition (Dépôt Direct par Laser)
DMD	Direct Metal Deposition (Dépôt Direct de Métal)
EBM	Electron Beam Melting
FALAFEL	Fabrication Additive par LAser et Faisceau d'ELectrons
HIP	Hot Isostatic Pressing (= CIC)
НТ	Traitement thermique H aute T empérature

Abréviation	Signification
MEB	Microscopie Électronique à Balayage
RMS	ReMise en Solution
SL	Sens de sollicitation Longitudinal (= parallèle aux couches)
SLM	Selective Laser Melting
ST	Sens Transversal (= perpendiculaire aux couches)
TA6V	Appellation usuelle de l'alliage de titane Ti-6Al-4V

Tableau VII-1 : Abréviations utilisées dans le Chapitre VII

Notation	Unité	Description
Α	%	Allongement à rupture (= déformation plastique maximale)
At	%	Allongement total à rupture (= déformation élastique <u>et</u> plastique maximale)
Dm	g/min	Débit massique de poudre en sortie de buse
Е	GPa	Module de Young (= module d'élasticité)
Em	J/g	Énergie massique (= puissance rapportée au débit massique)
F	N	Charge appliquée
HV	HV	Dureté Vickers
L	mm	Longueur instantané
L ₀	mm	Longueur initiale calibrée entre couteaux de l'extensomètre (= zone utile)
n	-	Coefficient d'écrouissage
Р	W	Puissance du faisceau laser incident
RO	-	Poudre neuve
R1	-	Poudre recyclée 1X
R2	-	Poudre recyclée 2X
R3	-	Poudre recyclée 3X
Rm	MPa	Résistance maximale à la traction
Rp	MPa	Limite d'élasticité apparente (= limite d'écoulement Re)
Rp _{0.2}	MPa	Limite d'élasticité conventionnelle à 0.2 % de déformation plastique
Ru	MPa	Contrainte à rupture
S	mm	Section instantanée
S ₀	mm	Section initiale de la zone utile de l'éprouvette
T _{dest.α'}	°C	Température de recuit minimale pour déstabiliser la phase α'
Τβ	°C	Température de transus bêta
V	mm/min	Vitesse de déplacement de la buse (= vitesse de balayage du faisceau laser)
Х	-	Direction de dépôt des cordons et des murs monocordons
Y	-	Direction perpendiculaire à la direction de dépôt des cordons et des murs
Z	-	Direction de construction (perpendiculaire aux couches)
α	-	Phase alpha du titane
α'	-	Phase martensitique alpha prime
β	-	Phase bêta du titane
ΔL	mm	Allongement mesuré (= L- L ₀)
3	%	Déformation conventionnelle (= allongement relatif : $\Delta L/L_0$)
εν	%	Déformation rationnelle (= déformation vraie : $\Delta L/L$)
σ	MPa	Contrainte conventionnelle (= charge unitaire : F/S ₀)
σν	MPa	Contrainte rationnelle (= contrainte vraie : F/S)

Tableau VII-2 : Notations utilisées dans le Chapitre VII

261

VII.1 Introduction

Les propriétés mécaniques des pièces construites par DLD conditionnent leur utilisation. La connaissance de ces propriétés est donc primordiale. En raison de leur histoire thermique particulière (cf. <u>Chapitre V</u>), les pièces construites par DLD possèdent un comportement mécanique encore mal connu. On a en particulier souhaité déterminer les propriétés en traction des pièces en TA6V fabriquées dans le cadre de ces travaux de thèse.

Les constructions considérées sont des murs monocordons afin de s'affranchir d'éventuels défauts de stratégie de fabrication (manque de recouvrement entre cordons) et de simplifier l'évolution thermique dans la pièce (seulement dans le sens de montée des couches). Il s'agit des murs issus des premiers cycles de chaque séquence de l'étude du recyclage (voir **Chapitre VI**). Pour la poudre neuve et pour chacun des 3 niveaux de recyclage, on a donc construit 3 murs dans des conditions identiques pour déterminer les propriétés mécaniques.

Les objectifs de cette étude sont les suivants :

- Caractériser métallurgiquement l'influence du recyclage sur les constructions (nature, composition et morphologie des phases en présence, morphologie et taille des grains, défauts (défauts de surface, défauts microstructuraux, etc.) et contaminants (particules de poudre étrangères, etc.)).
- Caractériser mécaniquement l'influence du sens de sollicitation des éprouvettes de traction (parallèlement et perpendiculairement aux couches).
- Caractériser mécaniquement l'influence du traitement thermique après fabrication (pièces laissées brutes de fabrication, traitement d'homogénéisation, détensionnement).
- Caractériser mécaniquement l'influence du recyclage (pièces fabriquées à partir de poudre neuve et à partir de poudre recyclée 1X, 2X ou 3X).

VII.2 Propriétés mécaniques de pièces en TA6V fabriquées par DLD

VII.2.1 Propriétés mécaniques du TA6V pour divers procédés de fabrication additive

Avant d'aborder l'étude de caractérisation mécanique proprement dite, il est utile de rappeler comment se positionne le procédé DLD par rapport aux autres procédés de fabrication additive. Parmi toutes les caractérisations permettant de déterminer des propriétés mécaniques (résistance, ductilité, ténacité, résilience, etc.), les essais en sollicitation monotone (traction) et en sollicitation cyclique (fatigue) sont les plus répandus.

On s'intéresse ici principalement aux propriétés en traction uniaxiale les plus communes dans la littérature. La résistance maximale à la traction **Rm** (ou UTS, pour *Ultimate Tensile Strength*) est la contrainte la plus élevée que peut supporter le matériau avant rupture. La limite d'élasticité **Rp** (ou YS, pour *Yield Stress*) est la contrainte maximale que peut subir le matériau avant de se déformer plastiquement. L'allongement à rupture **A** (*elongation to failure* en anglais) est l'allongement relatif de l'éprouvette reconstituée <u>après</u> rupture, exprimé en pourcentage. La démarche du calcul de ces valeurs sera détaillée dans la section **VII.4.2**.

Les propriétés en traction du TA6V pour plusieurs procédés de fabrication additive ont été comparées dans un même graphe par *B. Dutta* (voir **Graphe VII-1**). Une seule valeur est donnée par procédé pour chaque propriété. La résistance maximale **Rm** (en ordonnée, symbole plein) et la limite d'élasticité **Rp** (en ordonnée, symbole vide) sont représentées en fonction de l'allongement à rupture **A** (en abscisse).



Graphe VII-1 : Comparaison des propriétés en traction à l'ambiante (Rm, Rp, A) et des microstructures typiques de pièces en TA6V obtenues au moyen de divers procédés de fabrication additive + comparaison avec le TA6V coulé et forgé (les symboles pleins représentent Rm, les symboles vides représentent Rp)

(Dutta, et al., 2015), d'après (Koike, et al., 2011) (Wang, et al., 2013) (Lampman, 1990)

On constate que les procédés utilisant un laser comme source énergétique (DMLS – *Direct Metal Laser Sintering* et DMD – *Direct Metal Deposition*, équivalent au DLD) permettent d'atteindre les résistances les plus élevées (**Rm** et **Rp**), mais au détriment de la ductilité (**A** les plus faibles). En effet, l'utilisation de lasers donnent lieu aux vitesses de refroidissement les plus élevées, ce qui entraîne la formation d'une phase martensitique α' en grande quantité. L'utilisation d'un faisceau d'électron comme source énergétique (EBM = *Electron Beam Melting*) nécessite de travailler sous vide. En l'absence d'atmosphère gazeuse, l'évacuation de chaleur ne peut plus se faire par convection, ce qui entraîne un refroidissement plus lent et se traduit par la formation d'une microstructure $\alpha+\beta$ proche de l'équilibre et plus grossière. En conséquence, les pièces fabriquées par EBM montrent des valeurs de **Rm** et **Rp** plus faibles qu'en laser, mais avec un allongement à rupture **A** sensiblement supérieur.

Le procédé par fusion à l'arc d'un fil de TA6V (WAAM = *Wire Arc Additive Manufacturing*) entraîne une microstructure moins fine qu'en EBM, donnant lieu à un allongement légèrement supérieur, tout en conservant les mêmes valeurs de résistance mécanique. Enfin, le TA6V issu de coulée ou de forgeage présente les résistances mécaniques **Rm** et **Rp** les plus faibles mais la ductilité la plus élevée.

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Pour connaître plus en détail les propriétés en traction de pièces en TA6V obtenues au moyen de procédés de fabrication additive autres que le DLD, on pourra se référer au travail de synthèse effectué par *P. Li* (Li, P., et al., 2016). Celui-ci a regroupé les propriétés en traction obtenues par une douzaine d'auteurs pour les procédés de type fusion de lit de poudre par laser, fusion de lit de poudre par faisceau d'électrons, fusion de fil par laser et fusion de fil à l'arc. Pour chaque procédé, les propriétés sont analysées selon le sens de sollicitation et le traitement thermique appliqué, comme dans le présent chapitre.

La caractérisation mécanique sous charge cyclique ne sera pas traitée dans notre étude. Néanmoins, signalons que la tenue en fatigue est un axe d'étude majeur en DLD, la relative émergence de cette technologie expliquant le peu de travaux encore menés sur le sujet. Il est en effet nécessaire d'approfondir et de consolider les connaissances actuelles sur le comportement mécanique issu d'un tel procédé pour pouvoir envisager son utilisation dans le cas de pièces critiques en TA6V – ou en tout cas ayant un niveau de criticité supérieur aux applications actuelles. *P. Li* a rassemblé et analysé les quelques résultats disponibles dans la littérature sur le sujet, dans le cas d'une sollicitation cyclique uniaxiale (Li, P., et al., 2016). On pourra également se référer aux travaux de *P. A. Kobryn* (Kobryn, et al., 2001) ou encore à ceux de *A. J. Sterling* sur l'étude des mécanismes de rupture et la tenue en fatigue du TA6V en DLD (Sterling, Amanda J., et al., 2016).

VII.2.2 Particularités de la fabrication additive sur les propriétés en traction du TA6V

VII.2.2.1 Évolution des propriétés suivant le sens de construction

Comme on a pu le constater dans le **<u>Chapitre V</u>**, les murs construits par DLD présentent une anisotropie microstructurale selon l'axe de construction. Cette anisotropie se retrouve d'ailleurs dans d'autres procédés de fabrication directe, qu'ils soient par dépôt de matière ou par fusion d'un lit de poudre. *X. Tan* a par exemple étudié l'effet de la microstructure sur les propriétés de pièces en TA6V construites au moyen du procédé EBM (*Electron Beam Melting*) (Tan, Xipeng, et al., 2015). Il a notamment lié la taille des ex-grains β à la résistance mécanique d'éprouvettes de traction parallèlement aux couches, à différentes hauteurs de mur (voir **Graphe VII-2**).



Graphe VII-2 : Évolution de la limite d'élasticité d'éprouvettes en TA6V obtenues par EBM, dans le sens des couches, avec l'effet de la taille des grains β et l'effet de l'espacement entre grains colonnaires β (à gauche) ; Représentation de la microstructure dans le plan XZ (à droite) d'après (Tan, Xipeng, et al., 2015)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Les microstructures obtenues sont similaires à celles que l'on a pu observer dans les murs associés aux paramétries **B** et **C**, les plus énergétiques (cf. <u>Chapitre V</u>). La loi de *Hall-Petch* stipule que dans le cas de grains équiaxes, la limite d'élasticité est proportionnelle à l'inverse de la racine carrée de la taille des grains. La limite d'élasticité augmente donc quand la taille des grains β diminue, comme on le retrouve sur le **Graphe VII-2**.

VII.2.2.2 Contraintes et déformations résiduelles

Les gradients thermiques élevés et les fortes vitesses de chauffe/refroidissement induits par le procédé DLD – combinés au cyclage thermique à chaque couche – peuvent engendrer des contraintes résiduelles dans les pièces fabriquées (Liu, et al., 2011). Ces contraintes peuvent limiter les propriétés mécaniques et la durée de vie des pièces. Lors du refroidissement, des déformations résiduelles peuvent également apparaître, altérant la précision géométrique des pièces (Dai, et al., 2002).

L'ampleur des contraintes résiduelles générées augmente avec le module d'élasticité **E** et la limite d'élasticité **Rp** du matériau (Rangaswamy, et al., 2005). Ces contraintes sont négatives (compression) au cœur de la construction et positives (traction) près des bords, ce qui se traduit par une courbure du substrat. Les contraintes résiduelles sont plus élevées en fin de dépôt qu'au début – d'où l'importance d'adopter une stratégie de fabrication permettant d'alterner le sens des couches. De plus, les contraintes négatives (compression) au cœur de la construction ont tendance à diminuer dans le sens de fabrication jusqu'à devenir positives (traction) en haut de la construction. Cette tendance est d'autant plus marquée que le nombre de couches formant la pièce est élevé (Shuangyin, et al., 2009).

Pour limiter les contraintes résiduelles, il est nécessaire de réduire les gradients thermiques en homogénéisant le plus possible la température lors de la fabrication couche par couche. Le réglage des paramètres opératoires **P**, **V** et **Dm** est le principal moyen d'y parvenir, mais pas le seul : mentionnons le préchauffage du substrat pour limiter les gradients thermiques à la chauffe, un maintien en température des couches déjà déposées pour limiter le gradient thermique lors du refroidissement, l'emploi d'une stratégie de balayage judicieuse ou encore un choix approprié de la forme du bain liquide (Beuth, et al., 2001). En effet, le manque de dilution d'une couche sur l'autre peut entraîner un décollement entre couches, comme on l'a observé dans le cas de murs monocordons dont la hauteur de zone refondue est faible ou nulle (voir **Figure VII-1**).



Figure VII-1 : Déformations résiduelles post-fabrication observées sur des murs monocordons présentant une mauvaise adhérence entre couches

VII.2.2.3 Constructions multi-cordons

Les pièces fabriquées par DLD peuvent se classer en deux catégories : d'un côté, les constructions monocordons – souvent appelées <u>murs fins</u> dans la littérature – telles que des parois peu épaisses de pièces ouvragées, et de l'autre côté les pièces avec recouvrement de cordons juxtaposés, aussi appelées <u>murs épais</u> dans la littérature. Cette deuxième catégorie – non étudiée expérimentalement dans le présent travail de thèse – induit une évolution thermique bien plus complexe que celle des constructions monocordons (cf. <u>Chapitre V</u>). En effet les gradients thermiques ne peuvent plus être ramenés à un problème unidimensionnel suivant le sens de construction.

À cela s'ajoute la modification des évolutions géométriques telles que définies dans les modèles empiriques des cordons et des murs monocordons, puisqu'il y a recouvrement de cordons – et apparition d'un nouveau paramètre à régler : l'écart-vecteur. Comme on vise plutôt un taux de recouvrement, il est nécessaire d'ajuster l'écart-vecteur en fonction de la largeur du cordon, donc en fonction d'un paramètre de sortie du procédé (cf. **Chapitre II**).

Enfin, les constructions multi-cordons font apparaître le risque de porosités entre cordons. Elles résultent de gaz piégé ou plus probablement d'un manque de matière lié à une mauvaise optimisation des paramètres du procédé – notamment pour le choix de l'écart-vecteur. Dans tous les cas, ces porosités ou manques de matière sont fortement préjudiciables à la tenue mécanique des pièces fabriquées puisqu'elles forment des sites préférentiels d'amorce de rupture, que ce soit sous une sollicitation monotone (traction) ou cyclique (fatigue). D'après *E. Amsterdam*, les murs fins présentent une limite d'élasticité et une résistance maximale plus élevées que les murs épais mais exhibent en revanche une ductilité plus faible (Amsterdam, et al., 2009).

L'application post-fabrication d'une compaction isostatique à chaud (CIC, ou HIP en anglais pour *Hot Isostatic Pressing*) permet de réduire la porosité fermée des pièces par l'application d'une forte pression isostatique à température élevée – sous réserve que le gaz occlus puisse diffuser rapidement à l'extérieur des pièces. Cela permet de densifier les constructions et d'améliorer significativement leur ductilité sans trop perdre en résistance, comme constaté par *P. A. Kobryn* (voir **Graphe VII-3**).





(Kobryn, et al., 2001)

Ces résultats ont été confirmés par *C. Qiu*, dans le cas d'une fabrication de murs multi-cordons par alternance de couches $[0^{\circ}/90^{\circ}]$. Les propriétés en traction sont issues d'éprouvettes cylindriques usinées dans des murs multi-cordons en TA6V d'épaisseur 16 mm, avec et sans HIP (Qiu, et al., 2015). Comme montré en **Graphe VII-4**, les résultats des essais de traction mettent en évidence un gain significatif sur l'allongement grâce au HIP : 17 % en moyenne après HIP contre 5 % dans le sens de fabrication (perpendiculairement aux couches) et 12 % parallèlement aux couches. *C. Qiu* observe une diminution de la limite d'élasticité et de la résistance maximale, en accord avec les résultats de *P. A. Kobryn*, alors que les éprouvettes étaient traitées thermiquement dans un cas et laissées brutes de fabrication dans l'autre cas.



Graphe VII-4 : Courbes de traction à vitesse de déformation constante (10⁻³ s⁻¹) d'éprouvettes de traction cylindriques usinées perpendiculairement aux couches (à gauche) et parallèlement aux couches (à droite), avant et après HIP (920°C/100MPa/4h et refroidissement au four ~5°C/min) (Qiu, et al., 2015)

VII.3 Traitements thermiques et microstructures

VII.3.1 Microstructure brute de fabrication

Les pièces fabriquées par DLD présentent une inhomogénéité macro et microstructurale issue de leur histoire thermique particulière. Comme on l'a constaté dans le <u>Chapitre V</u>, même des géométries simples (murs monocordons) montrent un panel varié de microstructures en changeant seulement les paramètres **P**, **V**, **Dm**.

Qui plus est, à paramétrie fixée, on constate une inhomogénéité macro- et microstructurale du mur dans la direction de construction, d'autant plus marquée que l'énergie massique **Em** est élevée. Les murs sont également soumis à des contraintes et/ou des déformations résiduelles. Ceux-ci sont visibles notamment par la flexion du substrat et par des décollements inter-couches ou inter-cordons dans le cas de manques de dilution.

La paramétrie utilisée pour construire les murs est issue de l'étude paramétrique. Il s'agit de la paramétrie **B** (P1245 V500 **Dm**10), dont la microstructure est rappelée en **Figure VII-2**. La partie utile des éprouvettes de traction se trouve en plein milieu de mur, dans la zone que l'on a désigné comme « intermédiaire » dans le **Chapitre V**. C'est la zone suffisamment éloignée du substrat pour ne pas trop subir son influence, ce qui limite la quantité de phase α' . Cette zone est également suffisamment loin du haut du mur pour ne plus subir de recuit à une température supérieure à T_{β} , évitant ainsi la formation d'une plus grande quantité de phase martensitique α' .

CONFIDENTIEL INDUSTRIE



Figure VII-2 : Microstructure brute de fabrication obtenue à partir de poudre neuve dans la paramétrie B (P1245 V500 Dm10)

Cette zone intermédiaire – dont la hauteur dépend du nombre de couches déposées – présente majoritairement des ex-grains β colonnaires de largeur comprise entre 1 et 1.5 mm et longs de plusieurs dizaines de millimètres. On observe également des ex-grains β équiaxes de taille millimétrique en bordure de mur. Les phases en présence dans cette zone intermédiaire sont majoritairement de type $\alpha+\beta$ avec éventuellement de la phase α' non encore destabilisée en $\alpha+\beta$. En effet, cette zone se trouve exposée à une température variant de T_{β} à $T_{dest.\alpha'}$ (cf. section V.4.5 p. 189).

Les propriétés mécaniques sont directement liées à la microstructure. La maîtrise et la répétabilité de celle-ci sont donc indispensables, que ce soit lors de la fabrication – en jouant sur les paramètres opératoires (comme étudié au **Chapitre V**) – ou par l'application d'un traitement thermique approprié après fabrication. On a souhaité étudier l'influence de ces post-traitements thermiques sur les propriétés mécaniques, en plus de l'influence des niveaux de recyclage et du sens de sollicitation. Une partie des murs ont été laissés bruts de fabrication pour servir de référence. Une étude d'optimisation des traitements thermiques avait été conduite par *J. Maisonneuve* sur des murs monocordons en TA6V produits par DLD (Maisonneuve, 2008). On choisit donc d'utiliser directement les deux stratégies optimales issues de cette étude (voir **Graphe VII-5**), en rappelant toutefois les buts recherchés par chacune et les mécanismes physico-chimiques mis en œuvre dans le matériau.



Graphe VII-5 : Stratégies de traitement thermique HT - Haute Température (à gauche) et BT - Basse Température (à droite)

VII.3.2 Traitement haute température (HT) pour les pièces fortement sollicitées

Rappelons tout d'abord deux aspects importants des alliages de titane, en opposition à la métallurgie des aciers. Tout d'abord, il n'y a pas de mécanisme homogène de germination avec diffusion, ce qui rend impossible toute régénération ou normalisation par un changement de phase. Cela confère aux alliages de titane une forte hérédité microstructurale. Une simple montée en température ne permet donc ni d'affiner ni d'homogénéiser la macrostructure (grains). Ensuite, il faut savoir que la transformation de phase des alliages de titane a un caractère *faiblement durcissant*. L'apparition de la phase martensitique α ' hors-équilibre lors d'une trempe n'est donc pas durcissante. (Combres, 2013).

Le mécanisme de durcissement principal provient de la précipitation d'une phase dure (α) dans une phase ductile (β). Cela s'obtient le plus souvent par déstabilisation de la microstructure α' formée lors d'une trempe en une microstructure $\alpha + \beta$. Les précipitations des phases ω , α'' ou α_2 (Ti₃Al) peuvent également durcir l'alliage mais elles ne sont pas souhaitées en raison de leur caractère fragilisant. La stratégie de traitement thermique retenue pour les pièces en TA6V fortement sollicitées consiste donc à appliquer un traitement d'homogénéisation suivi d'un traitement de durcissement par précipitation de la phase α .

Rappelons que le traitement d'homogénéisation à haute température doit permettre d'effacer les différences de compositions chimiques des phases et les inhomogénéités microstructurales issues de la solidification. Il vise aussi à réduire les anisotropies microstructurales de fabrication sans grossissement exagéré des grains.

J. Maisonneuve avait comparé l'influence de plusieurs couples (température ; temps) sur la taille des grains obtenue dans un mur monocordon. Il apparaissait que seule une remise en solution <u>complète</u> dans le domaine β (> 1000 °C) permettait d'homogénéiser la structure brute de fabrication (grains en « zig-zag ») sans pouvoir échapper à un rapide grossissement des grains β (voir Figure VII-3). Les traitements de remise en solution conventionnels du TA6V cherchent à éviter ce grossissement de grains, néfaste pour les propriétés mécaniques en traction (cf. Tableau V-5 p. 171). Pour cela, ils sont habituellement menés à une température inférieure au transus β , entre 900 °C et 970 °C sur un temps variant de 0.1 h à 1h (Combres, 2013).



Brut de projection

Recuit 730 °C / 2 h

RMS sub-transus 1000 °C / 1 h



RMS super-transus 1050 °C / 1 h

Figure VII-3 : Évolution de la taille des grains en fonction de la température et du temps de maintien pour un mur en TA6V de 50 couches construit en paramétrie P350 V300 Dm3 d'après (Maisonneuve, 2008)

Cependant, dans le cas de la macrostructure brute de fabrication en DLD, les grains sont déjà relativement gros (de taille millimétrique). Cela laisse supposer que leur évolution sera limitée lors de traitements à haute température. *J. Maisonneuve* avait donc opté pour un traitement super-solvus plutôt que sub-solvus, préférant éliminer toute ségrégation chimique et homogénéiser la taille et la forme des grains, en recherchant la température minimale permettant une remise en solution complète de la phase α dans β pour ne pas provoquer de grossissement excessif des grains (voir **Figure VII-4**). Comme on peut le constater, cette température est supérieure à la valeur standard de T_{β} (~ 995 °C), cette élévation étant due à la contamination en oxygène introduite par le procédé DLD.



Figure VII-4 : Influence de la température de remise en solution sur la microstructure d'un mur de 50 couches construit avec la paramétrie P350 V300 Dm3, traité pendant 1 h sous vide (images MEB en mode BSE d'échantillons non attaqués) d'après (Maisonneuve, 2008)

Cette remise en solution est arrêtée par une trempe rapide pour obtenir une solution solide sursaturée en éléments d'alliage. La composition et la fraction volumique des phases obtenues dans le TA6V après trempe dépend de la température de trempe et de la vitesse de refroidissement (voir **Graphe VII-6** et **Graphe VII-7**).



Vient ensuite le traitement dit de durcissement par déstabilisation de α' en $\alpha+\beta$ (voir **Graphe VII-8** et **Figure VII-5**). *J. Maisonneuve* a constaté que le traitement permettant d'atteindre des résistances mécaniques optimales était le revenu conventionnel du TA6V utilisé dans l'aéronautique (700 °C / 2 h / Ar + refroidissement à l'air), en préférant cependant opérer sous vide que sous argon, pour limiter autant que possible toute contamination supplémentaire du TA6V avide d'oxygène.



Graphe VII-8 : Cinétique de transformation de la phase α' en $\alpha+\beta$ pour différentes températures

(Gil, et al., 1996)

Figure VII-5 : Phase martensitique α' dans des exgrains β équiaxes (en haut) – formation de la phase α dans la matrice β (en bas) d'après (Gil, et al., 2001)

Le **traitement haute température (HT)** consiste donc en une **remise en solution supersolvus à 1050 °C pendant 1 h sous vide puis trempe à l'eau** suivie d'un **revenu à 700 °C pendant 2 h sous vide et refroidissement à l'air calme**. Il permet d'accéder à des résistances mécaniques optimales (**Rm** et **Rp**) mais induit des distorsions importantes avec modification de la microstructure et une faible ductilité (**A**). D'après les travaux de *T. Vilaro*, ce traitement s'était également montré convaincant pour le TA6V mis en forme avec le procédé SLM (Vilaro, et al., 2011).

VII.3.3 Traitement basse température (BT) pour les pièces faiblement sollicitées

La stratégie de traitement thermique retenue pour les pièces en TA6V faiblement sollicitées est le traitement de détensionnement couramment utilisé dans l'aéronautique pour cet alliage (730 °C / 2 h / Ar + trempe à l'air) – là encore sous vide plutôt que sous argon. Comme on peut le voir en **Graphe VII-9**, ce couple (température ; temps) permet théoriquement de relaxer 100 % des contraintes internes de l'alliage.



Graphe VII-9 : Influence du temps et de la température sur la relaxation des contraintes internes dans l'alliage TA6V (Combres, 2013)

CONFIDENTIEL INDUSTRIE

Le **traitement basse température (BT)** consiste donc en un simple **revenu à 730 °C pendant 2 h sous vide et refroidissement à l'air calme**. Il permet de détensionner en grande partie les contraintes internes tout en limitant les distorsions post-traitement. Il offre des propriétés mécaniques intéressantes sans modifier sensiblement la microstructure, bien qu'un maintien à 730 °C pendant 2 h soit un traitement suffisant pour déstabiliser complètement la phase α' en $\alpha+\beta$ (cf. **Graphe VII-8**).

VII.4 Évolution des propriétés mécaniques avec le recyclage

VII.4.1 Méthodologie expérimentale

VII.4.1.1 Découpe des éprouvettes de traction plates

Après traitement thermique, les murs ont été détourés au fil par électro-érosion puis rectifiés afin d'obtenir des éprouvettes suivant la norme EN 10002-1. Il s'agit d'éprouvettes de traction plates utilisées dans l'industrie aéronautique, de référence CEAT TP5. Elles présentent une longueur totale de 65 mm et une section utile initiale de 10 mm².

Pour quantifier la dispersion des résultats, on a souhaité privilégier les essais dans le sens de sollicitation perpendiculaire aux couches. En effet, celui-ci a été identifié comme étant le plus critique pour l'allongement à rupture, dans le cas de constructions multi-cordons (cf. **Graphe VII-3** p. **266** et **Graphe VII-4** p. **267**). Chacun des murs monocordons de l'étude doit donc nous permettre d'obtenir 7 éprouvettes (voir **Schéma VII-1** et **Figure VII-6**) : 6 éprouvettes dont l'axe de sollicitation est perpendiculaire aux couches (Sens Transverse, noté ST) et 1 éprouvette dont l'axe de sollicitation est parallèle aux couches (Sens Long, noté SL). La section centrale de chaque mur a été conservée pour analyse (en vert sur le schéma).



Figure VII-6 : Découpe au fil des éprouvettes de traction dans les murs monocordons



Schéma VII-1 : Plan de découpe des éprouvettes de traction, vue de face XZ (à gauche) et vue de profil YZ (à droite)

VII.4.1.2 Essais de traction monotone

La caractérisation en traction et la démarche de dépouillement des résultats (détaillée à la section **VII.4.2**) ont été menés en utilisant le chapitre *Méthodes d'essais mécaniques* du précis de métallurgie de *J. Barralis* et *G. Maeder* (Barralis, et al., 2002) ainsi que l'article des Techniques de l'Ingénieur de *D. François* sur les lois de comportement des métaux (François, 2005).

Les essais ont été conduits à température ambiante sur une machine de traction Zwick/Roell ZMART.PRO, dotée d'une cellule de 100 kN. On a choisi comme consigne une vitesse de déformation constante de 0,001 s⁻¹. Celle-ci est réglée en imposant une vitesse de déplacement traverse constante rapportée à la longueur initiale calibrée de la zone utile de l'éprouvette, L_0 (9.5 mm). Le capteur de force **F** (N) considéré était celui intégré dans la cellule de charge tandis que l'on a mesuré l'allongement ΔL (mm) de la zone utile des éprouvettes grâce à un extensomètre à couteaux (voir **Figure VII-7**).

L'utilisation d'un extensomètre à couteaux plutôt que des jauges de déformation a été motivée par les problèmes de décollement de jauges rencontrés par *T. Vilaro* et *P. Vinson* sur des éprouvettes en TA6V issues de constructions multicouches par SLM, probablement dus à une redistribution des contraintes résiduelles lors de l'application d'une charge (Vinson, 2015).



Figure VII-7 : Essais de traction sur machine Zwick/Roell avec suivi de l'allongement par extensomètre à couteaux

VII.4.2 Détermination des propriétés mécaniques en traction

VII.4.2.1 Diagramme conventionnel

À partir des grandeurs mesurées pendant l'essai, on construit la courbe de traction conventionnelle (*engineering stress-strain curve* en anglais). Pour cela, on calcule la contrainte σ (MPa) à partir de la charge instantanée **F** (N) et de la section initiale de la zone utile de l'éprouvette, **S**₀ (mm²). Cette contrainte est donc assimilable à une <u>charge</u>. On calcule également la déformation ϵ (%) à partir de l'allongement ΔL (mm) de l'extensomètre à couteaux rapporté à sa longueur initiale calibrée L₀ = 9.5 (mm). Cette déformation est donc assimilable à un <u>allongement relatif</u>.

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \qquad \qquad \epsilon = \frac{\Delta L}{L_0} = \frac{L - L_0}{L_0} \qquad \qquad \text{VII-1}$$

À partir de ces deux valeurs est construite la courbe de traction conventionnelle (voir **Graphe VII-10**). On distingue le domaine de déformation élastique **OA**, le domaine de déformation plastique homogène **AB** (écrouissage) et le domaine de déformation plastique localisée **BC** (striction). Dans ce dernier domaine, il n'y a plus conservation du volume du matériau en raison de l'endommagement.

Le module d'élasticité – ou *module de Young* – **E** (GPa) caractérise la rigidité du matériau. Dans le domaine élastique, il relie les contraintes et les déformations, selon la loi de Hooke :

$$\sigma = \mathbf{E} \cdot \mathbf{\epsilon} \qquad \qquad \text{VII-2}$$

Le module d'élasticité s'obtient par le calcul du rapport des incréments de contrainte et de déformation uniaxiale dans la partie linéaire de la courbe de traction.

$$\mathbf{E} = \frac{\Delta \boldsymbol{\sigma}}{\Delta \boldsymbol{\varepsilon}} \qquad \qquad \mathbf{VII-3}$$



Graphe VII-10 : Courbe de traction conventionnelle typique et valeurs caractéristiques

La limite apparente d'élasticité **Rp** – aussi appelée *limite d'écoulement* (**Re**) – sépare le domaine de déformation élastique (réversible) du domaine de déformation plastique (permanente). Elle est difficilement accessible car les courbes de traction ne présentent pas d'inflexion nette. Pour cette raison, on préfère utiliser **Rp**_{0.2}, la limite conventionnelle d'élasticité correspondant à une déformation plastique de 0.2 %. Le maximum de la courbe nous donne la résistance maximale **Rm** (aussi appelée résistance à la traction, ou contrainte maximale admissible).

Lors de la rupture de l'éprouvette (point **C** sur le **Graphe VII-10**), celle-ci a atteint un allongement total **At** (%). Celui-ci inclut à la fois la déformation élastique et la déformation plastique. On lui préfère habituellement l'allongement à rupture **A** (parfois noté **A%**), qui ne prend en compte que la déformation plastique rémanente. On l'obtient grâce à la longueur de l'éprouvette reconstituée après rupture. En pratique, il est cependant difficile de faire correspondre exactement les faciès de rupture et d'obtenir une valeur fiable de **A**. Dans notre cas, on choisit donc de le calculer en utilisant la valeur mesurée de la contrainte à rupture **Ru** (MPa) et le module de Young calculé, **E** (GPa) :

$$\mathbf{R}\mathbf{u} = \mathbf{E} * (\mathbf{A}\mathbf{t} - \mathbf{A})$$
 donc $\mathbf{A} = \mathbf{A}\mathbf{t} - \frac{\mathbf{R}\mathbf{u}}{\mathbf{E}}$ VII-4

VII.4.2.2 Diagramme rationnel

La courbe de traction conventionnelle (σ ; ϵ) ne traduit pas la déformation réellement subie par le matériau puisqu'elle se base uniquement sur les dimensions <u>initiales</u> de la zone utile de l'éprouvette (S_0 et L_0) – or ces dimensions évoluent au cours de l'essai. Pour traduire le comportement réel de la zone déformée en traction et déterminer le coefficient d'écrouissage du matériau, il est nécessaire de tracer la courbe de traction rationnelle – ou courbe de traction vraie – qui se base sur les dimensions <u>instantanées</u> de l'éprouvette, S (mm²) et L (mm). Elle représente l'évolution de la contrainte vraie σ_V (MPa) en fonction de la déformation vraie ϵ_V (%). Pour calculer σ_V , on s'appuie sur la conservation du volume de l'éprouvette (uniquement jusqu'à l'apparition de la striction) :

$$\mathbf{S}_{0} * \mathbf{L}_{0} = \mathbf{S} * \mathbf{L} = \mathbf{S} * (\mathbf{L}_{0} + \Delta \mathbf{L}) \qquad \text{donc} \qquad \mathbf{S} = \frac{\mathbf{S}_{0} * \mathbf{L}_{0}}{\mathbf{L}_{0} + \Delta \mathbf{L}} = \frac{\mathbf{S}_{0}}{1 + \frac{\Delta \mathbf{L}}{\mathbf{L}_{0}}} = \frac{\mathbf{S}_{0}}{1 + \epsilon} \qquad \text{VII-5}$$

On peut alors écrire : $\sigma_V = \frac{F}{S} = \frac{F}{S_0} * (1 + \epsilon) = \sigma * (1 + \epsilon)$

La déformation vraie ε_V est donnée par :

$$\varepsilon_{\rm V} = \int_{\rm L_0}^{\rm L} \frac{d\rm L}{\rm L} = \ln\left(\frac{\rm L}{\rm L_0}\right) = \ln\left(\frac{\rm L_0 + \Delta\rm L}{\rm L_0}\right) = \ln\left(1 + \frac{\Delta\rm L}{\rm L_0}\right) = \ln(1 + \epsilon) \quad \rm VII-7$$

VII-6

On peut donc obtenir σ_V et ε_V à partir de σ et ε . La courbe de traction rationnelle est quasiment identique à la courbe conventionnelle dans le domaine de déformation élastique, celui-ci étant très étroit (**OA** en **Graphe VII-11**).



Graphe VII-11 : Courbe conventionnelle et courbe rationnelle de traction

Les courbes diffèrent une fois la limite d'élasticité franchie. Il s'ensuit un domaine de déformation plastique homogène (**AB** sur la courbe conventionnelle ou **AB**' sur la courbe rationnelle). La portion parabolique de la courbe rationnelle (**AB**') peut être exprimée par la loi de Ludwik :

$$\sigma_{\rm V} = \sigma_0 + \mathbf{k} * \varepsilon_{\rm V}{}^{\rm n} \qquad \qquad \text{VII-8}$$

 σ_0 , k et n sont des constantes caractéristiques du matériau. Le coefficient d'écrouissage n définit l'aptitude du matériau à se déformer en expansion. On le détermine en appliquant une transformation logarithmique à l'équation **VII-8**, puis en traçant la courbe $\ln(\sigma_V) = f(\ln(\epsilon_V))$. Le coefficient d'écrouissage n est alors égal à la pente de la régression linéaire de cette courbe dans le domaine correspondant à la déformation plastique homogène.

VII.4.3 Courbes de traction et résultats

À partir des courbes contrainte-déformation conventionnelles (σ ; ϵ), les caractéristiques mécaniques en traction du matériau ont été évaluées, à savoir : le module de Young E (ou module d'élasticité), la limite d'élasticité **Rp**_{0.2%} (déterminée à 0.2 % de déformation plastique), la résistance maximale à la traction **Rm**, l'allongement total **At** et l'allongement à rupture **A**. Ces courbes conventionnelles de traction sont données sur le **Graphe VII-12**. Les courbes rationnelles (σ_V ; ϵ_V), données en **Annexe G** (p. **310**), permettent ensuite de déterminer le coefficient d'écrouissage **n**.

Le **Tableau VII-3** synthétise les valeurs calculées des propriétés en traction (**E**, **Rp**_{0.2}, **Rm**, **At**, **A**, **n**). On précise de nouveau que chaque valeur selon le sens de sollicitation ST est moyennée sur les résultats de 6 essais de traction, tandis que seule une éprouvette SL a été testée. Il conviendra donc de considérer précautionneusement les valeurs des éprouvettes SL pour l'étude de **l'effet du sens de sollicitation**. Les valeurs du TA6V coulé et forgé sont donnés comme référence (Lampman, 1990).

On s'intéresse également à **l'influence du recyclage en DLD sur les propriétés en traction**, tout en rappelant les résultats obtenus par *P. Vinson* en SLM – également dans le cadre du projet FALAFEL – mais sans l'influence des traitements thermiques (Vinson, 2015). La **comparaison entre DLD et SLM** sera donc menée dans le cas des propriétés en traction de l'état brut. Malgré une similitude dans la méthodologie des deux études du recyclage, soulignons le fait que l'étude en SLM a été menée *avec* dilution de poudre neuve et de poudre recyclée, contrairement à l'étude en DLD qui a été menée *sans* dilution (cf **Chapitre VI**).

On observe enfin <u>l'effet des traitements thermiques sur les propriétés en traction</u> en comparant les résultats avec ceux de J. Maisonneuve (Maisonneuve, 2008). Ceux-ci ont également été obtenus en DLD sur machine Optomec mais sans recyclage, uniquement dans le sens ST, en paramétrie **P**950 **V**1016 **Dm**18 (voir **Chapitre II**). On rappelle également les valeurs dégagées par *T. Vilaro* avec le procédé SLM pour le TA6V (sans recyclage) à l'état brut de fabrication, traité à basse température (BT) et traité à haute température (HT). Le traitement BT utilisé par *T. Vilaro* est le même que celui optimisé par J. Maisonneuve, tout comme la remise en solution supersolvus du traitement HT. En revanche, le revenu qui suit a été mené pendant 2 h à 820 °C et non à 700 °C.



Graphe VII-12 : Courbes de traction conventionnelles des éprouvettes ST et SL fabriquées à partir de poudre neuve et de poudre recyclée 1X, 2X et 3X, pour différents états thermiques (brut, BT, HT)

à rupture	d'écrouissage
A (%)	n
ST SI	L ST SL
12	-
14	-
5 $7,40$ $\pm 2,93$ 1,6	$55 \begin{array}{c} 0,107 \\ \pm 0,020 \end{array} 0,100$
$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	5 0,086 ± 0,008 0,080
$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	$\begin{array}{c cccc} 0,101 \\ \pm 0,014 \end{array} 0,096 \\ \end{array}$
1 $\begin{array}{c} 12,55\\ \pm 5,15 \end{array}$ 6,6	$\begin{array}{c} 0,090 \\ \pm 0,002 \end{array} 0,105$
$\begin{array}{c ccc} 6,19 \\ \pm 2,42 \\ \end{array} 3,4$	$\begin{array}{c} 4 \\ \pm 0,004 \\ \pm 0,004 \end{array} 0,059$
7 $\begin{array}{c c} 10,63 \\ \pm 4,69 \end{array}$ 3,7	1 0,059 ± 0,004 0,062
5 $\begin{array}{c c} 11,43 \\ \pm 4,24 \end{array}$ 2,6	0,069 ± 0,004 0,064
$\begin{array}{c cccc} 0 & 11,69 \\ \pm 5,68 & 6,2 \end{array}$	15 0,070 ± 0,007 0,074
$\begin{array}{c c} 5,74 \\ \pm 2,95 \end{array} 6,0$	06 0,074 ± 0,010 0,074
$\begin{array}{c c} 6,15 \\ \pm 4,79 \end{array} 4,0$	$\begin{array}{c c} 0,070\\ \pm 0,010 \end{array} 0,072$
$\begin{array}{c ccc} 6 & 6,59 \\ \pm 4,23 & 1,2 \end{array}$	3 0,077 ± 0,006 0,079
17 ± 4	-
13 ± 6	-
7 ± 1 -	-
3,9 7,	1 0,049 0,043
6,2 9,	2 0,045 0,035
$\frac{\pm 2,1}{4,0}$ $\frac{\pm 3}{7,}$	$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$
± 0,5 ± 2	,1 ± 0,032 ± 0,014
3,3 5, ±1,0 ±1	$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$
5,0 5, ± 0,2 ± 1	0 0,061 0,059 ,1 ± 0,003 ± 0,021
1,7 7, +03 +	6
1,9 9,	5
<u>± 0,8</u> ± 17,9 8,	9
	A (%) ST SI 12 14 5 $7,40$ $\pm 2,93$ 1,60 $\pm 2,93$ 0 $10,31$ $\pm 6,99$ 2,22 6 $7,20$ 3,60 $\pm 2,211$ 1 12,555 6,619 $\pm 2,422$ 3,47 7 10,633 $\pm 4,699$ 3,77 5 11,433 $\pm 4,649$ 2,66 0 11,69 $\pm 5,68$ 6,22 6 5,74 $\pm 2,955$ 6,00 0 6,155 $\pm 4,79$ 4,00 6 6,599 $\pm 4,23$ 1,22 - - - 17 ± 4 - 13 ± 6 - 7 ± 13 - 4,00 7, $\pm 2,6$ ± 2 6,2 9, $\pm 2,1$ ± 3 4,00 7, $\pm 1,0$ ± 1 $5,00$ 5,0 $5,0$ $\pm 0,03$ ± 1 $\pm 2,4$ $4,02$ ± 1 $\pm 1,0$ $\pm 0,5$

Tableau VII-3 : Influence du niveau de recyclage sur les propriétés mécaniques en traction ST (Sens Transverse) et SL (Sens Longitudinal) d'éprouvettes plates obtenues par DLD et SLM : module d'élasticité E, limite d'élasticité conventionnelle Rp0.2, résistance maximale Rm, allongement total At, allongement à rupture A, coefficient d'écrouissage n.

¹² (Lampman, 1990) p.637

¹³ (Lampman, 1990) p.621

¹⁴ (Maisonneuve, 2008)

¹⁵ (Vinson, 2015)

¹⁶ (Vilaro, et al., 2011)



VII.4.4 Évolution de la rigidité (module de Young)

Graphe VII-13 : Évolution du module de Young E avec le niveau de recyclage pour trois états thermiques différents (brut, BT, HT), dans le sens ST (à gauche) et dans le sens SL (à droite)

L'évolution du module d'élasticité **E** – ou *module de Young* – est représentée en **Graphe VII-13** (le léger décalage des points est uniquement destiné à améliorer la clarté du graphe). Les résultats ne montrent pas d'évolution claire du module d'élasticité en fonction du niveau de recyclage, de l'état thermique (brut, BT, HT) ou du sens de sollicitation (ST comme SL).

De plus, on constate un écart-type conséquent à tous les niveaux de recyclage et pour les trois états thermiques (brut, BT, HT). Il convient d'être d'autant plus prudent avec les résultats suivant SL, ceux-ci n'ayant fait l'objet que d'une seule mesure. Les résultats de *P. Vinson* en SLM ne montrent pas non plus de tendance marquée. Bien que le module soit en moyenne plus élevé en SLM, il montre aussi une plus forte dispersion. On ne constate donc pas de différence significative entre les valeurs et l'évolution de **E** en DLD et en SLM.

Si on observe l'effet des traitements thermiques, le chevauchement des écart-types ne permet pas non plus de dégager une tendance significative – quel que soit le niveau de recyclage. *J. Maisonneuve* obtenait une dispersion assez faible pour conclure que la valeur de **E** était la plus élevée pour le matériau brut (109 ± 7 GPa) et la plus faible avec le traitement HT (95 ± 2 GPa). On note que les valeurs de **E** que l'on obtient avec les traitements HT et BT sont en moyenne supérieures à celles de *J. Maisonneuve*, sans atteindre la référence du matériau forgé (113.8 GPa).

EFFET DE LA CONTAMINATION

On a quantifié l'évolution de la concentration massique en carbone, azote et oxygène dissous en fonction du niveau de recyclage (voir Graphe VII-14). Les mesures des poudres ont été comparées à celles des murs bruts de fabrication, en traçant les concentrations massiques par élément en fonction du nombre d'utilisations de la poudre. Ainsi, les murs fabriqués à partir de poudre neuve correspondent à une utilisation de la poudre, les murs fabriqués à partir de poudre recyclée 1X correspondent à deux utilisations, et ainsi de suite.



fonction du niveau de recyclage, pour la poudre et les murs bruts de fabrication



d'après (Lee, et al., 1990)

On observe une augmentation d'environ 200 ppm dans le mur après chaque recyclage de la poudre, en oxygène comme en azote, mais uniquement à partir du second recyclage. Qui plus est, il existe une différence de 100 à 200 ppm d'oxygène entre la poudre et le mur correspondant à un même nombre d'utilisations. Cela montre une contamination supplémentaire durant le procédé DLD, qui reste cependant du même ordre de grandeur que celle déduite du recyclage de la poudre.

Y. T. Lee a montré que pour une augmentation de 2000 ppm d'oxygène (soit 0.2 % en masse), le module d'élasticité s'élevait de 2 GPa (voir Graphe VII-15). Vu l'augmentation maximale de 800 ppm d'oxygène dans les murs bruts de fabrication lors de l'étude du recyclage, l'accroissement attendu du module de Young sur le graphe de Lee et al serait tout au plus de 1 GPa, qui est largement inférieur à l'écart-type des mesures de module obtenues par traction.

VII.4.5 Évolution de la résistance mécanique



VII.4.5.1 Limite d'élasticité

Graphe VII-16 : Évolution de la limite d'élasticité Rp_{0,2} avec le niveau de recyclage pour trois états thermiques différents (brut, BT, HT), dans le sens ST (à gauche) et dans le sens SL (à droite)

On constate que les valeurs de $Rp_{0.2}$ restent relativement stables au fur et à mesure du recyclage (voir **Graphe VII-16**). Contrairement aux valeurs obtenues pour le module de Young, la dispersion sur la limite d'élasticité est suffisamment faible pour permettre de différencier clairement l'influence des traitements thermiques. On constate que le traitement BT améliore quelque peu les valeurs de $Rp_{0.2}$ (environ + 50 MPa par rapport au brut), en restant proches de celles du forgé. Le traitement HT, quant à lui, donne les limites d'écoulement les plus élevées (environ + 150 MPa par rapport au brut). L'ensemble des valeurs sont supérieures à celles du matériau coulé. On retrouve globalement les tendances observées par *J. Maisonneuve*.

Par ailleurs, on ne note pas de différence significative de la limite d'élasticité selon le sens de sollicitation, perpendiculaire aux couches (ST) ou parallèle aux couches (SL). En revanche, les valeurs brutes de **Rp**_{0.2} obtenues par SLM sont bien plus importantes que celles obtenues par DLD (+200 MPa environ).



VII.4.5.2 Résistance maximale



Comme pour la limite d'élasticité, la résistance maximale **Rm** semble relativement stable lors du recyclage, que ce soit en ST ou en SL (voir **Graphe VII-17**). Par ailleurs, on note que le traitement BT est équivalent au brut, contrairement au traitement HT qui permet d'élever le **Rm** d'une centaine de MPa. Aucune différence de résistance n'est observée entre une sollicitation ST et une sollicitation SL, à l'inverse des résultats obtenus en SLM par *T. Vilaro* (à l'état brut) et par *P. Vinson* (indépendamment de l'état). Cela s'explique très certainement par les différences microstructurales. En effet, il est connu que le procédé SLM induit une microstructure homogène de type α' tandis que le procédé DLD se caractérise souvent par une microstructure hétérogène. De plus, les tailles de grains obtenues avec le procédé SLM sont bien plus faibles qu'avec le procédé DLD.

VII.4.6 Évolution de la ductilité

VII.4.6.1 Allongement à rupture

Les valeurs d'allongement total **At** (*déformation élastique + plastique*) évoluent de manière similaire aux valeurs d'allongement à rupture **A** (*déformation plastique seule*). On note que l'écart entre les deux – à savoir la composante de déformation élastique – varie très peu sur tous les essais. Elle représente une déformation ε comprise entre 0.75 % et 0.94 %. On se concentre donc uniquement sur l'évolution de la déformation plastique rémanente : **A** (voir **Graphe VII-18**).



Graphe VII-18 : Évolution de l'allongement après rupture A avec le niveau de recyclage pour trois états thermiques différents (brut, BT, HT), dans le sens ST (à gauche) et dans le sens SL (à droite)

Ces valeurs de **A** présentent une dispersion moyenne pour les murs fabriqués à partir de poudre neuve, indépendamment de l'état thermique (de l'ordre de \pm 2.7 %). Cette dispersion devient plus importante dès le premier recyclage (de l'ordre de \pm 5 %). Par ailleurs, on ne peut pas conclure sur l'influence du traitement thermique avec les éprouvettes SL, n'ayant fait l'objet que d'une seule mesure. En revanche, on peut tout de même remarquer que ces valeurs d'allongement à rupture selon SL sont toujours bien inférieures aux valeurs moyennes obtenues pour les éprouvettes ST, sauf pour le traitement HT. Cet effet du sens de sollicitation confirme les résultats de *J. Maisonneuve* (Maisonneuve, 2008).

L'explication avancée d'une plus grande ductilité dans le sens ST est la croissance marquée des grains suivant cet axe liée au gradient thermique, preuve d'une bonne dilution entre couches. En revanche, ces résultats sont à l'opposé de ce à quoi on peut s'attendre avec le procédé SLM (Vilaro, et al., 2011). En effet, en SLM, le sens longitudinal (parallèle aux couches) présente habituellement des allongements à rupture supérieurs à ceux obtenus dans le sens transverse (perpendiculaire aux couches). L'explication avancée est alors la présence d'un plus grand nombre de défauts en SLM qu'en DLD, le plus souvent alignés le long d'une couche (voir **Figure VII-8**).



Figure VII-8 : Exemples de défauts de fabrication typiques en SLM (Vilaro, et al., 2011)

Bien que les écart-types soient importants, il semble que l'allongement à rupture des éprouvettes ST augmente avec le niveau de recyclage. Cela est étonnant : on aurait au contraire pu craindre une diminution de la valeur de **A** avec le niveau de recyclage. Cette tendance ne concerne que le matériau brut et traité BT. En effet, on note que le traitement HT entraîne des allongements à rupture plus faibles. Cela n'est pas surprenant puisqu'il modifie profondément la taille des grains, passant d'une microstructure colonnaire (dans le sens de fabrication) à une microstructure équiaxe.

VII.4.6.2 Coefficient d'écrouissage

Le coefficient d'écrouissage des alliages de titane est compris entre 0.10 et 0.30 (Barralis, et al., 2002). Il désigne le durcissement associé à la déformation plastique d'un matériau cristallin dans lequel des dislocations se déplacent par glissement selon certains plans cristallographiques. Ce coefficient d'écrouissage, noté **n**, varie en fonction de la microstructure et de la composition du matériau. Plus il est important, plus la striction apparaît tardivement en déformation vraie. Par conséquent, ce coefficient permet d'apprécier la déformation vraie uniformément répartie. Celle-ci caractérise la ductilité du matériau et son aptitude à répartir de manière homogène la déformation avant striction.

D'après le **Graphe VII-19**, il semblerait que le coefficient **n** soit plus petit en SLM qu'en DLD, suivant ST comme suivant SL. Par ailleurs, on note que le sens de sollicitation a très peu d'influence sur le coefficient d'écrouissage, de même que le niveau de recyclage. Le faible écart-type obtenu nous permet de mettre clairement en évidence l'effet du traitement thermique sur le coefficient d'écrouissage : l'état brut présente la plus grande valeur de **n** et le traité BT la plus faible valeur de **n**.



Graphe VII-19 : Évolution du coefficient d'écrouissage **n** avec le niveau de recyclage pour trois états thermiques différents (brut, BT, HT), dans le sens ST (à gauche) et dans le sens SL (à droite)

VII.4.6.3 Examens fractographiques

Les faciès de rupture de certaines éprouvettes ont été observées au MEB. Ces examens fractographiques doivent nous renseigner sur l'origine et le type de rupture. On rappelle qu'il existe deux types principaux de défauts pouvant apparaître lors d'une construction en DLD : des *défauts relatifs à la fabrication* (manque de matière, manque d'adhérence ou de dilution, manque de fusion, effondrement, etc.) et des *défauts plutôt liés au matériau* (gaz occlus, fissuration à chaud, liquation, manque de ductilité à cause de l'oxygène dissous, fissuration à froid).

Les défauts de fabrication doivent être surmontés par une optimisation des paramètres procédé. En revanche, l'atténuation ou la suppression des défauts relatifs au matériau passe par la maîtrise de la thermique du bain liquide, de sa taille et de sa forme. Cela peut également passer par la mise en place d'une température de préchauffage.

Il convient donc d'attribuer correctement l'origine des ruptures. Il est tout de même *a priori* moins probable de rencontrer des défauts de fabrication que des défauts liés au matériau. En effet, le choix des murs monocordons et de la paramétrie utilisée se sont faits précisément dans l'optique de s'affranchir de tels défauts, pour s'assurer de ne pas masquer l'impact du recyclage sur l'abattement en traction.

Pour chaque éprouvette, on a également mesuré la dureté Vickers **Hv**_{2kg} sur la tête « haute » de l'éprouvette, afin d'éviter tout effet du régime thermique transitoire en bas de mur, à l'origine d'une microstructure hétérogène (voir **Schéma VII-1**). La charge appliquée est de 2 kg durant 10 s. Chaque résultat est issu de la moyenne sur 10 mesures (voir **Graphe VII-20**). Sur ce même graphe de dureté sont placées les mesures effectuées sur les particules de poudre avec une charge appliquée 40 fois plus faible, durant le même temps.



Graphe VII-20 : Évolution de la dureté Vickers avec le niveau de recyclage, pour les éprouvettes de traction (sous charge 2 kg / 10 s) et pour les particules de poudre (sous charge 50 g / 10 s)

VII.4.6.3.a <u>Comparaison ST – R0 – brut, BT, HT</u>

Tout d'abord, il nous a semblé intéressant de comparer les faciès de rupture d'éprouvettes issues des murs fabriqués à partir de poudre neuve, **R0**, pour les 3 états thermiques (voir **Figure VII-9**). L'état brut, comme l'état traité BT, présente un faciès de rupture vallonné, très accidenté, sans défaut de construction apparent. En revanche, l'état traité HT présente un faciès moins accidenté avec plusieurs zones planes en bordure de faciès, très certainement à l'origine de la rupture. Aussi, il n'est pas surprenant que l'état traité HT ait le plus faible allongement à rupture des trois états thermiques étudiés.



Brut-R0-ST6 A = 7.81 % / Rm = 1020 MPa Hv_{2kgs} = 366.17 ±18.06



BT-R0-ST3 A = **6.94** % / Rm = **955** MPa Hv_{2kgs} = **354.31** ±9.86



HT-R0-ST5 A = **4.94** % / Rm = **1130** MPa Hv_{2kgs} = **406.21** ±5.17

Figure VII-9 : Faciès de rupture des éprouvettes ST obtenues avec la poudre neuve pour trois états thermiques différents (brut, BT, HT)


Brut-R1-ST5 A = 21.43 % / Rm = 947 MPa Hv_{2kgs} = 376.06 ±8.13



Brut-R1-ST2 A = 10.75 % / Rm = 961 MPa Hv_{2kgs} = 387.10 ±16.81



Brut-R1-ST4 A = **3.70** % / Rm = **952** MPa Hv_{2kgs} = **370.92** ±12.61



BT-R1-ST6 A = **14.67** % / Rm = **967** MPa Hv_{2kgs} = **368.02** ±7.33



BT-R1-ST2 A = **11.96** % / Rm = **952** MPa Hv_{2kgs} = **385.65** ±12.64



BT-R1-ST1 A = **3.24** % / Rm = **1010** MPa Hv_{2kgs} = **374.20** ±21.25



HT-R1-ST5 A = **13.02** % / Rm = **1010** MPa Hv_{2kgs} = **400.44** ±9.09



HT-R1-ST4 A = 6.74 % / Rm = 994 MPa Hv_{2kgs} =391.73 ±16.47



HT-R1-ST6 A = **1.83** % / Rm = **1100** MPa Hv_{2kgs} = **412.27** ±7.27

Figure VII-10 : Faciès de rupture des éprouvettes ST obtenues avec la poudre recyclée 1X pour trois états thermiques différents (brut, BT, HT)

VII.4.6.3.b Comparaison ST - R1 - brut, BT, HT avec forte dispersion (Amin, Amoy, Amax)

Une comparaison des traitements thermiques a été poursuivie sur les murs fabriqués à partir de poudre recyclée 1X, **R1** (voir **Figure VII-10**). Dans ce deuxième cas, on a cherché ce qui pouvait expliquer la forte dispersion des résultats mécaniques, en particulier la ductilité. Pour cela, on a sélectionné des éprouvettes correspondant à de hautes, moyennes et faibles valeurs de **A** pour chaque état thermique étudié (brut, BT, HT). De nouveau, indépendamment de l'état thermique, les faibles allongements à rupture sont associés à des faciès peu vallonnés (voir **Figure VII-10**, série du bas), alors que la plus forte valeur d'allongement à rupture (A = 21.43 %) présente le faciès le plus vallonné avec le moins de surface lisse.

VII.4.6.3.c Comparaison ST - R2, R3 - brut avec dispersion (Amin, Amoy, Amax sur R3)

On a ensuite comparé des faciès de rupture d'éprouvettes brutes de fabrication réalisées à partir de la poudre recyclée 2X (**R2**) et recyclée 3X (**R3**), avec une valeur de ductilité faible, moyenne et élevée (voir **Figure VII-11**). Pour un même état thermique, c'est encore la topographie du faciès qui rend compte du taux de ductilité. La valeur de ductilité la plus faible correspond à la plus grande quantité de surface plane, et inversement.





VII.4.6.3.d Comparaison SL - R0, R1, R2, R3 - brut

Enfin, on a comparé les faciès de rupture des éprouvettes SL brutes de fabrication issues des différents niveaux de recyclage (voir **Figure VII-12**). La topographie du faciès semble de nouveau rendre compte du taux de ductilité malgré un sens de sollicitation différent. Plus le faciès présente une grande proportion de surface lisse, plus l'éprouvette est fragile.



Figure VII-12 : Faciès de rupture des éprouvettes SL obtenues avec la poudre neuve et recyclée 1X, 2X, 3X, à l'état brut de fabrication

VII.5 Conclusion du chapitre

La fabrication d'une pièce en DLD va impacter ses propriétés mécaniques. En premier lieu, l'ajout de couches successives va se traduire par une anisotropie macrostructurale (taille et forme des grains) et microstructurale (phases et morphologie). L'anisotropie sera plus ou moins prononcée suivant la zone considérée et suivant les conditions thermiques induites (gradient de température, vitesse de refroidissement).

En deuxième lieu, la fabrication engendre systématiquement des contraintes et/ou déformations résiduelles dans la pièce et dans le substrat. Celles-ci sont plus ou moins importantes suivant les conditions thermiques imposées lors des cycles thermiques successifs. En troisième lieu, si le recouvrement n'est pas optimal, le dépôt de cordons côte à côte peut entraîner des porosités, des manques de fusion ou de matière.

L'application post-fabrication d'une Compaction Isostatique à Chaud (CIC) permet de densifier la pièce. Cela est comparable à un traitement sub-solvus (920 °C / 2 h / 1000 bars). La CIC va réduire certains défauts de construction (porosité), finir de déstabiliser complètement la phase α' en $\alpha+\beta$ et accroître la ductilité. Des traitements thermiques vont quant à eux modifier la métallurgie de la pièce, et donc sa santé matière. Cela peut permettre de réduire l'anisotropie macro et microstructurale ou de relâcher de manière contrôlée une partie des contraintes résiduelles – tout en limitant les déformations résiduelles.

La caractérisation mécanique s'est faite sur des éprouvettes de traction plates. Celles-ci ont été découpées parallèlement et perpendiculairement aux couches dans les murs issus de l'étude recyclage. Certains murs étaient restés bruts de fabrication, d'autres avaient subi un traitement « basse température » (détensionnement) un dernier lot avait été traité « haute température » (remise en solution complète + revenu).

On constate que les résistances obtenues après fabrication sont équivalentes ou supérieures au conventionnel coulé et forgé, et ce même sans traitement thermique. En revanche, les valeurs d'allongement à rupture sont en moyenne plus basses, mais elles présentent une dispersion élevée. Les plus faibles ductilités sont observées suite au traitement thermique HT. Cela est cohérent, puisque ce traitement HT vise à améliorer la résistance mécanique. Il donne effectivement les valeurs les plus élevées sur la résistance en traction et sur la limite d'élasticité. Le traitement BT, pour sa part, améliore légèrement la limite d'élasticité mais n'a quasiment pas d'effet sur la résistance maximale et la ductilité, comparées aux propriétés du brut de fabrication.

Enfin, les résultats de traction ne montrent aucun abattement des propriétés suite à l'utilisation de poudre recyclée, quel que soit le niveau de recyclage et le sens de sollicitation. On constate même que, d'une manière générale, les recyclages successifs n'entraînent pas de modification significative des propriétés en traction. Ce constat est valable pour les différents états thermiques étudiés : murs bruts de fabrication, murs traités BT, murs traités HT.

Bibliographie du chapitre

Amsterdam, E. et Kool, G.A. 2009. *High cycle fatigue of laser beam deposited Ti-6Al-4V and Inconel* 718, in : <u>Bridging the Gap between theory and operational</u>, 25 ICAF symposium, Rotterdam, 27-29 mai 2009, ed. M. Bos, Springer, 2009. pp. 1261–1274.

Barralis, J., Maeder, G. 2002. *Précis de métallurgie*. Nathan. AFNOR, 2002.

Beuth, J. et Klingbeil, N. 2001. The role of process variables in laser-based direct metal. *JoM*. 2001, Vol. 53, sept., pp. 36-39.

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. 63, 12, pp. 1025–1058.

Combres, Y. 2013. Traitements thermiques des alliages de titane. <u>*Techniques de l'ingénieur.*</u> M 1335, 2013.

Dai, K. et Shaw, L. 2002. Distortion minimization of laser-processed components through control of laser scanning patterns. *Rapid Prototyping Journal.* 2002, Vol. 8, pp. 270-276.

Dutta, B. et Froes, F. H. 2015. The additive manufacturing (AM) of titanium alloys. in : *<u>Titanium</u> Powder Metallurgy*. 2015, ed. M. Qian, F.H. Froes, Elsevier, pp. 447-468.

François, D. 2005. Lois de comportement des métaux. Elastoplacité. Viscoplasticité. *Techniques de l'ingénieur*. M 4152, 2005.

Gil Mur, F. X., Rodriguez, D. et Planell, J. A. 1996. Influence of tempering temperature and time on the α '-Ti-6Al-4V martensite. *Journal of alloys and compounds.* 1996, 234, pp. 287-289.

Gil, F.J., Ginebra M.P., Manero J.M., Planell J.A. 2001. Formation of a-Widmanstatten structure : effects of grain size and cooling rate on the Widmanstatten morphologies and on the mechanical properties in Ti6Al4V alloy. *Journal of Alloys and Compounds.* 2001, Vol. 329, pp. 142-152.

Jovanović, M.T., Tadic S., Zec S. 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.

Kobryn, P.A. et Semiatin, S.L. 2001. Mechanical properties of laser-deposited Ti-6Al-4V. in : *Solid Freeform Fabrication Proceedings.* 2001, pp. 179-186.

Koike M., Greer P., Owen K, et al. 2011. Evaluation of titanium alloys fabricated using rapid prototyping technologies – electron beam melting and laser beam melting. *Materials.* 2011, Vol. 4, pp. 1776-1792.

Lampman, S. 1990. Wrought Titanium and Titanium Alloys. ed. J.R. Davis, in : <u>ASM Handbook –</u> <u>Properties and Selection : Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials</u>. 10ème. ed., ASM International, 1990, Vol. 2, pp. 592-633.

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.

Li, P., Warner D.H., Fatemi A. et al. 2016. Critical assessment of the fatigue performance of additively manufactured Ti–6Al–4V and perspective for future research. *International Journal of Fatigue.* 2016, Vol. 85, pp. 130-143.

Liu, F., et al. 2011. Microstructure and residual stress of laser rapid formed Inconel 718 nickel-base superalloy. *Optics & Laser Technology*. Février 2011, Vol. 43, pp. 208-213.

Longuet, A. 2010. *Modélisation du procédé de projection laser – Application au TI-6Al-4V.* <u>Thèse de doctorat</u>, MINES-ParisTech, 2010.

Maisonneuve, J. 2008. *Fabrication directe de pièces aéronautiques en TA6V et IN718 : projection et fusion sélective par laser.* <u>Thèse de doctorat</u>, MINES-ParisTech, 2008.

Qiu, Chunlei, Ravi, G.A., et al. 2015. Fabrication of large Ti–6Al–4V structures by direct laser deposition. *Journal of Alloys and Compounds.* 2015, Vol. 629, pp. 351-361.

Rangaswamy, P., Griffit M.L., Prime M.B. et al. 2005. Residual stresses in LENS ® components using neutron diffraction and contour method. *Materials Science and Engineering.* 2005, Vol. A399, pp. 72-83.

Shuangyin, Z., et al. 2009. Influence of heat treatment on residual stress of Ti-6Al-4V alloy by laser solid forming. *Rare Metal Materials and Engineering.* 2009, Vol. 38, pp. 774-777.

Sterling, A. J., Torries, B., Shamsaei, N. et al. 2016. Fatigue behavior and failure mechanisms of direct laser deposited Ti–6Al–4V. *Materials Science and Engineering A.* 2016, Vol. 655, pp. 100-112.

Tan, Xipeng, et al. 2015. Graded microstructure and mechanical properties of additive manufactured Ti–6Al–4V via electron beam melting. *Acta Materialia.* 2015, Vol. 97, pp. 1-16.

Vilaro, T., Colin, C. et Bartout, J.D. 2011. As-Fabricated and Heat-Treated Microstructures of the Ti-6Al-4V Alloy Processed by Selective Laser Melting. *<u>Metallurgical and Materials transactions A</u>*. 2011, Vol. 42, 10, pp. 3190–3199.

Vinson, P. 2015. Fabrication rapide et directe de pièces aéronautiques et spatiales au moyen d'un procédé additif et innovant - la fusion sélective par laser de lits de poudre métallique. <u>Thèse de doctorat</u>. MINES-Paristech, 2015.

Wang, F., Williams, S., Colegrove, P. et al. 2013. Microstructure and mechanical properties of wire and arc additive manufactured Ti-6Al-4V. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2013, Vol. 44, pp. 968-977.

Table des illustrations du chapitre

Figures

igure VII-9 : Faciès de rupture des éprouvettes ST obtenues avec la poudre neuve pour trois éta
hermiques différents (brut, BT, HT)28
igure VII-10 : Faciès de rupture des éprouvettes ST obtenues avec la poudre recyclée 1X pour tro
tats thermiques différents (brut, BT, HT)28
igure VII-11 : Faciès de rupture des éprouvettes ST obtenues avec la poudre recyclée 2X et 3X, à l'ét
rut de fabrication28
igure VII-12 : Faciès de rupture des éprouvettes SL obtenues avec la poudre neuve et recyclée 1X, 2
X, à l'état brut de fabrication

Graphes

Graphe VII-1 : Comparaison des propriétés en traction à l'ambiante (Rm, Rp, A) et des microstructures typiques de pièces en TA6V obtenues au moyen de divers procédés de fabrication additive + comparaison avec le TA6V coulé et forgé (les symboles pleins représentent Rm, les symboles vides Graphe VII-2 : Évolution de la limite d'élasticité d'éprouvettes en TA6V obtenues par EBM, dans le sens des couches, avec l'effet de la taille des grains β et l'effet de l'espacement entre grains colonnaires β (à Graphe VII-3 : Propriétés en traction d'éprouvettes cylindriques en TA6V obtenues par DLD, selon trois Graphe VII-4 : Courbes de traction à vitesse de déformation constante (10-3 s-1) d'éprouvettes de traction cylindriques usinées perpendiculairement aux couches (à gauche) et parallèlement aux couches (à droite), avant et après HIP (920°C/100MPa/4h et refroidissement au four ~5°C/min).267 Graphe VII-5 : Stratégies de traitement thermique HT - Haute Température (à gauche) et BT - Basse Graphe VII-6 : Nature, composition et fraction volumique de la seconde phase du TA6V en fonction de Graphe VII-7 : Fractions volumiques de phase α et β après trempe en fonction de la température de Graphe VII-8 : Cinétique de transformation de la phase α' en $\alpha+\beta$ pour différentes températures ... 271 Graphe VII-9 : Influence du temps et de la température sur la relaxation des contraintes internes dans Graphe VII-12 : Courbes de traction conventionnelles des éprouvettes ST et SL fabriquées à partir de poudre neuve et de poudre recyclée 1X, 2X et 3X, pour différents états thermiques (brut, BT, HT).278 Graphe VII-13 : Évolution du module de Young E avec le niveau de recyclage pour trois états Graphe VII-14 : Évolution de la concentration en éléments dissous (carbone, azote et oxygène) en Graphe VII-15 : Évolution du module de Young en fonction de la teneur en oxygène dissous......281 Graphe VII-16 : Évolution de la limite d'élasticité Rp_{0,2} avec le niveau de recyclage pour trois états Graphe VII-17 : Évolution de la résistance maximale Rm avec le niveau de recyclage pour trois états Graphe VII-18 : Évolution de l'allongement après rupture A avec le niveau de recyclage pour trois états Graphe VII-19 : Évolution du coefficient d'écrouissage n avec le niveau de recyclage pour trois états

Schémas

Schéma VII-1 : Plan de découpe des éprouvettes de traction, vue de face XZ (à gauche) et vue de profi
YZ (à droite)

Tableaux

Tableau VII-1 : Abréviations utilisées dans le Chapitre VII	
Tableau VII-2 : Notations utilisées dans le Chapitre VII	
Tableau VII-3 : Influence du niveau de recyclage sur les propriétés mécaniques en tra	ction ST (Sens
Transverse) et SL (Sens Longitudinal) d'éprouvettes plates obtenues par DLD et	SLM : module
d'élasticité E, limite d'élasticité conventionnelle Rp _{0.2} , résistance maximale Rm, allonge	ement total At,
allongement à rupture A, coefficient d'écrouissage n	

Synthèse des apports



Conclusion et perspectives

Cette thèse avait pour but d'accompagner le développement du procédé de Dépôt Laser Direct (DLD). Elle s'inscrivait dans le projet FALAFEL, qui visait à fiabiliser plusieurs procédés de fabrication additive métallique, dans l'optique d'une industrialisation aux exigences de l'aéronautique. En effet, ces procédés ne sont pas encore suffisamment matures – tant au niveau de la robustesse que de la productivité – pour être largement déployés en production. De plus, leurs spécificités (avantages comme limitations) imposent de repenser transversalement les différentes étapes de conception des produits, afin d'exploiter pleinement leur potentiel.

Ces travaux de recherche ont été motivés par le manque de connaissances sur le comportement du procédé DLD dans les régimes de fonctionnement à fort débit volumique de construction (> 100 cm³/h). Il était nécessaire d'améliorer la compréhension et la maîtrise du procédé en établissant les liens entre paramètres opératoires, stabilité du bain, macrostructure et microstructure générées, qualité dimensionnelle et propriétés mécaniques. On a extrait de ces travaux plusieurs points d'intérêt, en suggérant pour chacun des perspectives pour développer le procédé DLD.

1. Productivité

On a montré dans le **<u>Chapitre I</u>** que les procédés de fabrication additive n'offraient que peu d'économies d'échelle. Pour rester compétitifs à volume de production élevé, ils doivent nécessairement gagner en productivité. On a développé dans le **<u>Chapitre II</u>** un modèle simplifié de consolidation d'une pièce par DLD. Cela nous a permis de déterminer analytiquement l'influence de divers paramètres et de mettre en évidence des voies d'amélioration de la productivité.

On a montré que la stratégie de fabrication n'a qu'une influence limitée dès lors qu'elle n'entraîne pas une décomposition de la pièce en un trop grand nombre de motifs élémentaires de petite taille. Les paramètres relevant de la stratégie de fabrication doivent donc être réglés judicieusement. Parfois, cela n'est pas possible, comme dans le cas des murs monocordons (cf. **Chapitre III**), où il est nécessaire de marquer une pause après chaque cordon pour monter les couches de manière stable. Dans ce cas, on a constaté que le temps de pause avait un impact significatif à la fois sur la géométrie des dépôts et sur la productivité globale. Pour la fabrication d'une pièce plus volumineuse, il n'y a pas besoin d'ajouter un temps de pause si le temps de refroidissement lié à la stratégie de fabrication est suffisant.

PERSPECTIVES :

Le modèle de consolidation du **Chapitre II** pourrait être raffiné. De plus, l'utilisation que l'on en a faite était limitée, puisqu'un seul paramètre variait à la fois et que l'on s'est basé sur un seul point de fonctionnement, issu de travaux précédents. Il serait intéressant de faire de nouveau tourner le modèle en utilisant les points issus de notre étude paramétrique (par exemple avec les paramétries A, B, C, D, E).

Cependant, il ne faut pas perdre de vue qu'en l'état actuel, ce sont les limites physiques d'écoulement de la poudre – dans la buse, notamment – qui sont des facteurs limitants de la productivité. L'utilisation simultanée de plusieurs têtes laser peut être une solution à envisager afin de réduire le temps de fabrication par pièce.

2. Contrôle procédé et débit de poudre

Il est indispensable de mettre en place un contrôle procédé précis et suffisamment robuste pour garantir la possibilité de construire une pièce en continu, avec un minimum de défauts, sur des durées importantes (de plusieurs heures à plusieurs semaines). D'un point de vue technologique, la puissance laser est le moyen d'action le plus précis et le plus réactif, suivie de la vitesse d'avance de la buse – ou plus généralement, de ses déplacements, quels qu'ils soient.

PERSPECTIVES :

Comme constaté au **Chapitre III**, il est nécessaire d'améliorer la maîtrise de l'apport de matière. Dans la perspective d'un contrôle procédé, il est en effet inenvisageable d'utiliser la consigne de débit de poudre comme paramètre d'action. En l'état actuel, c'est plutôt une contrainte, en raison de son inertie et de son manque de précision – même si ce constat est à nuancer suivant la technologie de distributeur de poudre considérée.

3. Stratégie de fabrication et temps de refroidissement

On a mis en évidence que le temps de refroidissement d'un cordon était un paramètre essentiel en DLD, bien que n'ayant pas directement cherché à l'étudier. On peut le définir comme la durée entre deux passages successifs de la buse aux mêmes coordonnées (X ; Y), d'une couche à l'autre (Z étant la direction de construction). Il a un impact fort sur la thermique induite, et donc sur la stabilité du bain, son volume, ses dimensions, et sur la microstructure générée. Le temps de refroidissement d'un cordon et le temps de pause (cf. **Chapitre III**) sont fortement liés car ils conduisent aux mêmes effets sur la taille de bain.

Ce temps de refroidissement est fortement dépendant de la stratégie de fabrication (stratégie de balayage et stratégie d'empilement). Dans le cas de nos murs monocordons, l'alternance du sens de dépôt suivant + X et - X entraîne un temps de refroidissement alterné d'une couche sur l'autre <u>et</u> dépendant de l'éloignement aux points de rebroussement. Cela peut expliquer en grande partie la distance nécessaire avant de restabiliser la géométrie du bain à partir des points de rebroussement, dans une même couche (cf. <u>Chapitre V</u>). À forte énergie massique, cette distance peut atteindre plusieurs dizaines de mm.

Dans le cas des multimurs monocordons de l'étude du recyclage (cf. **<u>Chapitre VI</u>**), la stratégie de construction adoptée se traduisait par un temps de refroidissement de 160 s, identique en tout point de chaque mur. Ce temps était cependant bien supérieur au cas du mur monocordon (entre 2 s et 14 s de refoidissement). À paramétrie identique, cela entraînaint une moins bonne dilution entre couches.

PERSPECTIVES :

L'influence du temps de refroidissement d'une couche sur l'autre est un des axes d'étude qui mériterait le plus d'être approfondi lors de futurs travaux de recherche. En effet, on a montré dans cette thèse qu'il avait un effet sur l'intégrité mécanique de la construction Il serait très intéressant de réussir à lier ce temps de refroidissement aux paramètres opératoires déjà modélisés sur les cordons et les murs – en particulier à la puissance, aisément modulable dans le cadre d'un contrôle procédé. La détermination de ce couplage serait une grande avancée vers la possibilité d'utiliser le procédé DLD avec facilité et flexibilité, quelle que soit la géométrie et les dimensions de la pièce à produire.

4. Modèles de comportement et configurations de travail

En exploitant les résultats obtenus expérimentalement, on a modélisé de nombreux critères de sortie du procédé DLD, dans le cas d'un cordon et d'un mur monocordon (cf. **Chapitre IV**). Cette étude a été conduite suivant deux configurations de travail : <u>avec</u> interaction laser/poudre (configuration standard) et <u>sans</u> interaction laser/poudre (cf. **Chapitre IV**).

On a déterminé que la configuration *avec* interaction donnait un meilleur rendement massique de fusion pour le dépôt d'un cordon. Lors de la fabrication de murs monocordons, c'est au contraire la configuration *sans* interaction qui offre les rendements les plus élevés. On a également montré qu'elle présentait une meilleure tolérance aux désadaptations de l'incrément de montée de la buse (cf. **Chapitre III**).

Quelle que soit la configuration de travail, on a montré que les domaines de « bonne » fabrication du cordon et du mur monocordon n'étaient pas les mêmes. Lors de la construction couche par couche (cf. <u>Chapitre V</u>), les cycles thermiques successifs vont permettre d'obtenir une meilleure dilution, à paramétrie identique, que le dépôt d'un seul cordon.

Ainsi, une paramétrie permettant d'obtenir un « bon » cordon risque de se révéler trop énergétique pour obtenir un mur stable. Inversement, il est tout à fait possible de construire un « bon » mur avec une paramétrie insuffisamment énergétique pour obtenir un cordon avec une bonne dilution. C'est pourquoi il vaut mieux commencer la construction sur un treillis que sur un substrat massif, quand c'est possible.

PERSPECTIVES :

Il n'existe pas, pour l'instant, de lois de comportement transférables de manière fiable à plusieurs machines et/ou plusieurs matériaux. Il y a donc un fort intérêt scientifique et industriel à établir les liens pouvant exister entre les modèles issus de plusieurs études, réalisées sur différentes machines et sur différents matériaux, à configuration de travail et distribution granulométrique égales.

Ce point n'a été que partiellement abordé dans nos travaux (cf. **Chapitre IV**). Il serait donc intéressant d'approfondir la comparaison, puis de l'étendre à de nouveaux modèles – en menant des essais complémentaires, que ce soit en changeant la technologie ou même les paramètres d'entrée étudiés. Ce n'est qu'après avoir la réponse à ces interrogations que l'on pourra proposer un algorithme robuste et fiable pour le contrôle procédé basé sur la correction des dérives géométriques du bain.

5. Recyclage et propriétés mécaniques en traction

On a montré dans le **Chapitre VII** que les propriétés en traction obtenues après fabrication – en monocordon – étaient équivalentes ou supérieures au conventionnel coulé et forgé, hormis pour l'allongement à rupture. Celui-ci semble d'ailleurs plus critique suivant le sens SL (parallèle aux couches) que suivant le sens ST (perpendiculaire aux couches), conformément aux résultats de *J. Maisonneuve* mais à l'inverse de ce à qui avait été montré dans la littérature sur des multi-cordons. L'application d'un traitement de *remise en solution supersolvus + revenu* donne les valeurs les plus élevées sur la résistance en traction et sur la limite d'élasticité, mais présente cependant les allongements à rupture les plus faibles. Un traitement de *détensionnement* améliore légèrement la limite d'élasticité mais n'a pas d'effet sur la résistance maximale et présente un allongement à rupture peu différent.

Les résultats n'ont montré aucun abattement des propriétés suite à l'utilisation de poudre recyclée, quel que soit le niveau de recyclage. De plus, la contamination en oxygène des constructions est inférieure à la limite aéronautique de 2000 ppm, même après 3 utilisations de la poudre.

PERSPECTIVES :

Pour caractériser de façon plus représentative les propriétés mécaniques en traction, il serait nécessaire d'utiliser des éprouvettes cylindriques multi-cordons au lieu d'éprouvettes plates monocordons, comme on l'avait initialement prévu lors de l'étude du recyclage (cf. **Chapitre VI**). Cela permettrait de tester un volume utile de matière plus conséquent et donc plus représentatif d'une pièce dense, fabriquée avec des recouvrements de cordons différents et des stratégies de fabrication différentes.

Il serait également nécessaire de tester plusieurs éprouvettes SL par condition, afin de quantifier la dispersion des valeurs. On pourrait alors vérifier si on obtient toujours un allongement à rupture plus faible selon SL ou bien si on retrouve un sens ST plus critique, comme dans la littérature.

Annexes

Annexe A – Calcul de l'absorbance minimum et maximum du bain	p. 304
Annexe B – Zone haute des sections de mur étudiées	p. 305
Annexe C – Zone intermédiaire des sections de mur étudiées	p. 306
Annexe D – Zone basse des sections de mur étudiées	p. 307
Annexe E – Profils de concentration massique de Ti, Al, V, Fe (R0 ; R3)	p. 308
Annexe F – Profils de concentration massique de Ti, Al, V, Fe (T0 ; T32)	p. 309
Annexe G – Courbes de traction rationnelles	p. 310

Annexe A – Calcul de l'absorbance minimum et maximum du bain

On souhaite déterminer, pour chaque paramétrie, la capacité à former un bain de fusion lors du dépôt d'un cordon. On va exprimer le domaine d'existence du matériau à l'état liquide par le calcul des absorbances minimum et maximum correspondantes, pour chaque point du plan d'essai. Les constantes thermophysiques utilisées sont les suivantes :

- **Cp**_s (J.kg⁻¹.K⁻¹) : Capacité thermique massique du TA6V à l'état solide.
- **Cp**₁ (J.kg⁻¹.K⁻¹) : Capacité thermique massique du TA6V à l'état liquide.
- **T**_{amb} : température ambiante (20 °C).
- **T**_f : température de fusion du TA6V (= température de liquidus : 1660 °C).
- **T**_v : température de vaporisation du TA6V (= température d'ébullition : 3285 °C).
- $\Delta H_f(J.g^{-1})$: Chaleur latente de fusion du TA6V.

DÉTERMINATION DE L'ABSORBANCE MINIMUM

L'absorbance Abs_{min} est la valeur la plus basse permettant l'apparition d'un bain liquide, c'està-dire d'atteindre et de dépasser la température de fusion T_f . Elle est liée aux conditions de projection. On cherche à exprimer une expression de Abs_{min} en fonction des paramètres d'entrée et de sortie connus. Le bilan énergétique correspondant peut s'écrire sous la forme :

$$Abs_{min} * P = S_{bain} * V * \rho * [Cp_s * (T_f - T_{amb}) + \Delta H_f]$$

Donc

$$Abs_{min} = cte_{min} * S_{bain} * \frac{V}{P} = cte_{min} * \frac{S_{bain}}{El}$$

Avec

$$cte_{min} = \rho * [Cp_s * (T_f - T_{amb}) + \Delta H_f]$$

DÉTERMINATION DE L'ABSORBANCE MAXIMUM

L'absorbance Abs_{max} est la valeur la plus haute permettant de conserver le bain de fusion à l'état liquide, c'est-à-dire d'atteindre la température de vaporisation T_v . Elle dépend également des conditions de projection. Le bilan énergétique correspondant peut s'écrire sous la forme :

$$Abs_{max} * P = S_{bain} * V * \rho * [Cp_s * (T_f - T_{amb}) + \Delta H_f + Cp_l * (T_v - T_f)]$$

Donc $Abs_{max} = cte_{max} * S_{bain} * \frac{V}{P} = cte_{max} * \frac{S_{bain}}{El}$

Avec
$$cte_{max} = \rho * [Cp_s * (T_f - T_{amb}) + \Delta H_f + Cp_l * (T_v - T_f)]$$



Annexe B - Zone haute des sections de mur étudiées



Annexe C – Zone intermédiaire des sections de mur étudiées







Annexe E - Profils de concentration massique de Ti, Al, V, Fe (R0 ; R3)





Annexe F - Profils de concentration massique de Ti, Al, V, Fe (T0 ; T32)

Particules issues du refus de tamisage de la poudre recyclée 3X (T32)



Annexe G - Courbes de traction rationnelles

Nomenclature générale

Sont répertoriées ici l'ensemble des **abréviations** du manuscrit, <u>classées par ordre</u> <u>alphabétique</u>, ainsi que l'ensemble des **notations** du manuscrit, <u>classées par catégorie</u>.

Abréviations

Abréviation	Signification		
3D	Tridimensionnel		
AFNOR	Association Française de NOR malisation		
ASTM	American Society for Testing and Materials		
ATD	Analyse Thermique Différentielle		
BSE	MEB utilisé en mode électrons rétrodiffusés (B ack S cattered E lectrons)		
ВТ	Traitement thermique B asse T empérature		
CAO	Conception Assistée par Ordinateur		
CFAO	Conception et Fabrication Assistées par Ordinateur		
CIC	Compaction Isostatique à Chaud (= HIP)		
CLAD	Construction Laser Additive Directe		
CORICO	CORrélations ICOnographiques		
DED	Directed Energy Deposition (dépôt de matière sous énergie concentrée)		
DLD	Direct Laser Deposition (Dépôt Direct par Laser)		
DMD	Direct Metal Deposition (Dépôt Direct de Métal)		
EBM	Electron Beam Melting		
FA	Fabrication Additive (= AM, Additive Manufacturing)		
FALAFEL	Fabrication Additive par LAser et Faisceau d'ELectrons		
FUI	Fonds Unique Interministériel		
GIFAS	Groupement des Industries Françaises Aéronautiques et Spatiales		
HIP	Hot Isostatic Pressing (= CIC)		
HT	Traitement thermique H aute T empérature		
ISO	International O rganization for S tandardization		
LASER	Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation		
LENS	Laser Engineered Net Shaping		
MAGIC	Machine Aéronautique Gaz Inerte Clad		
MEB	Microscopie Électronique à Balayage		
МО	Microscopie Optique		
NF	Norme Française		
PBF	P owder B ed F usion (Fusion sur lit de poudre)		
PFL	Point Focal Laser		
PFP	Point Focal Poudre		
PME	Petite et Moyenne Entreprise		
PROFIL	PROjection et FrIttage Laser		
RMS	ReMise en Solution		
SCE	Somme des Carrés Expliquée		
SCT	Somme des Carrés Totale		
SE	MEB utilisé en mode électrons secondaires (Secondary Electrons)		
SL	Sens de sollicitation Longitudinal (= parallèle aux couches)		

Abréviation	Signification		
SLM	Selective Laser Melting		
SMD	Shape Metal Deposition		
ST	Sens Transversal (= perpendiculaire aux couches)		
TA6V	Appellation usuelle de l'alliage de titane Ti-6Al-4V		
WDS	Wavelenght Dispersive Spectroscopy (Spectroscopie à dispersion de longueur d'onde)		
ZAT	Zone Affectée Thermiquement		
ZR	Zone Refondue		

Notations des paramètres d'entrée

Notation	Unité	Description
		<u>Paramètres opératoires (= paramètres principaux)</u>
Р	W	Puissance du faisceau laser incident
V	mm/min	Vitesse de déplacement de la buse (= vitesse de balayage du faisceau laser)
Dm	g/min	Débit massique de poudre en sortie de buse
		Paramètres combinés
El	J/mm	Énergie linéique (= puissance rapportée à la vitesse de balayage)
Em	J/g	Énergie massique (= puissance rapportée au débit massique)
Ml	g/mm	Masse linéique (= débit massique rapporté à la vitesse de balayage)
I	W/mm ²	Intensité laser (aussi appelée densité de puissance)
tint	S	Temps d'interaction avec le faisceau laser d'un point donné sur le plan de travail (aussi appelé temps d'exposition, ou temps de balayage)
Es	J/mm ²	Énergie surfacique
Ev	J/mm ³	Énergie volumique
Dv projeté	cm ³ /h	Débit volumique en sortie de buse (= débit volumique maximum)
Paramètres relatifs à la configuration de travail		
DPFL	mm	Distance entre l'extrémité de la buse et le point focal laser
DPFP	mm	Distance entre l'extrémité de la buse et le point focal poudre
WD	mm	Distance de travail (Working Distance) entre le plan de travail et la buse
Défoc _l	mm	Défocalisation laser (= distance entre le plan de travail et le point focal laser)
Défoc _P	mm	Défocalisation poudre (= distance entre le plan de travail et le point focal poudre)
$\Phi_{\rm L}$	mm	Diamètre du spot formé par le faisceau laser sur le plan de travail
Φ_{L0}	mm	Diamètre minimum du spot formé par le faisceau laser (au point focal laser)
$\mathbf{\Phi}_{\mathrm{P}}$	mm	Diamètre du spot formé par le faisceau poudre sur le plan de travail
Φ P interne	mm	Diamètre interne de la couronne de poudre au niveau du plan de travail
d _{GI}	L/min	Débit de gaz interne
dgp	L/min	Débit de gaz porteur de poudre
		Paramètres relatifs à la stratégie de fabrication
volpièce	cm ³	Volume de la pièce à construire
ΔΖ	mm	Incrément de montée de la buse à chaque couche
ΔZ_0	mm	Incrément de montée optimal de la buse à chaque couche
t _{tempo}	S	Temporisation après lasage d'un motif élémentaire
$ au_{ m r}$	-	Taux de recouvrement entre deux cordons juxtaposés
Ev	mm	Écart-vecteur entre deux cordons juxtaposés

Notation	Unité	Description
L _{carré}	mm	Longueur d'un carré élémentaire
t _{fab}	h	Temps total de fabrication d'une pièce
Ncouches	-	Nombre total de couches d'une pièce
tlasage/couche	h	Temps de lasage d'une couche
Ncarrés/couche	-	Nombre de carrés élémentaires dans une couche
tlasage/carré	h	Temps de lasage d'un carré élémentaire
Ncordons/carré	-	Nombre de cordons par carré élémentaire
tlasage/cordon	h	Temps de lasage d'un cordon
N _{Ev/carré}	-	Nombre d'écarts-vecteurs par carré élémentaire
vol _{max}	cm ³	Volume utile maximum
Г	-	Taux de remplissage du volume utile
Sbase	mm ²	Surface de la base d'une pièce parallélépipédique
H _{pièce}	mm	Hauteur d'une pièce parallélépipédique
Scouche	mm ²	Surface d'une couche
Hcouche	mm	Hauteur d'une couche
t ^{min} fab	h	Temps minimum de fabrication d'une pièce
t ^{approché} fab	h	Temps approché de fabrication d'une pièce
β	-	Facteur de forme liant la largeur de cordon au diamètre de spot laser
X	-	Direction de dépôt des cordons et des murs monocordons
Y	-	Direction perpendiculaire à la direction de dépôt des cordons et des murs
Z	-	Direction de construction (perpendiculaire aux couches)

Notations des paramètres de sortie

Notation	Unité	Description
		<u>Productivité</u>
Dv instantané	cm ³ /h	Débit volumique instantané (pour une section de dépôt)
Dv ^{max} instantané	cm ³ /h	Débit volumique instantané (pour une section de dépôt maximisée)
Dv ^{max /} instantané	cm ³ /h	Débit volumique instantané alternatif (selon paramètres d'entrée)
DVfusion	cm ³ /h	Débit volumique de fusion et consolidation (sans temporisations)
DVfab	cm ³ /h	Débit volumique de fabrication (pour l'ensemble d'une pièce)
	•	Rendement
R _m	-	Rendement massique (incluant les temporisations)
R _{mfab}	-	Rendement massique de fabrication par pesée
R _{mf}	-	Rendement massique de fusion par pesée
R _{mg}	-	Rendement massique géométrique d'après une section de dépôt
R ^{max} _{mg}	-	Rendement massique géométrique d'après une section de dépôt maximisée
		Paramètres géométriques relatifs au bain supérieur
Нарр	mm	Hauteur de la zone apportée lors d'un dépôt (= cordon)
Lapp	mm	Largeur de la zone apportée lors d'un dépôt (= cordon)
Sapp	mm ²	Surface de la zone apportée lors d'un dépôt (= cordon)
reapp	-	Rapport d'élancement de la zone apportée lors d'un dépôt (= cordon)
	•	Paramètres géométriques relatifs au bain inférieur
H _{ZR}	mm	Profondeur de la zone refondue

Notation	Unité	Description
L _{ZR}	mm	Largeur de la zone refondue
S _{ZR}	mm ²	Surface de la zone refondue
rezr	-	Rapport d'élancement de la zone refondue
		<u>Paramètres géométriques relatifs au bain complet</u>
Hbain	mm	Hauteur totale du bain de fusion
Lbain	mm	Largeur du bain de fusion
Sbain	mm ²	Surface totale du bain de fusion
rebain	-	Rapport d'élancement du bain de fusion
τ _{dil}	-	Taux de dilution
τ _{dil H}	-	Taux de dilution déduit des hauteurs
τ _{dil s}	-	Taux de dilution déduit des surfaces
	<u>Paramè</u>	tres géométriques relatifs à la zone affectée thermiquement
HZAT totale	mm	Hauteur totale de la zone affectée thermiquement (incluant la zone refondue)
LZAT totale	mm	Largeur totale de la zone affectée thermiquement (incluant la zone refondue)
SZAT totale	mm ²	Surface totale de la zone affectée thermiquement (incluant la zone refondue)
HZAT	mm	Hauteur de la zone affectée thermiquement
LZAT	mm	Largeur de la zone affectée thermiquement
SZAT	mm ²	Surface de la zone affectée thermiquement
		Angles
θsup	0	Angle de mouillage supérieur
θinf	0	Angle de mouillage inférieur
β	0	Angle de contre-dépouille
		Paramètres corrigés
Pr	W	Puissance effectivement reçue par la matière consolidée
Dmr	g/min	Débit massique réellement intégré à la matière consolidée
Elr	J/mm	Énergie linéique effectivement reçue par la matière consolidée
Emr	J/g	Énergie massique effectivement reçue par la matière consolidée
Mlr	g/mm	Masse linéique réellement intégrée à la matière consolidée
		<u>État de surface</u>
Rt	μm	Rugosité totale
Ra	μm	Rugosité arithmétique moyenne
		Indices métallurgiques des murs
H _{mur}	mm	Hauteur totale du mur
Hdernier bain	mm	Hauteur du dernier bain formé
Happ dernière couche	mm	Hauteur apportée lors du dépôt de la dernière couche
H _{ZR dernière} couche	mm	Profondeur refondue lors du dépôt de la dernière couche
Hzone claire haute	mm	Hauteur de la zone peu contrastée en haut de mur (si présente)
Hzone intermédiaire	mm	Hauteur de la zone centrale de mur
Hzone claire basse	mm	Hauteur de la zone peu contrastée en bas de mur
HZAT substrat		Profondeur de la zone affectée thermiquement dans le substrat

Notation	Unité	Description
Slatérale dernier	mm²	Surface de la section latérale du dernier bain formé en haut de mur
bain		

Notations complémentaires

Notation	Unité	Description			
Statistiques et corrélations					
X	-	Appellation générique d'une variable d'entrée			
Y	-	Appellation générique d'une variable de sortie			
Xoptimisé	-	Variable d'entrée combinée optimisée pour un Y donné			
α	-	Exposant de la puissance P dans X _{optimisé}			
β	-	Exposant de la vitesse V dans X _{optimisé}			
γ	-	Exposant du débit massique Dm dans X _{optimisé}			
а	-	Pente dans l'expression d'une fonction affine			
b	-	Ordonnée à l'origine dans l'expression d'une fonction affine			
R ²	-	Coefficient de détermination (ou d'ajustement)			
R ² ajusté	-	Coefficient de détermination ajusté en fonction du nombre de degrés de liberté			
χ ²	-	Somme des carrés des résidus			
χ ² réduit	-	Somme des carrés réduite			
r	-	Coefficient de corrélation linéaire (dit de Bravais-Pearson)			
ГАВ	-	Coefficient de corrélation linéaire entre une variable A et une variable B			
Rs	-	Coefficient de corrélation de Spearman			
Ho	-	Hypothèse statistique nulle			
H ₁	-	Hypothèse statistique alternative			
p-value	-	Probabilité critique de valider l'hypothèse statistique nulle			
LAB C	-	Coefficient de corrélation partielle entre une variable A et une variable B, à C			
I AD,C		fixe			
n	-	Nombre de variables			
Pcritique		Puissance limite de réponse monotone du procédé			
		<u>Matériau / thermique</u>			
ρτα6ν	g/cm ³	Masse volumique du TA6V			
Α	-	Absorbance			
α	-	Phase alpha du titane			
β	-	Phase bêta du titane			
Τβ	°C	Température de transus bêta			
βι	-	Phase bêta primaire			
βm	-	Phase bêta métastable			
βs	-	Phase bêta stable à l'ambiante			
βr	-	Phase bêta résiduelle			
βt	-	Phase bêta transformée			
Ms	°C	Température de début de transformation martensitique au refroidissement			
Mf	°C	Température de fin de transformation martensitique au refroidissement			
αι	-	Phase alpha primaire			
α _{In}	-	Phase alpha primaire nodulaire			

Notation	Unité	Description	
αιι	-	Phase alpha secondaire	
α _m	-	Phase alpha massive	
α'	-	Phase martensitique alpha prime	
α"	-	Phase martensitique alpha seconde	
ω	-	Phase oméga hors équilibre	
α2	-	Composé intermétallique Ti ₃ Al	
γ	-	Composé intermétallique TiAl	
Vchauffe	°C/s	Vitesse de chauffe	
Vtrempe	°C/s	Vitesse de refroidissement (hors équilibre)	
Tpic	°C	Température maximale atteinte lors d'un cycle thermique	
T _{recuit}	°C	Température minimale atteinte lors d'un cycle thermique	
T _{dest.α'}	°C	Température de recuit minimale pour déstabiliser la phase α' à la chauffe	
Ttotale	°C	Température de recuit minimale pour déstabiliser entièrement et	
l dest.α/		rapidement la phase α' à la chauffe	
T _f	°C	Température de fusion du TA6V	
		Démarche de l'étude du recyclage	
m _{ajout}	g	Masse de poudre ajoutée dans le distributeur en début de cycle	
m _{restante}	g	Masse de poudre restante dans le distributeur en fin de cycle	
m 0	g	Masse de poudre présente dans le distributeur en début de cycle	
m fonctionnement	g	Masse de poudre minimale pour alimenter la machine	
tprojection	min	Temps total de projection de poudre durant une fabrication	
m projetée	g	Masse totale de poudre projetée durant une fabrication	
tfusion	min	Temps total de fusion de matière par le laser durant une fabrication	
ttempo total	min	Somme de toutes les temporisations durant une fabrication	
Ncordons/couche	-	Nombre de cordons par couche	
t _{fusion/cordon}	min	Temps de fusion d'un cordon	
Lcordon	mm	Longueur d'un cordon	
m fondue	g	Masse de poudre consolidée lors d'une fabrication	
m infondue	g	Masse de poudre non consolidée lors d'une fabrication	
m récupérée	g	Masse de poudre récupérée dans l'enceinte de fabrication	
m _{pertes} machine	g	Masse de poudre perdue lors de la fabrication	
m _{const+substrat}	g	Masse de l'ensemble construction + substrat	
m construction	g	Masse de la construction seule	
msubstrat	g	Masse du substrat seul	
Trécupération	-	Taux de récupération de poudre non fondue après fabrication	
Trecyclage	-	Taux de recyclage de la poudre mise à tamiser	
τr ^{séquence}	-	Taux de recyclage global par séquence	
M à tamiser	g	Masse de poudre mise à tamiser	
mrecyclée	g	Masse de poudre recyclée après tamisage	
m _{refusée}	g	Masse de poudre refusée lors du tamisage	
Ø _{tamis}	mm	Diamètre passant maximum du tamis (pour une particule sphérique)	
séquence i m _{minimum}	g	Masse minimum de poudre pour démarrer une séquence i	
m caractérisation	g	Masse de poudre minimum requise pour caractérisation	
m _{murs}	g	Masse de poudre fondue lors du premier cycle de chaque séquence	
	1	Références des lots de poudre de l'étude du recyclage	

Notation	Unité	Description
RN	-	Poudre neuve (ni tamisée ni étuvée)
R0	-	Poudre neuve
R1	-	Poudre recyclée 1X
R2	-	Poudre recyclée 2X
R3	-	Poudre recyclée 3X
TO	-	Refus de tamisage de la poudre neuve
T11	-	Refus de tamisage après le cycle 1 de la séquence 1
T12	-	Refus de tamisage après le cycle 2 de la séquence 1
T21	-	Refus de tamisage après le cycle 1 de la séquence 2
T22	-	Refus de tamisage après le cycle 2 de la séquence 2
T31	-	Refus de tamisage après le cycle 1 de la séquence 3
T32	-	Refus de tamisage après le cycle 2 de la séquence 3
T41	-	Refus de tamisage après le cycle 1 de la séquence 4
		Caractérisation des poudres
4		Diamètre équivalent tel que l'ensemble des particules de taille inférieure
U 10	μm	représentent 10 % du volume cumulé de matière
dra	um	Diamètre équivalent tel que l'ensemble des particules de taille inférieure
450	μΠ	représentent 50 % du volume cumulé de matière
d 90	um	Diamètre équivalent tel que l'ensemble des particules de taille inférieure
		représentent 90 % du volume cumulé de matière
span	μm	Largeur de distribution par rapport à la taille moyenne
	-	Indice de Carr
IH	-	
		<u>Laracterisation des proprietes mecaniques</u>
HV	HV	Durete Vickers
F C	N	Charge appliquee
S 0	mm	Section initiale de la zone utile de l'eprouvette
3	mm MD.	Section instantanee
o	MPa	Contrainte conventionnelle (= charge unitaire : F/S_0)
σν	MPa	Contrainte rationnelle (= contrainte vraie : F/S)
	mm	Longueur initiale calibree entre couleaux de l'extensionetre (= zone utile)
		Allongoment mogurá (= L_L)
	0%	Allongement mesure $(-L-L_0)$
د د	70	Déformation rationnelle (= déformation vraie : $\Delta L/L_0$)
F	CP ₂	Module de Young ($-$ module d'élacticité)
Rn	MPa	Limite d'élasticité annarente (= limite d'écoulement \mathbf{Re})
Rno 2	MPa	Limite d'élasticité conventionnelle à 0.2% de déformation plastique
Rp0.2	MPa	Résistance maximale à la traction
Ru	MPa	Contrainte à rupture
At		Allongement total à runture (= déformation élastique <i>et</i> plastique maximale)
A	%	Allongement à rupture (= déformation plastique maximale)
n	-	Coefficient d'écrouissage
11		soometone u cerouissage

Bibliographie générale

AFNOR. 2014. Norme NF E67-010. Fabrication additive - poudres - spécifications techniques. 2014.

AFNOR. 1993. Norme NF EN 24497. *Poudres métalliques - Détermination de la granulométrie par tamisage à sec.* 1993.

AFNOR. 2010. Norme NF EN 3923-1. *Poudres métalliques - Détermination de la masse volumique apparente, partie 1, méthode de l'entonnoir,* 2010.

AFNOR. 1993. Norme NF EN 3923-2. *Poudres métalliques - Détermination de la masse volumique apparente.* partie 2, méthode du volumètre de scott, 1993.

AFNOR. 2014. Norme NF EN ISO 4490. Poudres métalliques - Détermination du temps d'écoulement au moyen d'un entonnoir calibré (appareil de Hall). 2014.

AFNOR. 1993. Norme NF EN ISO 4491-1. Poudres métalliques - Dosage de l'oxygène par les méthodes de réduction, partie 1 : directives générales, 1993.

AFNOR. 1999. Norme NF EN ISO 4491-2. Poudres métalliques - Dosage de l'oxygène par les méthodes de réduction. partie 2 : perte de masse par réduction dans l'hydrogène, 1999.

AFNOR. 2006. Norme NF EN ISO 4491-3. Poudres métalliques - Dosage de l'oxygène par les méthodes de réduction, partie 3 : oxygène réductible par l'hydrogène, 2006.

AFNOR. 2013. Norme NF EN ISO 4491-4. Poudres métalliques - Dosage de l'oxygène par les méthodes de réduction, partie 4 : oxygène total par réduction-extraction. 2013.

AFNOR. 2015. Norme NF ISO 17296-2. *Fabrication additive - Principes généraux - Partie 2 : Vue d'ensemble des catégories de procédés et des matériaux de base.* 2015.

AFNOR. 2015. Norme NF ISO 17296-3. Fabrication additive - Principes généraux - Partie 3 : Principales caractéristiques et méthodes d'essai correspondantes. 2015.

AFNOR. 2015. Norme NF ISO 17296-4. *Fabrication additive - Principes généraux - Partie 4 : Vue d'ensemble des échanges de données.* 2015.

AFNOR. 2016. Norme NF ISO/ASTM 52900. Fabrication additive - Principes généraux - Terminologie. 2016. **AFNOR. 2016.** Norme NF ISO/ASTM 52915. Spécification normalisée pour le format de fichier pour la fabrication additive (AMF) Version 1.2. 2016.

AFNOR. 2013. NormeXP E 67-030. Fabrication additive - Pièces réalisées par fabrication additive - Cahier des charges et conditions de réception. 2013.

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.

Ahsan, AMM Nazmul, Habib, Md Ahasan et Khoda, Bashir. 2015. Resource based process planning for additive manufacturing. *Computer-Aided Design*. 2015, Vol. 69, pp. 112-125.

Amsterdam, E. et Kool, G.A. 2009. *High cycle fatigue of laser beam deposited Ti-6Al-4V and Inconel 718, in* : <u>Bridging the Gap between theory and operational</u>, 25 ICAF symposium, Rotterdam, 27-29 mai 2009, ed. M. Bos, Springer, 2009. pp. 1261–1274.

Barralis, J., Maeder, G. 2002. *Précis de métallurgie*. Nathan. AFNOR, 2002.

Bathelot, B. 2016. Définition : Antonomase. *Définitions marketing.* [En ligne] 13 Janvier 2016. http://www.definitions-marketing.com/definition/antonomase/.

Baufeld, B., Van der Biest, O. et Gault, R. 2010. Additive manufacturing of Ti–6Al–4V components by shaped metal deposition: Microstructure and mechanical properties. *Materials and Design.* 2010, Vol. 31, pp. S106-S111.

Baumers, M., Dickens P., Tuck C. et al. 2016. The cost of additive manufacturing : machine productivity, economies of scale and technology-push. *Technological Forecasting and Social Change.* 2016, Vol. 102, pp. 193-201.

Beuth, J. et Klingbeil, N. 2001. The role of process variables in laser-based direct metal. *JoM*. 2001, Vol. 53, sept., pp. 36-39.

Castel, B. 1995. Mise en forme des solides - Aspects théoriques. *Techniques de l'Ingénieur*. J 3380, 1995.

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. 63, 12, pp. 1025–1058.

Cheze, N. 2002. Statistique descriptive - Traitement des données. <u>*Techniques de l'ingénieur.*</u>, AF 167, 2002. **Cheze, N. 2003.** Statistique inférentielle - Estimation. <u>*Techniques de l'ingénieur.*</u> AF 168, 2003. **Cheze, N. 2004.** Statistique inférentielle - Tests statistiques. <u>*Techniques de l'ingénieur.*</u> AF 170, 2004. **Colin, C. 2014.** Cours au Collège Polytechnique. 2014.

Combres, Y. 1999. Propriétés du titane et de ses alliages. *<u>Techniques de l'ingénieur</u>*. M 557, 1999.

Combres, Y. 2010. Propriétés du titane et de ses alliages. *<u>Techniques de l'ingénieur</u>*. M 4780, 2010.

Combres, Y. 2013. Traitements thermiques des alliages de titane. *Techniques de l'ingénieur*. M 1335, 2013.

Crespo, A. 2010. *Mathematical Simulation of Laser Powder Deposition Applied to the Production of Prostheses and Implants of Ti and Ti-6Al-4V.* Instituto Superior Técnico. Lisbonne : Universidade Técnica De Lisboa, 2010. <u>Thèse de doctorat</u>.

Dai, K. et Shaw, L. 2002. Distortion minimization of laser-processed components through control of laser scanning patterns. *Rapid Prototyping Journal.* 2002, Vol. 8, pp. 270-276.

De Oliveira, U., Ocelík, V. et De Hosson, J.Th.M. 2005. Analysis of coaxial laser cladding processing conditions. *Surface and Coatings Technology*. 2005, 197, pp. 127-136.

Demoulin, B. 2013. Statistiques appliquées aux variables physiques. <u>*Techniques de l'ingénieur.*</u> R 221, 2013. **Donachie, M.J. Jr. 1984.** Titanium. in : <u>*Metals Handbook - Desk Edition.*</u>, H.E. Boyer et T.L. Gall. 1984.

Dutta, B. et Froes, F. H. 2015. The additive manufacturing (AM) of titanium alloys. in : *<u>Titanium Powder</u> Metallurgy.* 2015, ed. M. Qian, F.H. Froes, Elsevier, pp. 447-468.

El Cheikh, H. 2012. *Fabrication directe par laser. Analyse expérimentale de dépot d'acier 316L sur acier bas carbone. Modélisation et simulation de la géométrie des dépôts et des champs thermiques induits.* <u>Thèse de doctorat</u>, Université de Nantes, 2012.

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

Eylon, D. et Newman, J.R. 1990. Titanium and Titanium Alloy Castings. ed. J.R. Davis, in : <u>ASM Handbook–</u> <u>Properties and Selection : Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials</u>. 10^{ème} ed., ASM International, 1990, Vol. 2, pp. 634-646.

François, D. 2005. Lois de comportement des métaux. Elastoplacité. Viscoplasticité. <u>*Techniques de l'ingénieur*</u> M 4152, 2005.

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

Gao, Wei, et al. 2015. The status, challenges, and future of additive manufacturing in engineering. *Computer-Aided Design.* 2015, Vol. 69, pp. 65-89.

Gaudin, O. 2011. Principes et méthodes statistiques. *Ensimag - 2ème année - <u>Notes de cours.</u>* Grenoble, 2011. **Gerberich, W. W. et Baker, G. S. 1968.** Toughness of Two-Phase 6Al-4V Titanium Microstructures. in : *Applications Related Phenomena in Titanium Alloys, ASTM STP 432*, 1968, pp. 80-99.

German, R.M. 1994. Powder Metalluray Science 2nd edition. Metal Powder Industries Federation, 1994.

Gharbi, M. 2013. États de surface de pièces métalliques obtenues en Fabrication Directe par Projection Laser (FDPL) - Compréhension physique et voies d'amélioration. <u>Thèse de doctorat</u>. Arts&Métiers-Paristech, 2013.

Gil Mur, F. X., Rodriguez, D. et Planell, J. A. 1996. Influence of tempering temperature and time on the α'-Ti-6Al-4V martensite. *Journal of alloys and compounds*. 1996, 234, pp. 287-289.

Gil, F.J., Ginebra M.P., Manero J.M., Planell J.A. 2001. Formation of a-Widmanstatten structure : effects of grain size and cooling rate on the Widmanstatten morphologies and on the mechanical properties in Ti6Al4V alloy. *Journal of Alloys and Compounds*. 2001, Vol. 329, pp. 142-152.

Goupy, J. 2000. Modélisation par les plans d'expériences. *Techniques de l'ingénieur*. R 275, 2000.

Goupy, J. 1997. Plans d'expériences. *Techniques de l'ingénieur*. P230, 1997.

Irepa Laser. 2015. MAGIC LF 6000. *irepa-laser.com.* [En ligne] 16 06 2015. http://www.irepa-laser.com/sites/default/files/styles/parc_machine_640x640/public/fa_parc_machine.jpg?itok=cBP9Pfej? 1480328643709.

Jouquand, C., Tessier F.J., Bernard J. et al. 2015. Optimization of microwave cooking of beef burgundy in terms of nutritional and organoleptic properties. *LWT - Food Science and Technology*. 2015, Vol. 60, pp. 271-276.

Jovanović, M.T., Tadic S., Zec S. 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.

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.

Kobryn, P.A. et Semiatin, S.L. 2001. Mechanical properties of laser-deposited Ti-6Al-4V. in : *Solid Freeform Fabrication Proceedings.* 2001, pp. 179-186.

Koike M., Greer P., Owen K, et al. 2011. Evaluation of titanium alloys fabricated using rapid prototyping technologies – electron beam melting and laser beam melting. *Materials.* 2011, Vol. 4, pp. 1776-1792.

Krassenstein, E. 2015. Paralyzed Kitten Walks Again Thanks to a 3D Printed Wheelchair. *3Dprint.* [En ligne] 29 mai 2015. https://3dprint.com/66087/paralyzed-cat-3d-printed-chair/.

Lampman, S. 1990. Wrought Titanium and Titanium Alloys. ed. J.R. Davis, in : <u>ASM Handbook – Properties</u> <u>and Selection : Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials</u>. 10ème. ed., ASM International, 1990, Vol. 2, pp. 592-633.

Laverne, F., Segonds, F. et Dubois, P. 2016. Fabrication additive - Principes généraux. *Techniques de l'ingénieur*. BM 7017, 2016.

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.

Lesty, M. 2008. Corrélations partielles et "corrélations duales". *Revue de Modulad*. 2008, 39, pp. 1-22.

Lesty, M. 1999. Une nouvelle approche dans le choix des régresseurs de la régression multiple en présence d'interactions et de colinéarités. *Revue de Modulad.* 1999, 22, pp. 41-77.

Li, P., Warner D.H., Fatemi A. et al. 2016. Critical assessment of the fatigue performance of additively manufactured Ti–6Al–4V and perspective for future research. *International Journal of Fatigue.* 2016, Vol. 85, pp. 130-143.

Liu, F., et al. 2011. Microstructure and residual stress of laser rapid formed Inconel 718 nickel-base superalloy. *Optics & Laser Technology*. Février 2011, Vol. 43, pp. 208-213.

Longuet, A. 2010. *Modélisation du procédé de projection laser – Application au TI-6Al-4V.* <u>Thèse de doctorat</u>, MINES-ParisTech, 2010.

Maisonneuve, J. 2008. *Fabrication directe de pièces aéronautiques en TA6V et IN718 : projection et fusion sélective par laser.* <u>Thèse de doctorat</u>, MINES-ParisTech, 2008.

Marion, G., 2016. Modélisation de procédés de fabrication additive de pièces aéronautiques et spatiales en Ti-6Al-4V par projection laser et fusion sélective d'un lit de poudre par laser : Approche thermique, métallurgique et mécanique. <u>Thèse de doctorat</u>, MINES-Paristech, 2016.

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

Matilainen, V., Piili H., Salminen A., et al. 2014. Characterization of Process Efficiency Improvement in Laser Additive Manufacturing. *Physics Procedia*. 2014, Vol. 56, pp. 317-326.

Metonorm. 2016. Fiche technique Ti6Al4V - TA6V grade 5. *Metonorm.* [En ligne] 2016. http://www.metonorm.com/content/fr/Fiches-normes/1455/Ti6Al4V_-_TA6V_GRADE_5/.

Mezari, R. 2014. Étude du contrôle de procédé de projection laser pour la fabrication additive, <u>Thèse de</u> <u>doctorat</u>, Arts&Métiers-Paristech, 2014.

Nelaturi, S. et Shapiro, V. 2015. Representation and analysis of additively manufactured parts. <u>*Computer-Aided Design.*</u> 2015, Vol. 67-68, pp. 13-23.

Nenadl, O., Ocelik, V., Palavra, A., et al. 2014. The Prediction of Coating Geometry from Main Processing Parameters in Laser Cladding. *Physics Procedia*. 2014, Vol. 56, pp. 220-227.

Ocelik, V., Nenadl, O., Palavra, A., et al. 2014. On the geometry of coating layers formed by overlap. *Surface* <u>& Coatings Technology</u>. 2014, Vol. 242, pp. 54-61.

Ocylok, S., Alexeev, E., Mann, S. et al. 2014. Correlations of Melt Pool Geometry and Process Parameters During Laser Metal Deposition by Coaxial Process Monitoring. *Physics Procedia*. 2014, Vol. 56, pp. 228-238.

Pinkerton, A.J. et Li, L. 2004. The significance of deposition point standoff variations in multiple-layer coaxial laser cladding (coaxial cladding standoff effects). *International Journal of Machine Tools and Manufacture.* 2004, Vol. 44, pp. 573-584.

Pinkerton, A.J. 2016. Lasers in additive manufacturing. *Optics & Laser Technology*. 2016, Vol. 78, Part A, pp. 25-32.

Ponche, R. 2013. *Méthodologie de conception pour la fabrication additive, application à la projection de poudres.* <u>Thèse de doctorat</u>. École Centrale Nantes, 2013.

Qiu, Chunlei, Ravi, G.A., et al. 2015. Fabrication of large Ti–6Al–4V structures by direct laser deposition. *Journal of Alloys and Compounds*. 2015, Vol. 629, pp. 351-361.

Rakotomalala, R. 2015. *Analyse de corrélation : Etudes des dépendances - Variables quantitatives.* <u>Cours,</u> Lyon, [http://eric.univ-lyon2.fr/~ricco/cours/Cours/Analyse_de_Correlation.pdf], 2015.

Rakotomalala, R., 2016. *Econométrie : La régression linéaire simple et multiple.* <u>Cours,</u> Lyon [http://eric.univ-lyon2.fr/~ricco/cours/cours/La_regression_dans_la_pratique.pdf], 2016.

Rakotomalala, R., 2015. *Pratique de la Régression Linéaire Multiple : Diagnostic et sélection de variables.* <u>Cours, Lyon, [http://eric.univ-lyon2.fr/~ricco/cours/cours/La_regression_dans_la_pratique.pdf], 2015.</u>

Rangaswamy, P., Griffit M.L., Prime M.B. et al. 2005. Residual stresses in LENS ® components using neutron diffraction and contour method. *Materials Science and Engineering.* 2005, Vol. A399, pp. 72-83.

Saleh, K. et Guigon, P. 2009. Caractérisation et analyse des poudres. Propriétés physiques des solides divisés. *Techniques de l'ingénieur.* J 2251. 2009.

Sankaré, S., Boisselier D., Engel T., et al. 2009. *Additive laser manufacturing of small metallic components laser micro-cladding.* in : <u>ICALEO 2009</u>, Laser institute of America.

Shamsaei, N., Yadollahi A., Bian, L. et al. 2015. An overview of Direct Laser Deposition for additive manufacturing Part II Mechanical behavior, process parameter optimization and control. <u>Additive</u> <u>Manufacturing</u>. 2015, Vol. 8, pp. 12-35.

Shuangyin, Z., et al. 2009. Influence of heat treatment on residual stress of Ti-6Al-4V alloy by laser solid forming. *Rare Metal Materials and Engineering.* 2009, Vol. 38, pp. 774-777.

Smith, M.A., et al. 2009. Analyzing (Social Media) Networks with NodeXL. C&T. 2009.

Sterling, A. J., Torries, B., Shamsaei, N. et al. 2016. Fatigue behavior and failure mechanisms of direct laser deposited Ti–6Al–4V. *Materials Science and Engineering A.* 2016, Vol. 655, pp. 100-112.

Tan, Xipeng, et al. 2015. Graded microstructure and mechanical properties of additive manufactured Ti–6Al–4V via electron beam melting. *Acta Materialia.* 2015, Vol. 97, pp. 1-16.

Thompson, S.M., Bian, L. et al. 2015. An overview of Direct Laser Deposition for additive manufacturing ; Part I : Transport phenomena, modeling and diagnostics. *Additive Manufacturing*. 2015, Vol. 8, pp. 36-62.

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. <u>Thèse de doctorat</u>. MINES-ParisTech, 2011.

Vilaro, T., Colin, C. et Bartout, J.D. 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, P. 2015. Fabrication rapide et directe de pièces aéronautiques et spatiales au moyen d'un procédé additif et innovant - la fusion sélective par laser de lits de poudre métallique. <u>Thèse de doctorat</u>. MINES-Paristech, 2015.

Wang, F., Williams, S., Colegrove, P. et al. 2013. Microstructure and mechanical properties of wire and arc additive manufactured Ti-6Al-4V. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2013, Vol. 44, pp. 968-977. Wood, R.A. et Favor, R.J. 1972. *Titanium Alloys Handbook*. Metals and Ceramics Information Center. 1972.

Yu, Jun, et al. 2011. Influence of laser deposition patterns on part distortion, interior quality and mechanical properties by laser solid forming (LSF). *Materials Science and Engineering.* 2011, Vol. 528, pp. 1094-1104.

Zhang, Kai, Liu, Weijun et Shang, Xiaofeng. 2007. Research on the processing experiments of laser metal deposition shaping. *Optics & Laser Technology.* 2007, Vol. 39, pp. 549-557.

Zhu, Gangxian, et al. 2012. The influence of laser and powder defocusing characteristics on the surface quality in laser direct metal deposition. *Optics & Laser Technology.* 2012, Vol. 44, pp. 349-356.

Sommaire	9
Démarche d'étude	
Introduction	
Chapitre I Fabrication additive par DLD	
Sommaire du chanitre	16
Nomenclature du chapitre	
I 1 Fabrication additive (FA)	10
I 1 1 Présentation générale	
I 1 2 Intérête limitations et usages	
I 1 3 Challenges de la fabrication additive	21
I 1 3 1 Effet d'échelle et productivité	21
1.1.3.2 Nécessité d'un changement de paradiame en conception	
I 1 3 3 Poudres de titane en fabrication additive	22
1.1.3.4 Terminologie, propriété intellectuelle et normalisation	
L1.4 Classement des procédés de fabrication additive métallique	24
L1.5 Projet FALAFEL	
L2 Procédé étudié : le Dépôt Laser Direct (DLD)	
I.2.1 Présentation du procédé DLD	
1.2.1.1 Principe	
I.2.1.2 Intérêts et limitations	
I.2.1.3 Bain de fusion	
I.2.1.4 Maîtrise du procédé	
I.2.2 Paramètres d'entrée	
I.2.2.1 Paramètres principaux	
I.2.2.2 Configuration de travail	
I.2.2.3 Stratégie de construction	
I.2.2.4 Constructions courantes	
I.2.3 Paramètres de sortie	
I.3 Problématique et objectifs de la thèse	
I.3.1 Premier axe d'étude : maîtrise paramétrique du procédé DLD	
I.3.2 Second axe d'étude : recyclage de la poudre utilisée en DLD	
I.4 Conclusion du chapitre	
Bibliographie du chapitre	
Table des illustrations du chapitre	
Chapitre II Productivité et paramètres du procédé	
Sommaire du chanitre	44
Nomenclature du chapitre	44
II 1 Modèle de construction	
II 1 1 But du modèle	
II 1 2 Variables de productivité utilisées	47
II 1 3 Hypothèses du calcul	49
II.1.4 Expression du temps de fabrication	
II.1.5 Expression du volume de pièce	
II.1.6 Expression du débit volumique de fabrication	
II.2 Résultats du modèle : Influences paramétriques	
II.2.1 Approche 1 : Influence de la stratégie de fabrication sur la productivité	
II.2.1.1 Conditions d'application retenues	
II.2.1.2 Influence du volume à construire	
II.2.1.3 Influence de la longueur d'un carré élémentaire	
II.2.1.4 Influence du taux de recouvrement entre cordons	
II.2.1.5 Influence du temps de pause entre chaque carré élémentaire	
II.2.2 Approche 2 : Influence de la géométrie du cordon sur la productivité	

Table des matières générale
II.2.2.1 Conditions d'application retenues	58
II.2.2.2 Influence des dimensions d'un cordon	59
II.2.3 Approche 3 : Influence des paramètres d'entrée sur la productivité	
II.2.3.1 Expression du temps de fabrication	
II 2 3 2 Influence des naramètres d'entrée du nrocédé	61
II 2 A Synthèse du modèle	63
II 2 Application any négaltate issue du projet DDAEII	
II.3 Application dux resultats issus du projet r Koritz	
II.3.1 Problematique	
II.3.2 Voles a amelloration	
II.4 Conclusion du chapitre	
Bibliographie du chapitre	67
Table des illustrations du chapitre	67
Chapitre III Effet des paramètres secondaires	69
Sommaire du chanitre	
Nomenclature du chapitre	71
III 1 Introduction	
III.2 Presentation du moyen d'essai	
III.2.1 Optomec LENS 850R	
III.2.2 Buse de projection	73
III.3 Réglage du faisceau laser	75
III.3.1 Étalonnage de la puissance laser	75
III.3.2 Détermination de la forme du faisceau laser	75
III.3.3 Centrage des faisceaux laser et poudre	76
III.4 Réglage du faisceau poudre	77
III.4.1 Étalonnage du débit massique de poudre	77
III.4.2 Influence du débit de gaz interne	
III.4.3 Détermination de la forme du faisceau de poudre	
III.5 Influence de la confiauration de travail	80
III.5.1 Paramètres de réglage et hypothèses associées	
III.5.2 Résultats antérieurs	
III.5.3 Réglage de la configuration de travail	
III 5 4 Configuration avec interaction laser/noudre	83
III 5 5 Configuration cares interaction laser/poudre	84
III 5.6 Configuration focalisée	85
III 5 7 Configurations de travail et productivité	86
III 6 Influence de naramètres secondaires nour la construction d'un mur	20 89
III 6 1 Influence de l'incrément de montée de la buse	
III.6.1 1 Évolution des dimensions du cordon dans les premières souches d'un mur	
III.6.1.2 Lociation des annensions du cordon dans les prenneres couches à un mar	
III.0.1.2 INCREMENT de montee	
III.6.1.3 Demarche de recherche de l'Increment de montee optimal	
III.6.1.4 Influence de la desadaptation de l'increment de montee	
III.6.2 Influence du temps de pause aux points de rebroussement d'un mur	
III.6.3 Influence du prechauffage du substrat	
III.7 Conclusion du chapitre	
Bibliographie du chapitre	
Table des illustrations du chapitre	
Chapitre IV Étude paramétrique et modèles de comportement	
Sommaire du chapitre	
Nomenclature du chapitre	105
IV 1 Introduction	107
IV 1 1 Intérôt at abjectife	
IV.1.1 III.el et et objectils	
	107
IV.1.2 Examelia de la problématique d'anglues de deux é -	
IV.1.2 Examen des modeles existants IV.1.3 Identification de la problématique d'analyse de données	
IV.1.2 Examen des modeles existants IV.1.3 Identification de la problématique d'analyse de données IV.2 Choix des paramètres étudiés	
IV.1.2 Examen des modeles existants IV.1.3 Identification de la problématique d'analyse de données IV.2 Choix des paramètres étudiés IV.2.1 Variables d'entrée	
IV.1.2 Examen des modeles existants IV.1.3 Identification de la problématique d'analyse de données IV.2 Choix des paramètres étudiés IV.2.1 Variables d'entrée IV.2.1.1 Paramètres opératoires simples	

IV.2.2 Variables de sortie	
IV.2.2.1 Paramètres simples	111
IV.2.2.2 Paramètres combinés	111
IV.2.2.3 Synthèse des variables de sortie	112
IV.3 Cas étudiés et plans d'essais	113
IV.3.1 Plan d'essai complet : cordons avec interaction laser/poudre	
IV.3.2 Plan d'essai réduit : cordons et murs sans interaction laser/poudre	
IV.3.3 Mesures	
IV.4 Détermination des modèles	114
IV.4.1 Forme des modèles et régressions	
IV.4.1.1 Modèle	114
IV.4.1.2 Linéarisation de la régression	114
IV.4.2 Choix des indicateurs	
IV.4.2.1 Évaluation globale de la qualité du modèle	115
IV.4.2.2 Évaluation de la convergence du modèle	115
IV.4.2.3 Validation du modèle	116
IV.4.3 Écriture des modèles	
IV.5 Étude des corrélations entre paramètres	117
IV.5.1 Intérêt des corrélations	
IV.5.1.1 Utilisation et précautions d'usage	117
IV.5.1.2 Coefficient de corrélation de Bravais-Pearson (r)	118
IV.5.1.3 Coefficient de corrélation de Spearman (Rs)	118
IV.5.1.4 Matrice de corrélation	118
IV.5.1.5 Significativité d'une corrélation linéaire	119
IV.5.2 Approche graphique des corrélations	119
IV.5.2.1 Corrélogramme	119
IV.5.2.2 Choix du seuil	120
IV.5.2.3 Intérêt et calcul des corrélations partielles	120
IV.5.2.4 Seuil de remarauabilité	122
IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle	122
IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle IV.6 Résultats : évolution des critères étudiés dans le cas d'un cordon	122 123
IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle IV.6 Résultats : évolution des critères étudiés dans le cas d'un cordon IV.6.1 Mise en évidence d'une puissance critique	<i>122</i> <i>123</i> 123
IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle IV.6 Résultats : évolution des critères étudiés dans le cas d'un cordon IV.6.1 Mise en évidence d'une puissance critique IV.6.1.1 Point de vue expérimental	122 123 123 123
IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle IV.6 Résultats : évolution des critères étudiés dans le cas d'un cordon IV.6.1 Mise en évidence d'une puissance critique IV.6.1.1 Point de vue expérimental IV.6.1.2 Point de vue physique	122 123 123 123 124
IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle IV.6 Résultats : évolution des critères étudiés dans le cas d'un cordon IV.6.1 Mise en évidence d'une puissance critique IV.6.1.1 Point de vue expérimental IV.6.1.2 Point de vue physique IV.6.2 Rendement et productivité	
 IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle	122 123 123 123 124 127 127
IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle IV.6 Résultats : évolution des critères étudiés dans le cas d'un cordon IV.6.1 Mise en évidence d'une puissance critique IV.6.1.1 Point de vue expérimental IV.6.1.2 Point de vue physique IV.6.2 Rendement et productivité IV.6.2.1 Rendements massiques (R _{mf} et R _{mg}) IV.6.2.2 Productivité (Dv _{instantané})	
 IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle	
 IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle	
 IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle	
 IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle	
 IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle	
 IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle IV.6 Résultats : évolution des critères étudiés dans le cas d'un cordon IV.6.1 Mise en évidence d'une puissance critique	122 123 123 123 124 127 127 127 129 130 130 131 132 133 134
 IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle IV.6 Résultats : évolution des critères étudiés dans le cas d'un cordon IV.6.1 Mise en évidence d'une puissance critique IV.6.1.1 Point de vue expérimental IV.6.1.2 Point de vue physique IV.6.2 Rendement et productivité	122 123 123 123 124 127 127 127 127 129 130 130 131 132 133 134 134
 IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle	122 123 123 123 124 127 127 127 127 129 130 130 131 132 133 134 134 135
 IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle	122 123 123 123 124 127 127 129 130 130 131 132 133 134 134 135 136
 IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle	122 123 123 123 124 127 127 127 129 130 130 131 132 133 134 134 135 136 136 136
 IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle IV.6 Résultats : évolution des critères étudiés dans le cas d'un cordon	122 123 123 123 124 127 127 127 129 130 130 131 132 133 134 134 135 136 136 137
 IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle IV.6 Résultats : évolution des critères étudiés dans le cas d'un cordon	122 123 123 123 124 127 127 127 129 130 130 130 131 132 133 134 134 135 136 136 137 138
 IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle IV.6 Résultats : évolution des critères étudiés dans le cas d'un cordon	122 123 123 123 124 127 127 127 127 129 130 130 130 131 132 133 134 134 135 136 136 137 138 139 132
 IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle	122 123 123 123 124 127 127 127 129 130 130 130 131 132 133 134 134 135 136 136 137 138 139 139 139
 IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle. IV.6 Résultats : évolution des critères étudiés dans le cas d'un cordon	122 123 123 123 124 127 127 129 130 130 130 131 132 133 134 134 135 136 136 137 138 139 139 140
 IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle. IV.6 Résultats : évolution des critères étudiés dans le cas d'un cordon	122 123 123 123 124 127 127 127 129 130 130 130 131 132 133 134 134 135 136 136 136 137 138 139 140 141
 IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle	122 123 123 123 124 127 127 127 127 129 130 130 130 131 132 133 134 135 136 136 136 137 138 139 140 141 142
 IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle	122 123 123 123 124 127 127 127 129 130 130 130 130 131 132 133 134 135 136 136 136 137 138 139 139 140 141 142 145 147
 IV.5.2.5 Méthodologie de réduction du modèle	122 123 123 123 124 127 127 129 130 130 130 131 132 133 134 134 135 136 136 137 138 139 139 140 141 142 145 145

IV.7.1.2 Productivité (Dv _{instantané})	147
IV.7.2 Stabilité et géométrie des dépôts	
IV.7.2.1 Hauteur d'une couche (Hann)	148
IV.7.2.2 Largeur d'un dépôt (Lang)	149
IV.7.2.3 Rapport d'élancement des dépôts (reand)	150
IV.8 Liens entre paramètres de sortie	
IV.8.1 Cordons	
IV 8 2 Murs monocordons	154
IV.9 Conclusion du chapitre	
Riblioaranhie du chapitre	156
Table des illustrations du chanitre	157
Chapitro V Effot dos paramòtros onóratoiros sur la microstructura gónóróa	161
Chapter e V Effet des parametres operatories sur la interostructure generee	.101
Sommaire au chaptere	102
Nomenciature au cnapitre	163
V.1 Introduction	165
V.2 Alliage de titane TA6V	165
V.2.1 Généralités sur les alliages de titane	165
V.2.2 Propriétés du TA6V	166
V.2.3 Phases rencontrées dans les alliages de titane	168
V.2.3.1 Phases de type в	169
V.2.3.2 Phases de type α	169
V.2.3.3 Phases de type martensitique	170
V.2.3.4 Phases fragilisantes	170
V.2.4 Morphologies des phases observables dans le TA6V	171
V.3 Transformations métallurgiques lors d'une fabrication multicouche	173
V.3.1 Evolution thermique lors de la construction d'un mur monocordon	173
V.3.1.1 Evolution de la température d'une couche en cours de fabrication	173
V.3.1.2 Evolution de la température de plusieurs couches	174
V.3.2 Transformations métallurgiques lors du premier cycle thermique	175
V.3.2.1 Cas d'un refroidissement lent à partir du domaine B	176
V.3.2.2 Cas d'un refroidissement rapide à partir du domaine B	177
V.3.3 Transformations métallurgiques à partir du deuxième cycle thermique	177
V.3.3.1 Microstructures generees suite a un premier refroidissement lent	1//
V.3.3.2 Microstructures generees suite a un premier refroidissement rapide	1//
V.4 Effet des paramètres opératoires sur la microstructure d'un mur monocordon	179
V.4.1 Choix des murs, préparation et observation	179
V.4.2 Vue d'ensemble et zones d'interet	180
V.4.3 Derniere couche : formation d'un bain liquide $(1_f < 1 < 1_{pic})$	185
V.4.4 Zone claire naute : formation a une ZA1 ₁ super-transus ($1_{\beta} < 1 < 1_{f}$)	185
V.4.5 Zone intermediate : formation a une zone de recuit sub-transus ($1 \text{ dest}\alpha' < 1 < 1\beta$)	189
V.4.0 Zone claire basse : ener de pompage mennique du substrat	192
V.4.7 2011e anectee thermiquement du Substrat	102
V 4 9 Tableau de synthèse des observations comparatives	193
V 5 Conclusion du chanitro	195
Pibliographio du chapitro	106
Table des illustrations du chanitre	107
Tuble des musications du chapitre des noudres de TAGN	201
Chaptere vi Etude du recyclage des poddres de TAOV	201
Sommure au chapture	202
Nomenclature au chapitre	203
VI.1 INTroduction	205
VI.Z Metallurgie des poudres	206
VI.2.1 Elaboration des poudres par atomisation	206
VI.2.2 Caracterisation des poudres de TA6V atomisées	207
v1.2.3 influence des proprietes des poudres utilisées en projection laser	208
v1.2.4 Delauts rencontres	

VI.3 Démarche de l'étude du recyclage	
VI.3.1 Démarche globale	
VI.3.2 Constructions pour caractérisation mécanique	
VI.3.2.1 Murs monocordons de 100 couches en configuration sans interaction	
VI.3.2.2 Demarche ayant conduit au choix des murs monocordons	
VI.3.3 Constructions pour recuperation de poudre	
VI.3.3.1 Multimurs monocordons	
VI.3.3.2 Demarche ayant conault au choix des multimurs monocoraons	
VI.3.4 Del outement à un cycle et variables de productivite	210 2 216
VI.3.4.1 Preparation	
VI.3.4.2 Plojection	
VI.5.4.5 Recuperution	
VI.3.5.4.4 Tuttisage	
VI.3.6 Conditions opératoires	21) 210
VI.3.6 Conditions operation es	21) 219
VI.3.6.2 Manipulation de la noudre	220
VI A Résultats des essais de recuclage	
VI.4.1 Dároulement et hilan des essais	
VI.4.2 Bilan massique des noudres	
VI.4.2 Ditation des lots de noudre considérés	225
VI 5 Comparaison des noudres neuves et recyclées – aspects physiques	226
VI 5 1 Étude mornhologique et granulométrique	226
VI.5.1.1 Évolution de la granulométrie des poudres recyclées	
VI.5.1.2 Morphologie des poudres recyclées	
VI.5.1.3 Refus de tamisaae récupérés	
VI.5.1.4 Évolution de la aranulométrie des refus de tamisage	
VI.5.1.5 Défauts caractéristiques des refus de tamisage	
VI.5.2 Étude de la densité et de la porosité	
VI.5.3 Étude de l'écoulement	
VI.6 Comparaison des poudres neuves et recyclées – aspects chimiques	
VI.6.1 Étude microstructurale	240
VI.6.1.1 Microstructure en surface des refus de tamisage	240
VI.6.1.2 Microstructure intra-particulaire	
VI.6.2 Étude de la composition chimique de la poudre et des phases en présence	
VI.6.2.1 Contamination en surface	
VI.6.2.2 Cartographies X de particules neuves et recyclées	250
VI.6.2.3 Dosage des éléments légers : carbone, azote, oxygène	251
VI.6.2.4 Phases présentes dans les particules	251
VI.6.3 Étude des transformations de phases et d'état	252
VI.6.4 Microdureté	252
VI.7 Conclusion du chapitre	253
Bibliographie du chapitre	
Table des illustrations du chapitre	
hapitre VII Effet du recyclage et des traitements thermiques sur les pr	opriétés
nécaniques 259	oprieces
Sommaire du chanitre	260
Sommun e uu chapitre	
Nomenciature au chapitre	
VII.2 Propriétés mécaniques de pièces en TA6V fabriquées par DLD	
VII.2.1 Propriétés mécaniques du TA6V pour divers procédés de fabrication additive	
vii.2.2 Particularités de la raprication additive sur les propriétés en traction du TA6V	
VII.2.2.1 EVOLUTION des proprietes sulvant le sens de construction	
VII.2.2.2 Contraintes et déformations résiduelles	
VII.2.2.3 Constructions multi-cordons	
VII.3 Traitements thermiques et microstructures	
VII.3.1 Microstructure brute de fabrication	

VII.3.2 Traitement haute température (HT) pour les pièces fortement sollicitées	
VII.3.3 Traitement basse température (BT) pour les pièces faiblement sollicitées	
VII.4 Évolution des propriétés mécaniques avec le recyclage	272
VII.4.1 Méthodologie expérimentale	
VII.4.1.1 Découpe des éprouvettes de traction plates	272
VII.4.1.2 Essais de traction monotone	273
VII.4.2 Détermination des propriétés mécaniques en traction	
VII.4.2.1 Diagramme conventionnel	274
VII.4.2.2 Diagramme rationnel	275
VII.4.3 Courbes de traction et résultats	
VII.4.4 Évolution de la rigidité (module de Young)	
VII.4.5 Évolution de la résistance mécanique	
VII.4.5.1 Limite d'élasticité	282
VII.4.5.2 Résistance maximale	283
VII.4.6 Évolution de la ductilité	
VII.4.6.1 Allongement à rupture	284
VII.4.6.2 Coefficient d'écrouissage	285
VII.4.6.3 Examens fractographiques	286
VII.5 Conclusion du chapitre	290
Bibliographie du chapitre	
Table des illustrations du chapitre	
Synthèse des apports	297
Conclusion et perspectives	299
Annexes	
Annexe A – Calcul de l'absorbance minimum et maximum du bain	
Annexe B – Zone haute des sections de mur étudiées	305
Annexe C – Zone intermédiaire des sections de mur étudiées	306
Annexe D – Zone hasse des sections de mur étudiées	
Annexe E – Profils de concentration massique de Ti. Al. V. Fe (R0 : R3)	
Annexe F – Profils de concentration massique de Ti, Al, V. Fe (TO : T32)	
Annexe G – Courbes de traction rationnelles	
Nomenclature générale	
Abréviations	
Notations des paramètres d'entrée	
Notations des paramètres de sortie	
Notations complémentaires	
Bibliographie générale	
Table des matières générale	323
I UDIC UCJ MULICI CJ SCHCI UICHIMANIAMANIAMANIAMANIAMANIAMANIAMANIAMAN	

Résumé

La fabrication additive, ou impression 3D, regroupe plusieurs procédés permettant d'obtenir des pièces par empilement de couches de matière à partir de modèles CAO, sans outillage spécifique. En l'espace d'une dizaine d'années, les procédés additifs ont vu leur notoriété croître bien plus rapidement que la rentabilité de leurs applications industrielles.

En effet, ces technologies doivent encore gagner en maturité, en particulier pour les applications métalliques. C'est l'enjeu du projet FUI-9 FALAFEL dans lequel s'inscrit cette thèse, menée en partenariat avec plusieurs acteurs industriels et académiques. Elle a pour but d'accompagner le développement du procédé de dépôt laser direct (DLD), aussi appelé dépôt de métal assisté par laser (LMD).

Celui-ci consiste à projeter et à fondre de la poudre métallique sur un substrat suivant un motif défini, couche après couche. Il permet d'obtenir des pièces de grandes dimensions peu complexes avec un état de surface moyen et une productivité correcte, mais encore insuffisante pour son industrialisation.

La spécificité de ce travail est d'étudier le procédé DLD avec l'alliage de titane TA6V, dans des régimes opératoires permettant d'atteindre des débits volumiques de construction élevés (> 100 cm³/h).

Les recherches sont orientées suivant deux axes. En premier lieu, on s'attache à améliorer la compréhension et la maîtrise du procédé, en établissant les relations entre paramètres opératoires, critères géométriques, stabilité du bain de fusion, rendement massique et microstructure générée.

Dans un deuxième temps, on s'intéresse à la possibilité de réutiliser les poudres projetées non fondues. On étudie jusqu'à 3 niveaux de recyclage de la poudre, sans dilution avec de la poudre neuve, puis on vérifie que les propriétés mécaniques sont en accord avec les exigences aéronautiques.

Mots Clés

Fabrication Additive, Dépôt Laser, TA6V, Productivité, Poudre, Recyclage, Modélisation

Abstract

Additive manufacturing, also known as 3D printing, aggregates several processes that allows to build parts by stacking layers of a given material, directly from CAD models, without specific tools. Over the past decade, additive processes have gained in notoriety much more rapidly than their industrial applications gained in profitability.

Indeed, these technologies must still mature, especially for metallic applications. This is the challenge of the project FUI-9 FALAFEL, in which this thesis takes place, carried out in partnership with several industrial and academic actors. It aims to accompany the development of the direct laser deposition process (DLD), also known as laser metal deposition (LMD).

This consists in projecting and melting metal powder on a substrate in a defined pattern, layer by layer. It allows to obtain large size and low complexity parts with high roughness and a proper productivity, despite being still insufficient for industrialization.

The specificity of the present work is to study the DLD process in operating modes that allow to reach high build rates (> 100 cc/h), in application to the titanium alloy TA6V.

This work is driven by two research focus. In the first place, we try to improve the understanding and control of the process by establishing the relationships between operating parameters, geometric criteria, melt pool stability, process efficiency and generated microstructure.

In a second stage, we focus on the possibility to reuse powders that remain unmelted after deposition. Up to 3 levels of powder recycling are studied, without dilution with new powder. We then carried out tests to check that the mechanical properties were in accordance with the aeronautical requirements.

Keywords

Additive Manufacturing, Laser Deposition, TA6V, Productivity, Powder, Recycling, Modelization