



HAL
open science

Etude sur fusion laser sélective de matériau céramique Zircone Yttrée

Qi Liu

► **To cite this version:**

Qi Liu. Etude sur fusion laser sélective de matériau céramique Zircone Yttrée. Autre. Université de Technologie de Belfort-Montbeliard, 2013. Français. NNT : 2013BELF0212 . tel-00976254

HAL Id: tel-00976254

<https://theses.hal.science/tel-00976254>

Submitted on 9 Apr 2014

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.



SPIM

Thèse de Doctorat



école doctorale sciences pour l'ingénieur et microtechniques
UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE BELFORT-MONTBÉLIARD

Etude sur Fusion Laser Sélective de Matériau Céramique Zircone Yttriée

 Qi LIU

SPIM

■ École doctorale SPIM - Université de Technologie Belfort-Montbéliard
F - 90010 Belfort Cedex ■ tél. +33 (0)3 84 58 31 39
■ ed-spim@univ-fcomte.fr ■ www.ed-spim.univ-fcomte.fr



**Ecole Doctorale « Science Physiques pour
L'Ingénieur et Microtechniques »
Université de Franche - Comté
Université de Technologie de Belfort - Montbéliard**

THESE

Présentée pour obtenir le grade de

**DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE TECHNOLOGIE DE
BELFORT-MONTBELIARD
EN SCIENCES POUR L'INGENIEUR**

Présentée et soutenue publiquement le 5 novembre 2013

Qi LIU

**Etude sur Fusion Laser Sélective de Matériau
Céramique Zirconium Yttrié**

Rapporteurs

- Monsieur Pascal MOGNOL, Professeur, Antenne de Bretagne de l'École normale supérieure de Cachan
- Monsieur Eric BOILLAT, Adjoint scientifique, École Polytechnique Fédérale de Lausanne

Examineurs

- Monsieur Laurent GREMILLARD, Chargé de Recherche, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon
- Monsieur Christian CODDET, Professeur, Université de Technologie de Belfort-Montbéliard
- Monsieur Hanlin LIAO, Professeur, Université de Technologie de Belfort-Montbéliard

Remerciement

Ce travail de thèse a été réalisé au sein de l'institut de Recherche sur les Transports, l'Energie et la Société-Laboratoire d'Etudes et de Recherche sur les Matériaux, les Procédés et les Surfaces (IRTES-LERMPS) de l'Université de Technologie de Belfort-Montbéliard (UTBM). J'exprime mes très sincères remerciements à Monsieur Christian CODDET, professeur à l'UTBM, de m'avoir accueilli dans le laboratoire. Particulièrement Monsieur Hanlin LIAO, mon directeur de thèse, pour m'avoir suivi et considérablement aidé tout au long de cette étude. Sa compétence scientifique et ses précieux conseils ont permis de conduire cette étude avec succès.

Je remercie chaleureusement Monsieur Pascal MOGNOL, Professeur à l'Antenne de Bretagne de l'École normale supérieure de Cachan et Monsieur Eric BOILLAT, Adjoint scientifique de l'École Polytechnique Fédérale de Lausanne, pour l'intérêt qu'ils ont manifesté à cette thèse en acceptant d'être les rapporteurs de mon travail. Je souhaite remercier Monsieur Laurent GREMILLARD, Chargé de Recherche de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, d'avoir accepté d'être président du jury.

Je souhaite exprimer ma gratitude envers Messieurs Lucas DEMBINSKI, Charles BERNAGE, Yoann DANLOS, Joël CHAUVELOT, David JOGUET, Baicheng ZHANG, Bo SONG et Xinkun SUO pour leur aide au long de ma thèse et surtout Monsieur Christian ADAM, lors de la mise en place de préchauffage à haute température avec le laser Cheval.

Je remercie l'ensemble de mes collègues ainsi que tous les membres de l'équipe du laboratoire LERMPS, qui ont rendu ces années de recherche particulièrement animé et agréable. Et je remercie le CSC (China Scholarship Council) qui m'a soutenu financièrement pendant cette thèse.

Enfin, je tiens tout particulièrement à remercier ma famille, mes amis et tous ceux qui voudront bien se reconnaître ici, pour leurs constants encouragements, leurs conseils pratiques, les discussions fructueuses et pour tout ce qui a permis de mener à terme cette étude.

Résumé

La fusion sélective par laser est un procédé de la technologie de fabrication rapide de plus en plus utilisé dans l'industrie automobile, aéronautique, médicale, etc. Selon le principe de la fabrication rapide, la pièce est fabriquée couche par couche en fusionnant et soudant les particules fines par laser. Actuellement, les principaux matériaux utilisés sont les métaux métalliques ou les polymères. Le faible ou modeste point de fusion de ces matériaux conduit à une mise en œuvre par laser relativement facile. Cependant, en raison de leur point de fusion élevé, de la forte résistance à haute température et de la faible conductivité thermique, l'utilisation de matériaux céramiques est limitée dans la technologie de fusion laser sélective.

Cette étude explore la fusion laser sélective de zircone stabilisée par yttrine avec un laser à fibre de longueur d'onde d'environ 1 μm . L'influence de différentes puissances de laser et de différentes vitesses de balayage sur la microstructure et la déformation de l'échantillon a été étudiée, et la densité relative et la microdureté ont été mesurées. Notamment, l'effet de différentes températures de préchauffage sur la microstructure sera étudié. En même temps, la structure cristalline céramique et la transformation des phases pendant le procédé de prototypage rapide ont été analysées.

Les résultats expérimentaux montrent qu'il est possible de fondre complètement de la poudre YSZ avec un laser à fibre NIR, et avec l'optimisation des paramètres de fabrication, la densité relative de l'échantillon peut atteindre 91 %. La formation des fissures et des pores dans les pièces est peu évitée, en raison de l'hétérogénéité de la distribution de l'énergie du laser. Cette distribution de l'énergie peut être améliorée grâce à l'optimisation des paramètres ; les longueurs de fissure peuvent être contrôlées et maîtrisées par un préchauffage du lit de poudre. Notamment, à haute température (1500°C, 2000°C et 2500°C) de préchauffage, la fissure verticale continue devient désordonnée et courte. Une transformation de la structure monoclinique et cubique en structure tétragonale s'est produite pendant le processus de fabrication.

Mots-clés : fusion sélective par laser, zircone stabilisée par yttrine, NIR laser à fibre

Abstract

Selective laser melting is a rapid manufacturing process coming from the rapid prototyping technology, which is widely used in the automotive, aeronautical, medical industry etc. According to the principle of rapid manufacturing, the piece is manufactured layer by layer through the laser sintering or melting the fine powder. Currently, the main powder materials used are metal or polymer materials. The low melting point of these materials facilitates the melting process. However, due to the high melting point, strong strength at high temperature and low thermal conductivity the application of ceramic materials is limited in the technology of selective laser melting.

In this study, selective laser melting of the ceramic yttria stabilized zirconia by a 1 μm wavelength fiber laser was explored. The influence of different laser powers and different scanning velocities on the microstructure and the deformation were analyzed, then the micro-hardness and relative density were measured. In particular, the effect of different preheat temperatures on microstructure was investigated. At the same time, the crystal structure and phase transformation during the fabrication were analyzed.

Experimental results show that YSZ powder can be completely melted by the near IR fiber laser. With the optimization of the manufacturing parameters, the relative density of sample could reach 91 %. The forming of cracks and pores in the manufactured parts is rarely avoided due to the heterogeneity of distribution of energy. The energy distribution could be improved by optimizing the parameters and the crack lengths can be controlled by preheating the powder bed. In particular, the high temperature (1500 $^{\circ}\text{C}$, 2000 $^{\circ}\text{C}$ and 2500 $^{\circ}\text{C}$) lead the continuous vertical crack becomes messy and short. The transformation of monoclinic and cubic crystal to tetragonal crystal can be observed during the fabrication.

Keyword: selective laser melting, yttria stabilized zirconia, NIR fiber laser

SOMMAIRE

Introduction.....	3
Chapitre I Etude bibliographique.....	7
I.1 L’histoire et le développement de la technologie de fabrication rapide.....	7
I.2 Principes et applications de différents types de méthodes de la technologie de fabrication rapide	13
I.2.1 Introduction de la technologie de fabrication rapide	13
I.2.2 Procédure principales de la technologie de fabrication rapide	17
I.3 Différents types de méthodes de la technologie de fabrication rapide.....	19
I.3.1 Projection de liant (Three Dimensional Printing, 3DP).....	20
I.3.2 Dépôt de filament extrudé (Fused Deposition Modeling, FDM).....	21
I.3.3 Fabrication d’objet par laminage (Laminated Object Manufacturing, LOM)	22
I.3.4 Solid Ground Curing (SGC).....	23
I.3.5 Laser engineered net shaping (LENS).....	25
I.3.6 Stéréolithographie (Stereolithography, SLA)	26
I.4 Technologie de fusion sélective par laser (Selective Laser Melting, SLM)	27
I.4.1 Introduction à la technologie de fusion sélective par laser (Selective Laser Melting, SLM).....	27
I.4.2 SLM Equipement MCP Realizer SLM 250.....	28
I.4.3 Avantages de la technologie de fusion sélective par laser	29
I.4.4 L’état de l’art de la fusion sélective par laser de matériaux céramiques.....	31
I.5 Objectifs de la thèse.....	33
Références bibliographiques du chapitre I :.....	35
CHAPITRE II Matériaux et équipements expérimentaux	45
II.1 Propriétés et applications de la céramique YSZ.....	45
II.2 Présentation de la propriété de laser à fibre dans la machine MCP Realizer SLM 250 ...	47
II.2.1 Principe de Nd : YAG laser dans la machine MCP Realizer SLM 250	47
II.2.2 Interaction entre les matériaux et le laser	50
II.3 Caractérisation des pièces fabriquées.....	51
II.3.1 Observation microstructurale	51
II.3.2 Analyse granulométrique.....	53
II.3.3 Estimation de porosité et densité.....	53
II.3.4 Rugosité et profil de surface.....	54
II.3.5 Microdureté Vickers	55

II.3.6 Diffraction des rayons X	57
II.3.7 Mesure de la température par caméra thermique.....	57
Références bibliographiques du chapitre II :	59
CHAPITRE III Fusion sélective par laser de céramique YSZ avec un préchauffage de faibles températures et optimisation des paramètres de fabrication	63
III.1 Introduction de contexte	63
III.2 Processus de fabrication et paramètres expérimentaux.....	65
III.3 Fusion sélective par laser de la poudre céramique YSZ à température ambiante	68
III.3.1 Expérience préliminaire de fusion sélective par laser et choix des matériaux céramiques	68
III.3.2 Résultats expérimentaux	69
III.3.3 Analyse initiale de morphologie des échantillons expérimentaux ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al 70-30}$, TiO_2 et $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ 93-7).....	71
III.3.4 Bilan.....	74
III.4 Fusion de céramique YSZ à température ambiante avec une grosse poudre	74
III.4.1 Paramètres expérimentaux	74
III.4.2 L'état de fusion de l'échantillon fabriqué avec des paramètres différentes.....	76
III.4.3 Analyse de morphologie et de microstructure.....	78
III.4.4 Analyse de la distribution des fissures	83
III.4.5 Analyse de densité relative et de précision de forme	85
III.4.6 Bilan.....	88
III.5 Fusion sélective par laser de poudre céramique YSZ fine	89
III.5.1 Paramètres expérimentaux	89
III.5.2 Analyse de microstructure.....	90
III.5.3 Analyse des fissures	91
III.5.4 Densité relative et précision de forme.....	93
III.5.5 Morphologie d'échantillon.....	95
III.5.6 Bilan.....	96
III.6 Impact d'un préchauffage de 250 °C sur la performance.....	97
III.6.1 Paramètres de fabrication.....	97
III.6.2 Méthode pour améliorer la température de préchauffage du lit de poudre	98
III.6.3 Analyse de morphologie et de microstructure.....	98
III.6.4 Morphologie des surfaces de fracture d'échantillon	103
III.6.5 Analyse de la distribution des fissures	104
III.6.6 Analyse de la précision de forme et de la densité relative.....	106
III.6.7 Analyse de microdureté.....	109
III.6.8 Analyse de la structure cristalline	110
III.6.9 Analyse de distribution des paramètres.....	111
III.6.10 Macro-déformation et fabrication de grands échantillons.....	113
III.7 Etude sur le cordon de seul balayage et sur le mécanisme de fissuration	115
III.7.1 Paramètres expérimentaux	116
III.7.2 Influence de la température de préchauffage et des différents modes de balayage sur la fusion de cordon.....	116
III.8 Bilan.....	123

Références bibliographiques du chapitre III:	125
CHAPITRE IV Préchauffage à haute température et analyse de fissure	129
IV.1. Paramètres d'essai	129
IV.2 Méthode de préchauffage par laser Nd-YAG CHEVAL à haute puissance	131
IV.3 Evolution de la température de l'échantillon au cours de fabrication	133
IV.3.1 Température de surface de l'échantillon sans préchauffage	133
IV.3.2 Température de surface d'échantillon avec préchauffage à différentes hautes températures	136
IV.4 Morphologies d'échantillons fabriqués avec le préchauffage des hautes températures	139
IV.5 Analyse de microstructure	142
IV.6 Double balayage du laser SLM sur chaque couche avec le préchauffage à 2500 °C	146
IV.7 Analyse de la distribution des fissures	147
IV.8 Analyse de la densité relative et de la précision de forme	149
IV.9 Effet de la haute température de préchauffage sur la structure cristalline	152
IV.10 Bilan	153
Conclusions générales et perspectives	157

Liste des figures

Figure I.1. Durée du projet et complexité du projet au cours des quatre dernières décennies [20].....	10
Figure I.2. Application de la fabrication rapide [27, 28].....	12
Figure I.3. Répartition des vendeurs de machines de fabrication rapide dans le monde en 2007 [27].....	12
Figure I.4. Illustration du principe de la fabrication additive [21].....	14
Figure I.5. Résultat de l'intégration de la technologie à fabrication rapide [20].....	15
Figure I.6. Les quatre principaux domaines de la technologie de fabrication rapide [20].....	16
Figure I.7. Schéma du triangle plan en format STL et programme [33].....	18
Figure I.8. Procédé par projection de liant.....	21
Figure I.9. Procédé de dépôt de filament extrudé.....	22
Figure I.10. Principe du procédé de fabrication d'objet par laminage.....	23
Figure I.11. Principe du procédé Solid Ground Curing.....	24
Figure I.12. Schéma illustrant la technologie Laser Engineered Net Shaping [49].....	26
Figure I.13. Principe du procédé de stéréolithographie.....	27
Figure I.14. Illustration schématique du procédé de fusion sélective par laser.....	28
Figure I.15. La première génération de machines MCP ReaLizer SLM 250.....	29
Figure II.1. (a) Image MEB de la poudre YSZ 9-22,5 μm ; (b) Distribution granulométrique de cette même poudre.....	46
Figure II.2. (a) Image MEB de la poudre YSZ 22,5-45 μm ; (b) Distribution granulométrique de cette même poudre.....	46
Figure II.3. (a) Image MEB de la poudre YSZ 55-110 μm ; (b) Distribution granulométrique de cette même poudre.....	46
Figure II.4. (a) Equipement de Nd : YAG laser ; (b) cellule de fabrication dans la machine SLM 250.....	49
Figure II.5. Photo des microscopes optiques Nikon (a), Leica (b) et du stéréomicroscope (c).....	52
Figure II.6. Photo de granulométrie laser MASTERSIZER 2000, Malvern Instruments Ltd., UK.....	53
Figure II.7. Profilomètre 3D ALTIMENT X AltiSurf 500.....	54
Figure II.8. Photo du duromètre Vickers Leitz, Allemagne.....	55
Figure II. 9. Principe de la dureté Vickers.....	56
Figure III.1. (a) principe de la machine de fusion sélective par laser MCP REALIZER SLM	

250, (b) plate-forme de fabrication	65
Figure III.2. (a) mode de laser balayage, (b) trajectoire de balayage pendant le procédé SLM	66
Figure III.3. Fusion sélective par laser initial d'un matériau céramique YSZ avec des puissances et des vitesses de balayage différentes	70
Figure III.4. Distribution des paramètres pour le frittage du mélange de poudre (Al_2O_3 -Al 70-30).....	70
Figure III.5. Etat de frittage du mélange de poudre Al_2O_3 -Al 70-30, (a) haut d'échantillon, (b) bas d'échantillon, (c) couche de poudre frittée (d) support métallique.....	72
Figure III.6. Photos d'échantillons de céramiques TiO_2 , (a) surface d'échantillon (b) face latérale d'échantillon.....	72
Figure III. 7. Fabrication initiale de la céramique de YSZ, (a) 70 W, (b) 90 W.....	73
Figure III.8. Photos des échantillons fabriqués par laser puissance 35 W avec différentes vitesses de balayage: (a) 0,050 m/s, (b) 0,040 m/s, (c) 0,033 m/s, (d) 0,029 m/s, (e) 0,025 m/s, (f) 0,022 m/s	79
Figure III.9. Microstructure de la surface des échantillons élaborés avec la puissance 35 W et différentes vitesses de balayage: (a) 0,050 m/s, (b) 0,040 m/s, (c) 0,033 m/s, (d) 0,029 m/s, (e) 0,025 m/s, (f) 0,022 m/s.....	80
Figure III.10. Microstructures des sections verticales à puissance 35 W avec différentes vitesses de balayage : (a) 0,050 m/s, (b) 0,040 m/s, (c) 0,033 m/s, (d) 0,029 m/s, (e) 0,025 m/s, (f) 0,022 m/s	81
Figure III.11. Déformation du fond d'échantillon YSZ 55-110 μm , (a), (b) 35 W-0,033 m/s, (c), (d) 35 W-0,025 m/s.....	82
Figure III.12. Distribution des fissures dans la section verticale d'échantillons faits à une puissance de 35 W avec différentes vitesses de balayage : (a) 0,050 m/s, (b) 0,040 m/s, (c) 0,033 m/s, (d) 0,029 m/s, (e) 0,025 m/s, (f) 0,022 m/s	84
Figure III.13. Relation entre la densité surfacique des fissures et la vitesse de balayage	85
Figure III.14. Relation entre vitesse et densité relative avec les lasers de puissance (a) 35 W et (b) 70 W	86
Figure III.15. Relation entre la densité d'énergie et la densité relative aux différentes puissances de laser ; barres noires 70 W et rouges 35 W	86
Figure III.16. Relation entre vitesse et longueur du côté à la puissance 35 W ; la longueur du côté en bas : la ligne rouge, la longueur du côté en haut : la ligne noire	87
Figure III.17. Relation entre vitesse et longueur du côté à la puissance 70 W ; la longueur du côté en bas : la ligne rouge, la longueur du côté en haut : la ligne noire	87
Figure III.18. Microstructure d'échantillon fabriqué par de la poudre fine 22,5-45 μm , (a) 35 W-0,029 m/s, (b) 35 W-0,025 m/s, (c) 35 W-0,022 m/s, (d) 35 W-0,020 m/s, (e) 35 W-0,018 m/s, (f) 35 W-0,015 m/s	91
Figure III.19. Distribution des fissures dans la section verticale des échantillons fabriqués avec de la poudre fine 22,5-45 μm , (a) 35 W-0,040 m/s (b) 35 W-0,029 m/s, (c) 35 W-0,025 m/s, (d) 35 W-0,022 m/s, (e) 35 W-0,020 m/s, (f) 35 W-0,018 m/s	92
Figure III.20. Relation entre la densité surfacique des fissures et la vitesse de balayage	93
Figure III.21. Influence de la vitesse sur la densité relative de la pièce avec la poudre fine 22,4-45 μm et laser puissance 35 W	94

Figure III.22. Longueur du côté d'échantillon fabriqué par la poudre fine 22,4-45 μm avec laser puissance 35 W.....	95
Figure III.23. (a) et (b) Quatre cubes 5 mm \times 5 mm \times 5 mm avec différentes vitesses de balayage, (c) et (d) la turbine, échantillon de diamètre 30 mm.....	96
Figure III.24. Surface et face latérale de l'échantillon cubique fabriqué par des puissances différentes de laser avec préchauffage 250 $^{\circ}\text{C}$, (a), (b) 30 W-0,020 m/s, (c), (d) 60 W-0,036 m/s, (e), (f) 90 W- 0,090 m/s.....	99
Figure III.25. Microstructures sectionnelles des échantillons cubiques fabriqués avec des puissances différentes de laser et préchauffage 250 $^{\circ}\text{C}$, (a), (b) 30 W-0,020 m/s, (c), (d) 60 W-0,036 m/s, (e), (f) 90 W- 0,090 m/s.....	100
Figure III.26. Microstructure de la frontière d'une couche solidifiée.....	102
Figure III.27. La surface et le côté de l'échantillon original fabriqué avec la température de préchauffage 250 $^{\circ}\text{C}$	103
Figure III.28. Morphologie de la surface de fracture des échantillons faits avec différentes puissances : 30 W, 60 W, et 90 W.....	104
Figure III.29. Distribution de l'angle d'inclinaison des fissures avec les paramètres optimisés, (a) 30 W-0,020 m/s, (b) 60 W-0,036 m/s et (c) 90 W- 0,090 m/s et le préchauffage à 250 $^{\circ}\text{C}$	105
Figure III.30. Comparaison de la densité des fissures des échantillons fabriqués avec les différents paramètres (poudre 55-110 μm , 22,5-45 μm , sans préchauffage, et avec préchauffage à 250 $^{\circ}\text{C}$).....	106
Figure III.31. Influence du temps d'exposition sur la densité relative et la longueur du côté avec préchauffage 250 $^{\circ}\text{C}$ et différentes puissances : (a) 30 W, (b) 60 W, (c) 90 W.....	107
Figure III.32. Comparaison de la densité relative de l'échantillon fabriqué avec des paramètres différents (poudre 55-110 μm , 22,5-45 μm , sans préchauffage et avec préchauffage 250 $^{\circ}\text{C}$).....	109
Figure III.33. Diagramme de diffraction de rayons X de la poudre YSZ et de l'échantillon cubique.....	111
Figure III.34. Photos d'échantillons grandes tailles, (a), (b) modèle d'échantillon 10 mm \times 10 mm \times 5 mm, (c), (d) modèles d'échantillons 1 mm \times 20 mm \times 5mm, 2mm \times 20 mm \times 5 mm, 3 mm \times 20 mm \times 5 mm, 4 mm \times 20 mm \times 5mm, 5 mm \times 20mm \times 5 mm.....	114
Figure III.35. Photos des échantillons spéciaux : (a) modèle de cône et modèle de colonne, (b) modèles à angles différents 70 $^{\circ}$, 50 $^{\circ}$, 60 $^{\circ}$, 10 $^{\circ}$, (c) modèle d'échantillon 5 mm \times 70 mm \times 1 mm.....	115
Figure III.36. Cordons fabriqués avec le préchauffage des différentes températures (25 $^{\circ}\text{C}$, 250 $^{\circ}\text{C}$ et 500 $^{\circ}\text{C}$) et vitesses de balayage (0,022 m/s, 0,067m/s et 0,400 m/s).....	117
Figure III.37. Photos agrandies des cordons fabriqués avec le préchauffage des différentes températures (25 $^{\circ}\text{C}$, 250 $^{\circ}\text{C}$ et 500 $^{\circ}\text{C}$) et vitesses de balayage (0,022 m/s, 0,067 m/s et 0,400 m/s).....	118
Figure III.38. Cordon fabriqué avec différents points distances et temps d'exposition (même vitesse de balayage) avec le préchauffage 250 $^{\circ}\text{C}$	119
Figure III.39. Microstructure du cordon fabriqué avec des points distances et des temps d'exposition différents (même vitesse de balayage) avec le préchauffage 250 $^{\circ}\text{C}$	120
Figure III.40. Section du cordon fait à 60 W avec différentes vitesses de balayage.....	121

Figure III.41. Microstructure de la section d'un cordon fait à 60 W avec différentes vitesses de balayage	121
Figure III.42. Schéma de la génération de fissure pendant le refroidissement	122
Figure III.43. Schéma de la génération de fissure traversante	123
Figure IV. 1. Schéma du préchauffage par laser CHEVAL	132
Figure IV.2. Processus de préchauffage par laser Nd-YAG CHEVAL de grande puissance, (a) l'unité de commande, (b) et (d) l'atelier de fabrication, (c) laser Nd-YAG CHEVAL .	132
Figure IV.3. Température de la surface de l'échantillon en fonction de temps pendant le processus de numérisation sans préchauffage.....	134
Figure IV.4. Relation entre la température de l'échantillon sans préchauffage et la densité d'énergie, (a) puissances (30 W, 60 W et 90 W), (b) points distance et écarts de numérisation (20 µm-20 µm, 40 µm-40 µm) différents	135
Figure IV.5. Température de surface de l'échantillon en fonction du temps avec différentes températures de préchauffage (a) 1500 °C (b) 2000 °C et (c) 2500 °C	137
Figure IV.6. Photos des échantillons faits à 60 W avec les différentes températures de préchauffage : (a) (b) 1500 °C, (c) (d) 2000 °C et (e) (f) 2500 °C.....	140
Figure IV.7. Echantillon cubique avec différentes températures de préchauffage (1500 °C, 2000 °C et 2500 °C) et puissance de laser (30 W, 60 W et 90 W)	141
Figure IV.8. Microstructure d'échantillon fait à 60 W avec le préchauffage des différentes températures, (a) (b) 1500 °C, (c) (d) 2000 °C, (e) (f) 2500 °C.....	143
Figure IV.9. (a) (b) microstructure de la poudre préchauffée à 2000 °C, (e) (f) frontière de l'échantillon	144
Figure IV.10. (a) (b) (c) (d) : microstructures sectionnelles d'échantillon fabriqué par laser de densité d'énergie faible (puissance 30 W et vitesse de balayage 4 m/s) avec préchauffage à 2500 °C, (e) (f) : photo de la surface et du côté de l'échantillon fait à 30 W et la vitesse de balayage 4 m/s, avec préchauffage à 2500 °C.....	145
Figure IV.11. Microstructure d'échantillon fabriqué par la nouvelle méthode de double balayage dans chaque couche avec préchauffage à 2500 °C	147
Figure IV.12. Distribution des fissures dans la section verticale d'échantillon avec préchauffage à différentes températures: (a) 1500 °C, (b) 2000 °C et (c) 2500 °C	148
Figure IV.13. Comparaison de la densité surfacique de la fissure en fonction des paramètres de fabrication	148
Figure IV.14. Schéma expliquant la cause de la disparition de la fissure	149
Figure IV.15. Relation entre la densité relative, la puissance du laser et la température de préchauffage.....	150
Figure IV.16. Longueur moyenne de côté de l'échantillon le plus dense.	150
Figure IV.17 Comparaison de densité relative en fonction des paramètres de fabrication ...	151
Figure IV.18. Diagramme de diffraction de rayons X de la poudre YSZ et des échantillons faits à différentes température de préchauffage : 250 °C, 1500 °C, 2000 °C et 2500 °C	153

Liste des tableaux

Tableau I. 1. Classification des méthodes de fabrication rapide	17
Tableau II. 1. Relation entre la densité d'énergie laser et certains phénomènes pendant le processus de chauffage par laser	50
Tableau III.1. Principaux paramètres expérimentaux.....	67
Tableau III.2. Points de fusion des matériaux	69
Tableau III.3. Paramètres de la fusion sélective par laser de céramique YSZ à température ambiante.....	75
Tableau III.4. Etat de fusion de la poudre YSZ 55-110 μm à température ambiante	76
Tableau III.5. Optimisation de la vitesse de balayage à la puissance 35 W	77
Tableau III.6. Optimisation de la vitesse de balayage à la puissance 70 W	77
Tableau III.7. Paramètres principaux pour la fabrication de poudre fine à température ambiante.....	89
Tableau III.8. Paramètres principaux pour la fabrication avec une poudre fine à une température de 250-300 $^{\circ}\text{C}$	97
Tableau III.9. Microdureté des échantillons aux différentes puissances	110
Tableau III.10. Répartition des paramètres expérimentaux.....	112
Tableau IV.1. Principaux paramètres expérimentaux	130
Tableau IV.2. Principaux paramètres du laser Nd-YAG CHEVAL	130
Tableau IV.3. La relation entre la température et la puissance de sortie	138
Tableau IV.4. Distribution des paramètres optimisés avec laser des différentes puissances et préchauffage des différentes températures.....	152

Introduction

Introduction

La fusion sélective par laser est l'une des méthodes de la technologie de fabrication rapide, qui est largement utilisée dans l'industrie automobile, aérospatiale, et médicale. Selon le principe de la fabrication rapide, la pièce est produite couche par couche. Le procédé commence par un fichier 3D de CAO qui est découpé en sections 2D, et le prototype est fabriqué à partir d'une poudre qui est sélectivement fusionnée par un laser selon la forme de la section transversale ; ensuite, une nouvelle couche de poudre est étalée sur le lit de poudre, et le processus se répète jusqu'à ce que la pièce soit terminée. La chambre de construction doit être maintenue à une température constante pour éviter les déformations, et à une atmosphère inerte pour éviter la dégradation de la poudre.

Le chapitre I présente principalement le contexte de la technologie de fabrication rapide et une introduction de la fusion sélective par laser ; les matériaux et équipements expérimentaux sont présentés dans le chapitre II. Actuellement, les principaux matériaux utilisés sont les métaux ou les polymères ; leur point de fusion basse conduit à une formation relativement plus facile. A contrario, en raison de leur point de fusion élevé, de leur résistance à haute température et de leur faible conductivité thermique, l'utilisation de matériaux céramiques est limitée dans la technologie de fusion sélective par laser. Cette étude explore la fusion sélective par laser de zircone stabilisée par yttrine avec un laser à fibre de longueur d'onde 1 μm . Les objectifs principaux sont d'étudier la faisabilité de la fabrication rapide avec des matériaux céramiques YSZ en utilisant la méthode de fusion sélective par laser, d'optimiser les paramètres du laser, les propriétés de la poudre et l'environnement de fabrication.

Pour l'optimisation des paramètres de fabrication, l'influence de différentes puissances de laser et de différentes vitesses de balayage sur la microstructure et la déformation de l'échantillon sera étudiée dans le chapitre III. Ensuite, la densité, la

microstructure, la micro-dureté et la précision de forme des échantillons seront étudiées, ainsi que l'effet de différentes températures de préchauffage sur la microstructure. En même temps, la structure cristalline céramique et la transformation des phases pendant le procédé de fabrication rapide seront analysées.

Afin de trouver une poudre appropriée pour cette étude, nous avons essayé des poudres YSZ de différentes tailles (9 μ m-22.5 μ m 22.5 μ m-45 μ m 55 μ m-110 μ m) car l'état de fusion de la poudre par fibre laser diffère en fonction du diamètre. L'optimisation de la taille de la poudre est très importante pour l'augmentation de la performance de l'échantillon.

Les principaux défauts sont les microfissures, les pores et la déformation macroscopique à l'intérieur de l'échantillon céramique fabriqué par fusion sélective par laser. La génération et la distribution de fissures en fonction des paramètres du laser seront donc étudiées, les causes de la formation de fissures seront présentées et des solutions seront proposées. Le chapitre IV traite du préchauffage à haute température (1500°C, 2000°C et 2500°C), qui a été essayé pour réduire les microfissures à l'intérieur de l'échantillon et diminuer la déformation. La taille de la zone de préchauffage est limitée à 15 mm, mais cela présente un potentiel pour la fabrication de pièces de faible dimension, par exemple des implants dentaires.

CHAPITRE I

Etude bibliographique

Chapitre I Etude bibliographique

L'objectif de ce premier chapitre est de présenter globalement les études bibliographiques et les objectifs de recherche. Un panorama concernant les progrès les plus récents en matière de technologies de fusion sélective par laser est réalisé. Ce chapitre comporte cinq parties : l'histoire et l'avancement de la technologie de fabrication rapide, principe et applications de fabrication rapide, introductions des différents types de méthodes de fabrication rapide, puis enfin le contexte de la technologie de fusion sélective par laser et les objectifs de l'étude.

I.1 L'histoire et le développement de la technologie de fabrication rapide

Les premières techniques de fabrication rapide sont disponibles dans les années quatre-vingt, et sont utilisés plus tard pour la production de pièces prototypes et modèles. L'histoire de la fabrication rapide peut être retracée dès la fin des années soixante, quand un professeur de génie, Herbert Voelcker, a testé les possibilités de combiner outils informatiques et machines automatiques. Il a cherché un moyen par lequel les machines-outils automatiques pourraient être programmées en utilisant la sortie d'un programme de conception d'un ordinateur. Il a développé les outils mathématiques fondamentaux qui expliquent clairement les trois aspects dimensionnels et qui ont abouti à de premières théories algorithmiques et mathématiques pour la modélisation solide. Ces outils ont formé la base des programmes informatiques modernes et sont utilisés pour la conception de presque tous les objets mécaniques [1-5].

En 1986, Carl Deckard, de l'Université du Texas, a eu une idée novatrice. Il est devenu le pionnier de la fabrication par couche, en construisant un modèle « couche par couche ». Il a ensuite imprimé des modèles 3D en utilisant un laser pour la fusion d'une poudre métallique, une seule couche à la fois. Deckard fait de cette idée une

technique, appelée fusion sélective par laser [6-9]. La technologie de fabrication rapide a été reconnue par le brevet de Charles Hull, inventant des appareils pour la production d'objets 3D par stéréolithographie [10, 11]. Charles Hull est connu par l'industrie comme le père de la fabrication rapide. Depuis, l'ingénieur en informatique crée simplement des esquisses sur l'écran de son ordinateur à l'aide d'un programme de « conception assistée par ordinateur » (CAO). La CAO permet de faire des modifications au besoin et on peut créer un prototype physique : un objet 3D précis et approprié [12].

Des brevets parallèles ont été déposés en 1984 au Japon (Murutani), en France (Andreet) et aux États-Unis (Hull). Tous ces brevets décrivent un concept similaire de fabrication d'un objet 3D en ajoutant sélectivement du matériau couche par couche. Alors que les travaux japonais antérieurs étaient très bien documentés, ce qui prouvait que le concept pourrait être réalisé, le brevet déposé par Charles Hull est généralement reconnu comme le plus influent, car il a autorisé la société « 3D Systems » à utiliser son brevet. Ce fut la première société à commercialiser la technologie de fabrication rapide avec un appareil de stéréolithographie. D'autres brevets sont publiés après 1986, liés à trois sociétés : Helisys (fabrication d'objet par laminage, LOM) [13], Cubital (durcissement de bases solides, CGT) [14, 15] et DTM (fusion sélective par laser, SLM) [16].

Seul le SLM de DTM/3D Systems reste commercialisé en 2001. En 1989, Scott Crump a breveté la modélisation Fused Deposition (FDM), ce qui a conduit à la formation de la Société Stratasys [17]. Ces processus datant de 1989 sont largement utilisés jusqu'à aujourd'hui (avec des variantes), FDM remportant actuellement le plus de succès. Également en 1989, un groupe du MIT a breveté le processus d'impression en 3D (3DP). Le groupe MIT a cédé la licence de la technologie 3DP à différentes sociétés, qui l'ont appliquée diversement pour former la base de différentes applications de cette technologie de fabrication rapide. Parmi elles, le plus grand succès est celui de la société ZCorp, qui se concentre principalement sur les technologies à faible coût. La technologie à jet d'encre est utilisée pour déposer des gouttelettes de matériau directement sur un substrat, où ce matériau durcit et devient

la pièce elle-même. La société Objet a aussi utilisé cette technique pour imprimer des résines photoréliculables en gouttelettes [18].

La fabrication rapide a un fort impact sur la productivité, permettant l'obtention rapide et peu coûteuse d'un produit, de la conception au prototype. En effet, le prototypage conventionnel peut prendre beaucoup de temps : de quelques semaines à plusieurs mois, en fonction de la complexité de la conception et de la méthode utilisée. La fabrication rapide peut aider à réduire radicalement le cycle de vie et les coûts connexes de prototypage. En outre, la fabrication rapide informatise la fabrication de prototypes à partir de modèles de CAO 3D. Un prototype physique fournit plus d'informations sur un produit par rapport à l'information qui peut être obtenue à partir du dessin de conception. Parmi les avantages généraux de l'utilisation de la technologie de fabrication rapide dans les industries, on peut citer : le test rapide de nouveaux concepts, la résolution de problèmes liés à des modèles existants ou nouveaux, l'obtention de nouvelles idées pour les futures modifications de conception, et la meilleure communication entre les équipes d'ingénierie.

En 40 ans, la complexité de la forme et de la structure des produits sur le marché a augmenté [19]. La figure I.1 montre la relation entre le temps de formation et la complexité de production, selon le développement de la technologie et de la complexité (l'échelle de complexité relative est grossièrement divisée en trois étapes). Il est à noter que, depuis 1970, l'indice de complexité relative a augmenté d'un facteur d'environ 2 en 1980 et de près de 3 dans les années 1990. Les temps relatifs de réalisation d'une pièce n'ont pas été considérablement augmentés. Par contre, de 4 semaines d'achèvement du projet en 1970, on est passé à 16 semaines en 1980. Pendant cette période, les technologies de formation traditionnelles sont les principales méthodes de préparation. Ensuite, avec l'utilisation de la conception assistée par ordinateur (CAO) et de la machine-outil à commande numérique (CNC), le temps de réalisation d'un projet se réduit à huit semaines. L'invention d'une nouvelle technologie peut permettre une réduction significative du temps de fabrication, mais comme le temps passe, celle-ci est de moins en moins capable de répondre aux exigences de forme, de sorte que le temps de moulage recommence à

augmenter. A partir de 1990, la technologie de fabrication rapide a commencé à être étudiée dans divers domaines. Bien que ses performances pour élaborer les échantillons ne puissent pas remplacer pleinement ou dépasser la méthode précédente, elle a des avantages très nets pour l'élaboration de pièces de formes complexes [20].

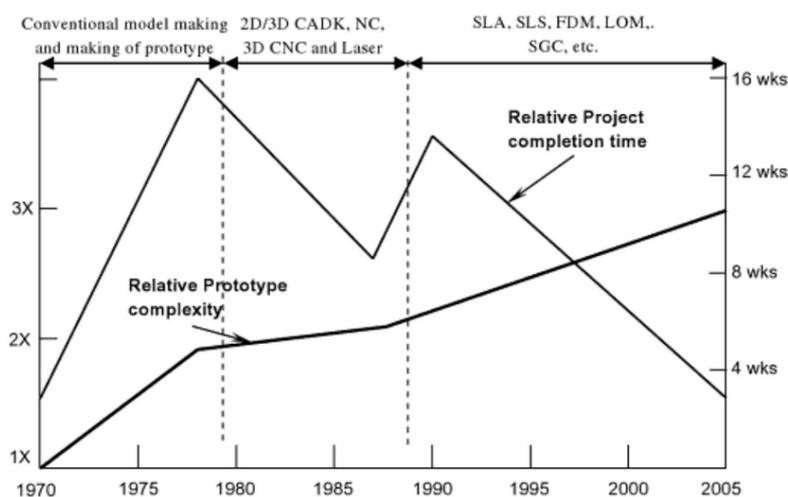


Figure I.1. Durée du projet et complexité du projet au cours des quatre dernières décennies [20]

La technologie de fabrication rapide a été aussi étudiée à nano/micro échelle. Les techniques traditionnelles nano/micro sont la formation de microstructures spéciales avec un grand ratio entre profondeur et largeur. En se basant sur la fabrication de l'absorption de deux-photons et de photopolymérisation, un nano-taureau de 10 μm de long et 7 μm de haut a été fabriqué par des chercheurs de l'Université d'Osaka. Des chercheurs de l'université de l'Illinois ont utilisé un jet de mélange de polymères en solution à travers un micro-stylo pour créer des structures de réseau 3D avec des filaments de 0,5-5,0 μm de diamètre [21].

Cette technologie a un grand potentiel dans le domaine biologique. Par exemple, la bio-manufacturing (BM), un domaine interdisciplinaire de manufacturing rapide et d'ingénierie tissulaire, vise à fabriquer des substitutions pour les tissus ou organes humains [22]. En outre, les organes naturels sont composés de différents types de cellules et matériaux de matrice extracellulaire (ECMs), et les cellules existent dans

l'espace ECMs avec une distribution spécifique et une orientation. Par conséquent, si les cellules et ECMs peuvent être manipulés directement, des alternatives avec des fonctions physiologiques pourraient être apportées [21]. Selon les niveaux d'application de la fabrication rapide, il y a trois étapes dans la technologie de bio-manufacturing. La première étape est la fabrication d'organes de prothèse [23], la deuxième étape est l'assemblage indirect de cellules, qui se réfère à une méthode en deux étapes pour fabriquer des tissus/organes. Tout d'abord, le biomatériau d'échafaudage est constitué par une technique de fabrication rapide améliorée, puis les cellules avec des facteurs de croissance sontensemencées sur l'échafaud et cultivées pour proliférer et migrer jusqu'à ce que les tissus/organes fonctionnels soient régénérés [24-26]. La troisième étape est le montage direct de la cellule, qui se réfère à l'exploitation directe des cellules, avec les biomatériaux et les facteurs de croissance, et leur dépôt sur le site selon le modèle numérique conçu dérivé du modèle anatomique d'un organe ou d'un tissu. Plus tard, les produits seront cultivés/formés pour aider les cellules à proliférer, migrer, s'orienter dans certains modèles, et la construction peut enfin se développer dans certains tissus [21].

La fabrication rapide peut être utilisée pour une variété d'applications : les produits de consommation, l'automobile, l'aérospatiale, le domaine médical, et l'industrie des jouets [27]. La figure I.2 illustre l'utilisation de la technologie de la fabrication rapide dans différents domaines. Ces applications ont été classées en quatre fonctions principales : modélisation et présentation des pièces, prototypes fonctionnels, pièces d'outillage, et production des pièces. Dans le processus d'application réelle, plusieurs facteurs affectent le choix du processus de fabrication rapide. Ces facteurs sont : la résolution, les opérations de post-traitement, les caractéristiques des matériaux de prototypes, le temps disponible, les systèmes de fabrication rapide disponibles auprès du concepteur.

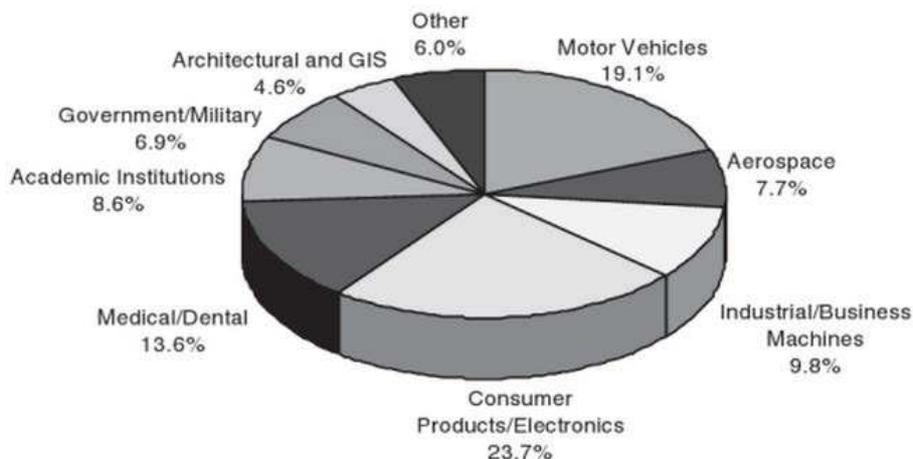


Figure I.2. Application de la fabrication rapide [27, 28]

Par ailleurs, utilisateurs et fabricants de machines à fabrication rapide sont loin d'être homogènes. La figure I.3 montre la répartition des utilisateurs au cours de l'année 2007. Plus de 40 % de ces machines ont été installées aux Etats-Unis, plus de 25 % en Asie, et plus de 20 % en Europe [27]. Les principaux fabricants de machines, telles que 3D Systems ou Stratasys-Objet, sont situés aux États-Unis, et la société EOS est en Allemagne. Bien que la Chine compte beaucoup de fabricants, la plupart des entreprises en sont au stade de la recherche et du développement [28].

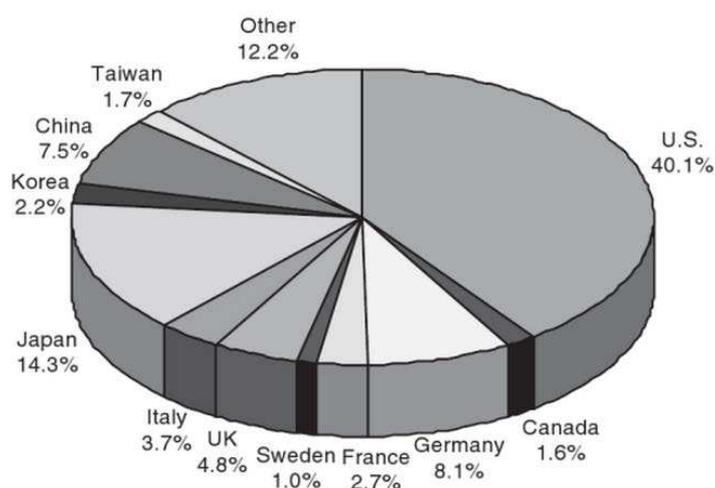


Figure I.3. Répartition des vendeurs de machines de fabrication rapide dans le monde en 2007 [27]

À l'heure actuelle, la fabrication rapide repose sur des principes différents pour atteindre les objectifs prévus : il est considéré comme la prochaine génération de la technologie de fabrication dans les principaux pays du monde, et la technologie de fabrication rapide, une fois mature, commencera probablement la prochaine révolution industrielle. Les systèmes de fabrication rapide, tant dans le type de matériau, la taille des modèles, la résistance mécanique et la précision, ont fait de grands progrès dans les dernières décennies.

I.2 Principes et applications de différents types de méthodes de la technologie de fabrication rapide

La fabrication rapide est une technique permettant la fabrication directe, via une conception CAO 3D, d'un prototype physique en utilisant un certain nombre de techniques, principalement sur la base du tranchage d'un objet à trois dimensions en plusieurs couches bidimensionnelles, lignes ou points.

I.2.1 Introduction de la technologie de fabrication rapide

La technologie de fabrication moderne étudie les organisations ordonnées des matériaux dans trois dimensions avec une forme et une fonction déterminée. Actuellement, selon la méthode de fabrication, on distingue quatre catégories de base :

(1) Mise en forme par enlèvement de matériau : une ancienne méthode pour former une pièce par suppression de matière superflue à partir d'un modèle grossier primitif (machine-outil traditionnelle, fraisage, rabotage, perçage, meulage, laser découpe et usinage par électro-érosion). La machine-outil CNC est actuellement la méthode de traitement la plus importante [29].

(2) Mise en forme avec un moule, une ancienne méthode pour former une pièce en imposant des contraintes externes, telles que le forgeage, le moulage, et la métallurgie des poudres. Il est principalement utilisé pour la préparation d'un échantillon brut ou de certaines pièces de forme nette [30].

(3) La fabrication additive, comme illustré dans la figure I.4, est une nouvelle méthode pour former une pièce en dispersant les matières (liquide, solide ou poudre) en des points ou des lignes d'abord, puis en les empilant couche après couche.

(4) La croissance est le processus de mise en forme de tous les organes du corps, avec un processus de prolifération et d'auto-assemblage de matériaux comme les cellules. C'est le niveau le plus compliqué et le plus élevé de mise en forme [21].

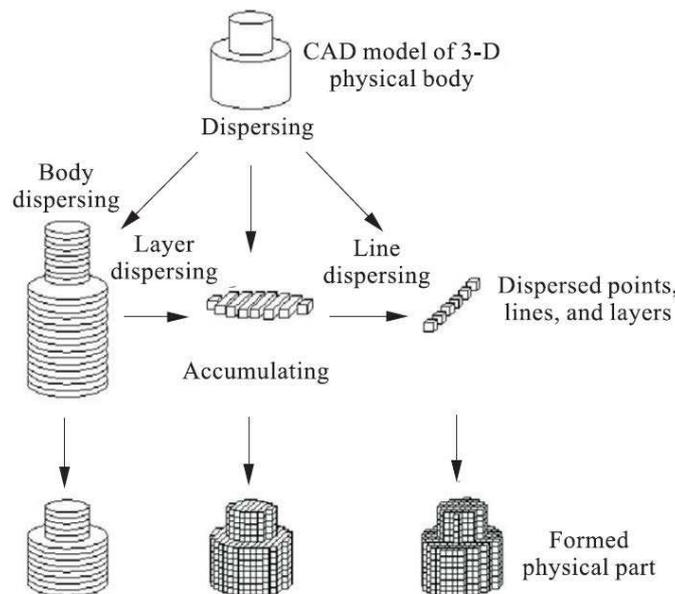


Figure I.4. Illustration du principe de la fabrication additive [21]

Les industries modernes utilisent de plus en plus les techniques de fabrication rapide pour réduire leur cycle de développement et de produit. Un grand nombre de procédés ont été développés, permettant l'utilisation de divers matériaux (des plastiques aux métaux) pour le développement de prototypes. La figure I.5 montre compare la méthode traditionnelle et la technologie de fabrication rapide : en fonction de la taille et de la complexité de la production, les économies de temps et de coût peuvent se situer entre 50 et 90 % [20].

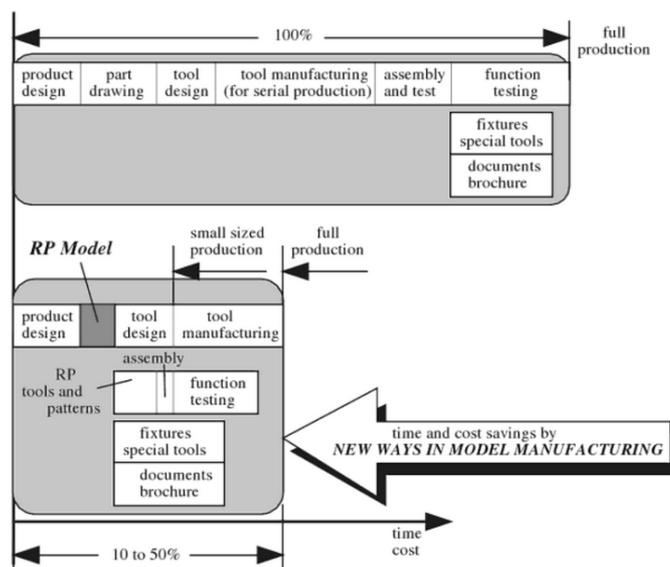


Figure I.5. Résultat de l'intégration de la technologie à fabrication rapide [20]

Par la combinaison de la fabrication rapide et de la conception assistée par ordinateur, la fabrication rapide peut être utilisée pour la validation du concept, la vérification de la conception et de la forme, l'ajustement des prototypes, en particulier dans l'outillage, et l'analyse de l'assemblage des pièces. Les pièces élaborées par fabrication rapide sont utilisées pour l'inspection visuelle, l'évaluation ergonomique, et la définition de procédés de fabrication secondaires pendant différents stades de développement de nouveaux produits. Particulièrement, la fabrication rapide peut également être utilisée pour la conception d'objets très complexes avec la fonction d'autosimilarité. Les fonctions des logiciels de conception assistée par ordinateur sont très puissantes, et les systèmes de fabrication rapide peuvent donc permettre de manipuler l'objet lorsqu'il a une forme très compliquée ou une forme de type « autosimilarité ». Or, il est impossible de réaliser des modèles 3D de ce type par des moyens conventionnels.

Les prototypes de modèles sont des pièces non fonctionnelles, bien qu'elles soient élaborées avec une grande précision dans leur forme et leur dimension. En même temps, la fabrication rapide a une capacité de fabrication directe qui réduit les coûts d'outillage, parce que les restes des matières premières sont recyclables.

La fabrication rapide (Rapid Manufacturing, RM) est l'application du prototypage rapide pour la production de pièces finales et utilisables directement. En comparaison avec le prototypage rapide, la préparation de pièces fonctionnelles a une plus importante signification. Le choix des matériaux est une partie importante de ce processus, car les propriétés (propriétés mécaniques, thermiques, etc.) de la pièce à fabrication rapide doivent être très similaires aux propriétés du matériau qui sera utilisé pour le produit fini. D'autre part, les modèles à prototypage rapide peuvent être utilisés en tant que modèles pour les processus de moulage au sable. Ce processus est connu sous le nom « outillage rapide indirect ». L'outillage rapide (Rapid Tooling, RT) concerne généralement la production de moules et inserts d'outillage. Ce sont des moyens pour réduire le délai de commercialisation des produits et d'abaisser les coûts, considérés comme des technologies à la compétitivité améliorée.

Fondamentalement, le développement de la fabrication rapide peut être vu dans quatre domaines principaux. La figure I.6 illustre ces aspects essentiels. Il s'agit de : l'entrée, la méthode, les matériaux et l'application [20]. La classification de la méthode est basée principalement sur les types des matériaux.

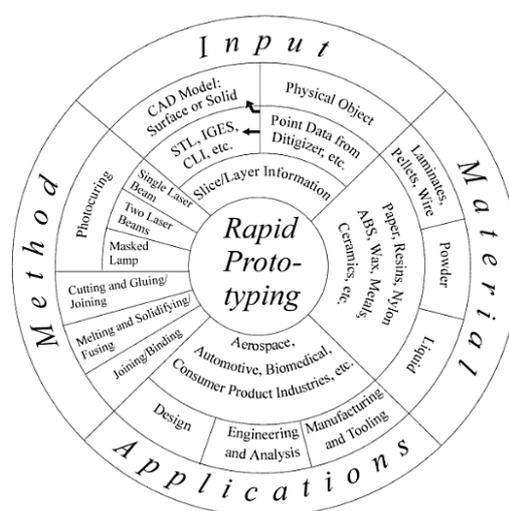


Figure I.6. Les quatre principaux domaines de la technologie de fabrication rapide [20]

Le fichier de stéréolithographie (STL) est généré à partir des données CAO solides du

modèle, puis utilisé en entrée de la machine à fabrication rapide pour fabriquer la pièce. Le processus de fabrication rapide est catégorisé en fonction des types de matériaux (poudres, liquides, matériaux en feuilles, en fil, etc.). Par exemple : résine photosensible et suspension mélangée [31]. Elle inclut le laser, le collage, l'extrusion, etc. Le tableau I.1 montre la classification des méthodes de fabrication rapide.

Tableau I. 1. Classification des méthodes de fabrication rapide

Matériaux	Moyens	Technologie
Fabrication à partir d'un matériau liquide	Solidification d'un monomère liquide	Stéréolithographie (STL) Solid ground curing (SGC) etc.
Fabrication à partir d'un matériau solide	Solidification d'un matériau en fusion	Dépôt de filament extrudé (FDM), etc.
	Fusion de particules par laser	Fusion sélective par laser (SLM) Laser engineered net shaping (LENS), etc.
	Agglomération de poudre	Projection de liant (3DP), etc.
Fabrication à partir d'un matériau en feuilles	Collage de feuillets à l'aide d'un adhésif	Fabrication d'objet par laminage (LOM) etc.

I.2.2 Procédure principales de la technologie de fabrication rapide

Bien que plusieurs techniques de fabrication rapide existent, toutes utilisent le même principe en cinq étapes. Les étapes principales sont décrites en détail dans les paragraphes suivants :

1. Créer un modèle 3D

Tout d'abord, l'objet à construire est modélisé à l'aide d'une conception assistée par ordinateur (CAO). Le modèle est créé avec un modeleur solide, tel que CATIA, ou le modèle de surface est généré par une caméra à balayage 3D. Ce processus est identique pour toutes les techniques de construction à fabrication rapide.

2. Convertir le modèle CAO au format STL

Différents formats de CAO utilisent différents algorithmes pour représenter des objets solides. Pour assurer la cohérence, le format STL (technologie stéréolithographie) a été adopté comme standard de l'industrie de la fabrication rapide. La deuxième étape consiste donc à convertir le fichier CAO au format STL. Ce format représente une surface en trois dimensions d'un ensemble de triangles plans ; le fichier contient les coordonnées des sommets et la direction de la normale vers l'extérieur de chaque triangle [32-34]. La figure I.7 est un diagramme schématisé d'un triangle plan au format STL. Dans le fichier en format STL, le code du programme pour une face triangulaire est le suivant :

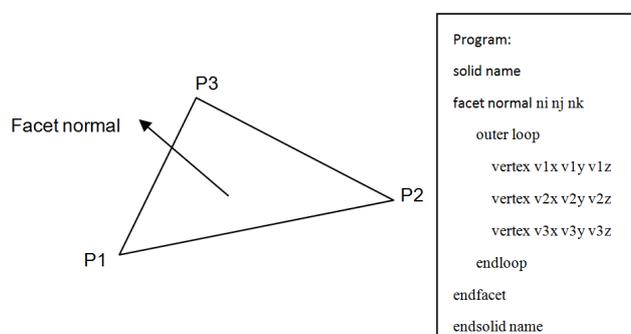


Figure I.7. Schéma du triangle plan en format STL et programme [33].

Parce que les fichiers STL utilisent des éléments plans, ils ne peuvent pas représenter exactement les surfaces courbes. L'augmentation du nombre de triangles améliore la précision, mais au prix d'une plus grande taille de fichier. Les dossiers complexes nécessitent plus de temps pour prétraiter et construire, de sorte que le concepteur doit équilibrer précision et temps de transformation lors de la création du fichier STL. Comme le format STL est universel, ce processus est identique pour toutes les techniques de construction à fabrication rapide.

3. Trancher le fichier STL en fines couches sectionnelles

Dans la troisième étape, un programme de prétraitement prépare le fichier STL à la construction. Cela permet à l'utilisateur d'ajuster la taille, l'emplacement et l'orientation du modèle. L'orientation de la fabrication est importante pour plusieurs

raisons. Tout d'abord, les propriétés des prototypes rapides varient d'une direction de coordonnées à l'autre. Par exemple, les propriétés mécaniques des prototypes sont relativement plus faibles et moins précises en dimension dans la direction Z (verticale) que dans le plan XY. En outre, l'orientation de la pièce détermine partiellement la quantité de temps nécessaire pour construire le modèle. Par exemple, le nombre de couches du même modèle dépend de la direction de la fabrication. Le logiciel de prétraitement tranche le modèle STL en un certain nombre de couches de 0,01 à 0,7 mm d'épaisseur, en fonction de la technique de construction. Le programme peut également générer une structure auxiliaire pour soutenir le modèle pendant la construction. Les supports sont utilisés pour des modèles creux tels que des cavités internes, parois minces et de surplomb ; chaque fabricant de machines fournit son propre logiciel de prétraitement avec différentes propriétés.

4. Fabriquer le modèle couche par couche

La quatrième étape est la construction de la pièce. En utilisant l'une des techniques, la machine à fabrication rapide construit la pièce, une couche à la fois, à partir de polymères, de papier ou de métal en poudre. La plupart des machines sont assez autonomes, ne nécessitant que peu d'intervention humaine.

5. Nettoyer et terminer le modèle.

La dernière étape est le post-traitement. Il s'agit d'enlever le prototype de la machine et de le détacher des supports. Certains matériaux photosensibles doivent être parfaitement secs avant utilisation. Les prototypes peuvent également nécessiter un nettoyage mineur et un traitement de surface. Ponçage et peinture du modèle permettront d'améliorer l'apparence et la durabilité [20, 35, 36].

I.3 Différents types de méthodes de la technologie de fabrication rapide

Selon les types de matériau et les méthodes de préparation, les principaux systèmes rapides sont divisés dans les catégories suivantes : 1. Projection de liant (3DP) ; 2.

Dépôt de filament extrudé (FDM) ; 3. Fabrication d'objet par laminage (LOM) ; 4. Solid ground curing (SGC) ; 5. Laser engineered net shaping (LENS) ; 6. Stéréolithographie (SLA) ; 7. Fusion sélective par laser (SLM).

I.3.1 Projection de liant (Three Dimensional Printing, 3DP)

L'expression « imprimante à jet d'encre » se réfère à toute une catégorie de machines qui utilisent la technologie jet d'encre. La première imprimante 3D a été développée au MIT. Et l'imprimante Z Corp. 3D a été produite par Z Corporation Burlington. Le principe de cette technologie est montré dans la figure I.8. Les pièces sont construites sur une plate-forme située dans une caisse pleine de matériau en poudre. Une tête d'impression à jet d'encre dépose sélectivement un fluide liant pour assurer la cohésion des particules dans les zones désirées. En même temps, la poudre non adhérente permet de soutenir la partie concernée. La plate-forme descend d'une hauteur égale à l'épaisseur d'une couche, puis de la poudre est ajoutée par une autre tête et nivelée par un rouleau, et le processus est répété jusqu'à la fin. Lorsque le processus est terminé, la partie crue est retirée de la poudre non liée, et la poudre non liée excédentaire est éliminée. Les pièces finies peuvent être infiltrées avec de la cire, de la colle cyanoacrylate, ou d'autres produits d'étanchéité pour améliorer la durabilité et la finition de surface. Avec cette technologie, l'épaisseur de couche typique est d'environ 0,1 mm. Ce processus est très rapide et produit des pièces avec une surface légèrement granuleuse. Il permet la mise en forme de nombreuses poudres, incluant les métaux, les céramiques, les polymères et les hydrogels [12, 37].

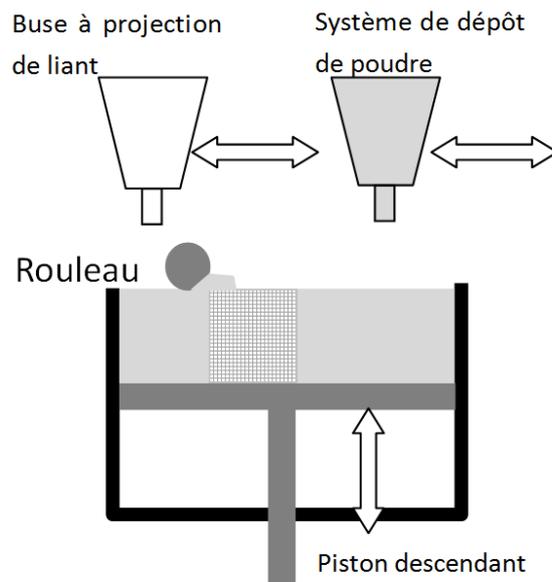


Figure I.8. Procédé par projection de liant

I.3.2 Dépôt de filament extrudé (Fused Deposition Modeling, FDM)

Dans cette technique, comme le montre la figure I.9 ci-dessous, un filament de thermoplastique chauffé est extrudé à partir d'une buse qui se déplace dans le plan horizontal. Le matériau extrudé est chauffé légèrement au-dessus de son point de fusion, de telle sorte qu'il se solidifie rapidement après sa déposition. La tête d'extrusion contrôlée dépose du matériau fondu très mince sur la plate-forme de fabrication pour former la première couche. Le diamètre du filament extrudé, qui est contrôlé principalement par la vitesse de déplacement de la buse, est de 0,2 à 2 mm [38, 39]. Plus la vitesse est élevée, plus la fabrication est rapide, mais au détriment de la précision et de la qualité de finition.

La plate-forme est maintenue à une température plus basse que le point de fusion, de sorte que la matière thermoplastique durcit rapidement. Après que la plate-forme s'abaisse, la tête d'extrusion dépose une deuxième couche sur la première. En outre, la structure de support supplémentaire doit être conçue dans le modèle 3D. Ce processus permet la mise en forme de matériaux en polymères [40] ou en cire [41]. Pour les

céramiques ou les métaux, qui sont des matériaux difficilement fusibles, il est possible d'extruder un mélange de liant polymère fondu et de poudres céramiques ou métalliques [38, 42, 43].

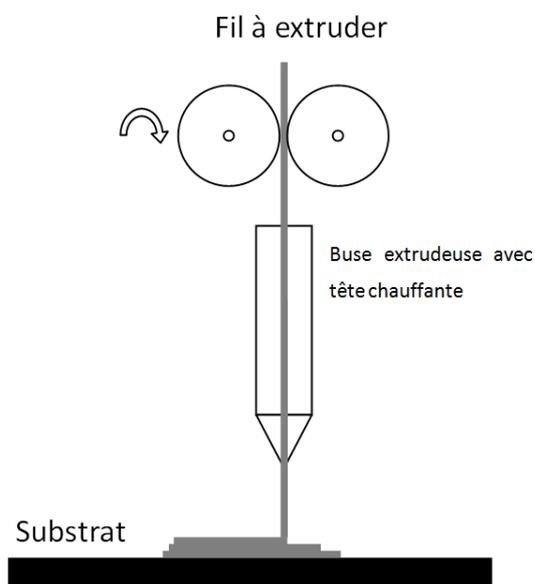


Figure I.9. Procédé de dépôt de filament extrudé

I.3.3 Fabrication d'objet par laminage (Laminated Object Manufacturing, LOM)

Cette technique a été développée par la société américaine Helisys à Torrance. Des couches de matériau en feuille revêtue d'adhésif sont collées ensemble pour former une pièce. Le matériau d'origine est constitué de papier stratifié avec de la colle activable par la chaleur et enroulée sur des bobines. Comme le montre la figure I.10 ci-dessous, un mécanisme d'alimentation fait avancer de la feuille sur la plate-forme de construction, un rouleau chauffé exerce une pression sur le papier lié à la base. Un laser focalisé coupe le contour de la première couche sur le papier, puis balaye la surface « non utile » afin d'endommager le papier de cette surface, ce qui facilitera son retrait pendant le post-traitement.

Lors de la fabrication, l'excès de matériau fournit un excellent support pour les

surplombs et les parois à sections minces. Après la découpe de la première couche, la plate-forme s'abaisse et de la matière fraîche est mise en avant. Un rouleau colle ensuite la seconde couche à la première, puis le laser coupe la deuxième couche. L'adhérence des couches dépend de la qualité de l'adhésif. Comme les modèles sont en papier, ils doivent être étanches et finis avec de la peinture ou du vernis pour éviter un endommagement par l'humidité. La précision d'une pièce fabriquée avec ce procédé est d'environ 200 μm . La précision verticale est de 0,05-0,1 mm pour le papier, à 0,2-0,5 mm pour des feuilles de métal [44]. Le procédé LOM est plutôt destiné à la fabrication de pièces massives [45, 46]. Helisys développe plusieurs nouveaux matériaux en feuilles, comme le plastique, le papier hydrofuge, et des bandes de poudre céramique et de métal. Les produits bruts doivent être frittés pour une résistance maximale.

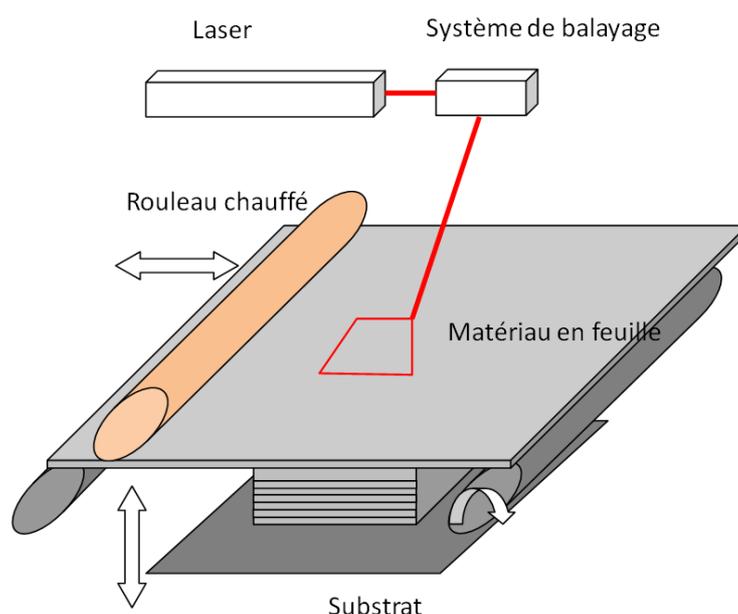


Figure I.10. Principe du procédé de fabrication d'objet par laminage

I.3.4 Solid Ground Curing (SGC)

Développé par Cubital, la technique du Solid ground curing (SGC) utilise la lumière ultraviolette pour durcir sélectivement des polymères photosensibles. Contrairement à

la SLA, il durcit une couche entière à la fois. La figure I.11 représente cette technologie. Dans la première étape, de la résine photosensible est pulvérisée sur la plate-forme. Ensuite, la machine SGC développe un masque photographique de la couche à fabriquer. Ce masque photographique est imprimé sur une plaque de verre au-dessus de la plate-forme, utilisant un procédé électrostatique. Le masque est ensuite exposé à la lumière UV, qui passe uniquement à travers la partie transparente du masque pour sélectivement durcir la forme de la couche en cours.

Après la couche est durcie, la machine aspire l'excès de résine et pulvérise de la cire vers la plate-forme pour soutenir le modèle lors de la construction. La surface supérieure est usinée à plat, puis le processus se répète pour la couche suivante. Lorsque la fabrication de pièce est terminée, cette dernière doit être dé-cirée en l'immergeant dans un bain de solvant [20].

Le temps de production de chaque couche est d'environ deux minutes, mais il faut seulement trois secondes de temps d'exposition à la lumière UV. La précision de forme dans toutes les directions est d'environ 100 μm . Ce procédé est plus complexe et coûteux que d'autres technologies de fabrication rapide [47].

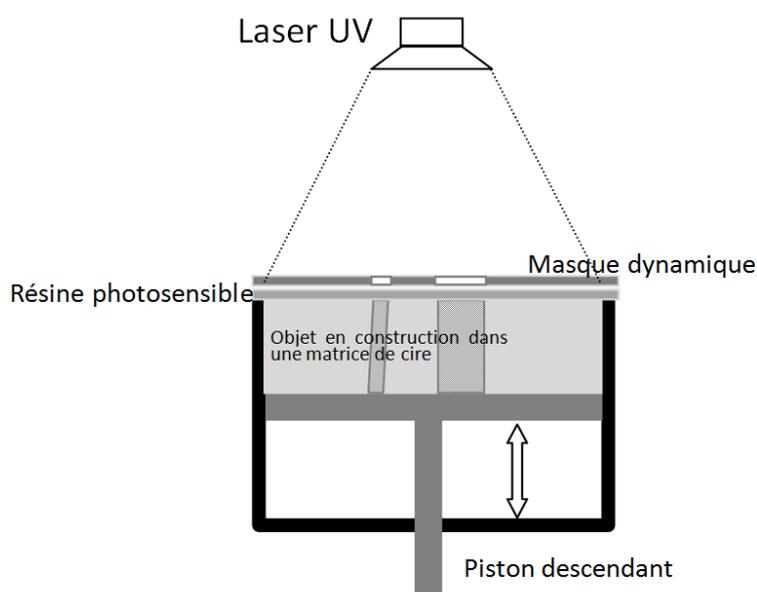


Figure I.11. Principe du procédé Solid Ground Curing

I.3.5 Laser engineered net shaping (LENS)

Cette technologie a été inventée par la société Optomec Design, aux Etats-Unis, elle produit des pièces métalliques à l'aide d'un procédé de projection par laser. La figure I.12 suivant illustre le principe de cette technologie [48, 49]. Un laser est dirigé sur un substrat servant de support de l'objet, et il est focalisé sur un substrat métallique formant un bain de fusion. La poudre métallique est simultanément injectée dans le bain de fusion par le biais d'une buse pour y être fondue. La couche est fabriquée par le déplacement du substrat dans le plan x-y. Le laser et l'alimentation de poudre sont ensuite balayés sur la surface du substrat, produisant une couche de dépôt. Le processus est répété avec chaque nouvelle couche de refusion et de liaison à la couche antérieure. La poudre est solidifiée à la couche inférieure lorsque celle-ci quitte la zone de point focal. Après qu'une couche est formée, le laser et la buse s'élèvent d'une épaisseur de couche dans la direction z, et le processus est répété jusqu'à la fin. La maîtrise des paramètres opératoires est essentielle lorsque l'on fait appel à cette technique car les contraintes thermiques produites par les couches dues aux passages successifs sous le laser peuvent conduire à un objet possédant de faibles propriétés mécaniques. De plus, cette technologie utilise un matériau en poudre et le chauffage laser, la vitesse de balayage de la plaque-support par rapport au laser, la puissance et le diamètre du spot laser, les propriétés mécaniques et physico-chimiques de la poudre utilisée, et le débit d'alimentation de la poudre sont autant de paramètres à contrôler pour optimiser les performances de l'échantillon [50-52].

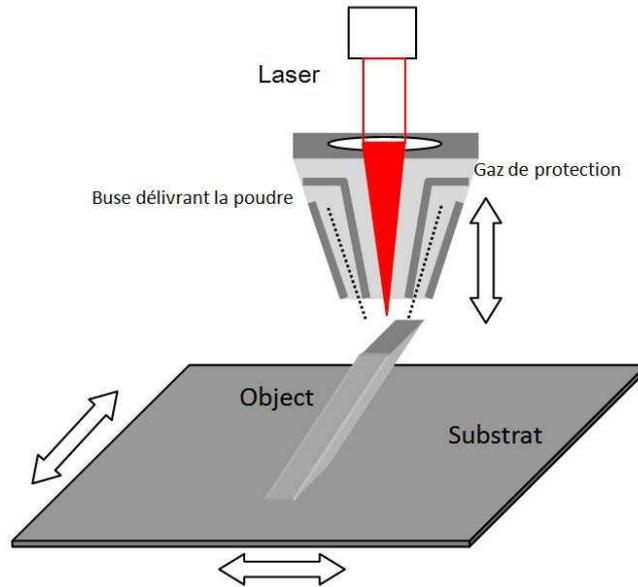


Figure I.12. Schéma illustrant la technologie Laser Engineered Net Shaping [49]

I.3.6 Stéréolithographie (Stereolithography, SLA)

Brevetée en 1984 par Hull [11], la stéréolithographie a commencé la révolution de la fabrication rapide. La technique s'appuie sur les modèles tridimensionnels à partir de polymères liquides photosensibles qui se solidifient lorsqu'ils sont exposés à la lumière ultraviolette. La résine époxy ou acrylate absorbe très fortement les UV dans une certaine profondeur, dépendant de la résine, de la puissance du laser et de la vitesse de numérisation. Comme le montre la figure I.13 ci-dessous, le modèle est construit sur une plate-forme située juste en dessous de la surface dans une cuve d'époxy liquide ou de résine acrylate. Un laser UV faible puissance focalisé balaye la première couche, solidifie la section transversale du modèle, en même temps la zone restante est encore en liquide. Ensuite, une plate-forme s'abaisse progressivement dans le polymère liquide. Résine liquide couvre la couche solidifiée par une balayeuse, et le laser balaie la deuxième couche au-dessus de la première. Ce processus est répété jusqu'à ce que le prototype soit terminé. Ensuite, la partie solide est retirée de la cuve et rincée de l'excès de liquide. Les supports sont rompus et le modèle est placé dans un four UV pour durcissement complet [35, 36, 53]. La précision obtenue avec ce

procédé est de l'ordre de 100 μm , et les matériaux utilisés dans le procédé SLA sont essentiellement des polymères. Il est toutefois possible de fabriquer des pièces en céramique en incorporant des poudres céramiques au polymère photosensible liquide. On obtient d'abord une pièce composite céramique et polymère qu'il s'agit ensuite de fritter pour obtenir la pièce finale [31, 54].

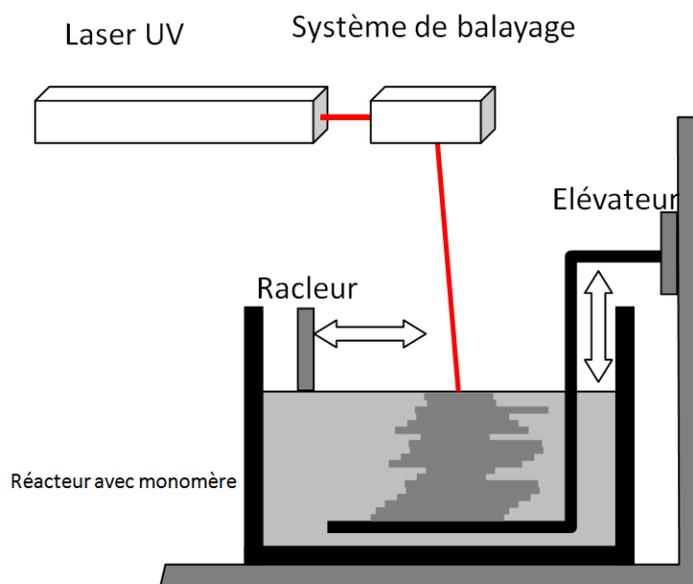


Figure I.13. Principe du procédé de stéréolithographie

I.4 Technologie de fusion sélective par laser (Selective Laser Melting, SLM)

I.4.1 Introduction à la technologie de fusion sélective par laser (Selective Laser Melting, SLM)

Développée par Carl Deckard pour sa thèse de maîtrise à l'Université du Texas, la fusion sélective par laser a été brevetée en 1989 [6]. Le principe du procédé est simple : La poudre est fondue sélectivement par un faisceau laser pour former un objet solide (voir figure I.14). La poudre peut être composée de divers matériaux : polymères, métal ou céramique. Les échantillons sont fabriqués sur une plate-forme

située juste en dessous de la poudre thermo-fusible. Conformément à l'espacement des lignes, le laser balaie la direction horizontale et fond l'ensemble de la poudre dans une région spécifique. Théoriquement, l'atelier de fabrication est maintenu à une température légèrement inférieure au point de fusion du matériau, puis le laser n'a qu'à augmenter la température de quelques degrés pour provoquer la fusion de la poudre. Ensuite la plate-forme est abaissée à la hauteur de la couche suivante et la poudre est couverte à nouveau. Ce processus est ensuite répété. L'excès de poudre qui n'est pas balayée par le laser contribue à soutenir la structure intérieure pendant de la fabrication. Les machines SLM sont produites par DTM, à Austin, au Texas.

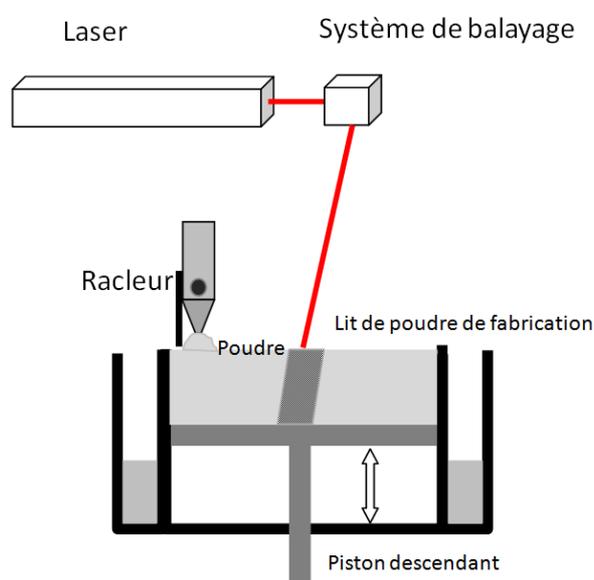


Figure I.14. Illustration schématique du procédé de fusion sélective par laser

I.4.2 SLM Equipement MCP ReaLizer SLM 250

Parmi les nombreux fabricants d'équipements SLM, la société ReaLizer SLM utilise des poudres en tant que matériaux et un laser comme méthode de mise en forme. En 1990, des physiciens, les Drs. Matthias Fockele et Dieter Schwarze a fondé la société F&S. En 1995, la société a commencé à développer la technologie SLM (Selective Laser Melting) pour la production de composants en matériaux métalliques. Dès 1997,

les premiers brevets ont été demandés. En 1999, la société a livré la première machine au monde de SLM pour matériaux métalliques au centre de recherche de Karlsruhe. En 2004, le Dr Matthias Fockele a fondé la société REALIZER GmbH, une autre entreprise qui se concentre sur le développement et la production de machines SLM pour la fabrication de pièces métalliques.

L'image I.15 présente les principaux éléments du dispositif, qui comprend une plate-forme de fabrication, un système de contrôle et un système laser. Grâce au logiciel d'équipement, on peut trancher des modèles 3D et créer des trajectoires de balayage ; ensuite, les échantillons sont fabriqués couche par couche.

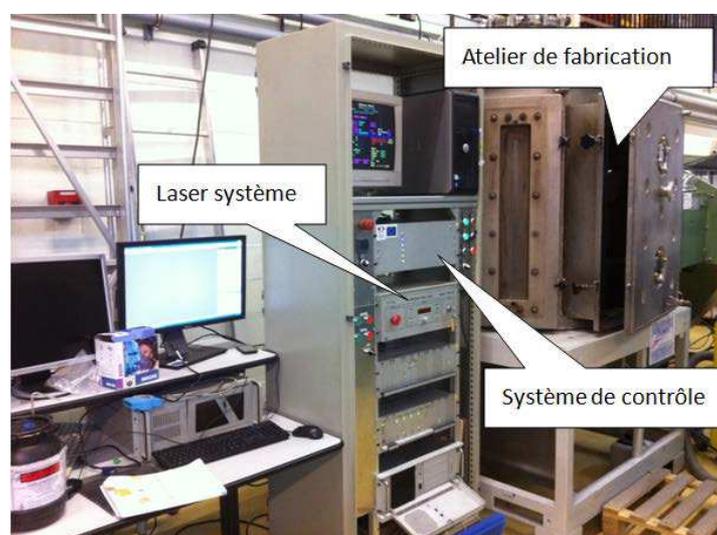


Figure I.15. La première génération de machines MCP ReaLizer SLM 250

I.4.3 Avantages de la technologie de fusion sélective par laser

Parmi toutes les technologies de fabrication rapide, les avantages et les inconvénients respectifs sont évidents : par exemple, la différence de précision des pièces formées, de résistance mécanique, et choix des matériaux est relativement importante. Voici les avantages de la technologie de fusion sélective par laser : 1. Grande variété de matériaux de fabrication : une très grande variété de matériaux peut être mise en forme dans le procédé SLM. Par exemple, des matériaux à faible point de fusion tels

que les polymères [55, 56], ou des matériaux à haut point de fusion tels que les métaux céramiques [57, 58]. La plupart des matériaux peuvent être préparés en poudre, et on peut utiliser les bonnes matières : les pièces fabriquées peuvent être utilisées directement, donc l'application de cette technologie est très vaste. 2. Fonctionnement sans surveillance : le processus SLM peut fonctionner du début à la fin sans la supervision d'un opérateur. 3. Aucun matériel d'appui requis : après le balayage par laser, la poudre non frittée fonctionne comme un support naturel. Bien sûr, un soutien supplémentaire peut être plus propice à la précision de pièces élaborées. 4. Post-traitement : aucune post-cuisson n'est nécessaire. Une post-cuisson de pièces n'est pas nécessaire dans le processus de SLM. 5. Fabrication de séries de pièces : de nombreuses pièces peuvent être fabriquées et empilées dans une plate-forme SLM. 6. Résistance et durabilité : Comparativement à d'autres technologies, sa résistance et sa durabilité sont excellentes, parce que le frittage et la fusion de matériaux améliorent la résistance de l'échantillon, qui est plus élevée que lors de l'utilisation d'un liant ou d'une réaction chimique. 7. Moins de déchets : les poudres qui ne sont pas fusionnées dans le processus SLM peuvent être recyclées et réutilisées, car leurs propriétés physiques et chimiques ne sont pas significativement modifiées. 8. Précision et finition de surface : la précision, la finition de surface, et la forme des pièces produites par le processus SLM sont excellentes. La précision dépend de la taille des particules de poudre, de l'épaisseur de la couche et du diamètre du spot laser ; ces paramètres peuvent être inférieurs à 50 μm [59, 60]. Des parois très minces peuvent être réalisées. Pour un matériau métallique, l'épaisseur peut atteindre 1 mm. 9. Nettoyage facile des pièces : la poudre non frittée peut être enlevée facilement par sablage.

Généralement, la fusion du matériau en poudre par laser a besoin d'une énergie plus élevée, c'est la raison pour laquelle cette technologie n'est pas adaptée à tous les matériaux. Il existe donc de nombreuses limitations à l'utilisation de la procédure SLM, dont : 1. Sensibilité à la température : théoriquement, pour une fabrication optimale, la température de préchauffage du matériau doit être maintenue juste en dessous de son point de fusion. Ainsi, le préchauffage peut réduire la puissance du

laser et la déformation en raison du surchauffage local par laser [61]. 2. Exigence de rugosité de surface : pour améliorer l'état brut et la surface poudreuse de la pièce, le ponçage est nécessaire après la fabrication [62]. 3. L'espace de fabrication maximal est limité. Actuellement, l'espace de fabrication le plus grand peut atteindre 1,2 m×1,2 m [63].

I.4.4 L'état de l'art de la fusion sélective par laser de matériaux céramiques

Certains matériaux céramiques ont été utilisés dans l'étude de la technologie fusion sélective par laser. En raison de ses bonnes propriétés mécaniques, la zircone pure est décrite comme céramique acier [64]. Actuellement, la zircone stabilisée par l'oxyde d'yttrium est largement utilisée, ce qui est connu comme mélange de zircons polymorphes : cristal cubique, monoclinique et tétragonale métastable. Cependant, la fabrication rapide avec le matériau céramique YSZ est encore plus difficile à réaliser que celui des autres matériaux à bas point de fusion [65, 66].

Par comparaison avec les méthodes classiques de mise en forme, par exemple la compression isostatique à chaud/à froid ou la technologie de broyage CNC, la fusion sélective par laser est la prochaine génération de technologie de fabrication, qui a commencé à se développer il y a trois décennies. Grâce à cette technologie, un modèle physique 3D peut permettre de fabriquer la pièce finale directement, couche par couche [67-69].

Dans le domaine biomédical, la géométrie spécifique de la production d'implants médicaux YSZ nécessite une grande précision géométrique [70]. La technologie de fabrication rapide peut ainsi être adaptée à la fabrication d'implants médicaux. Comme mentionné ci-dessus, un modèle d'implant médical 3D est découpé avec une certaine épaisseur par le logiciel, puis le produit YSZ final peut être fabriqué couche par couche avec un processus spécifique. Actuellement, certaines entreprises de technologies de fusion sélective par laser ont émergé dans le commerce, tels que les

systèmes 3D, phénix, EOS, etc.

Toutefois, l'application d'un matériau céramique pour cette technologie pose beaucoup de problèmes, car il est difficile de fusionner directement des matériaux céramiques purs dans la production finale en raison du haut point de fusion, de la faible conductivité thermique et de la friabilité des matériaux céramiques [71]. Dans les études antérieures, l'oxyde et non-oxyde céramique (Al_2O_3 , SiO_2 , ZrO_2 , SiC) sous forme de poudre ou de pâte sont frittées ou fondues par Nd : YAG laser ou laser CO_2 , mais la géométrie des composants en céramique est très simple avec cette technologie [1, 72, 73].

La fabrication rapide de la zircone stabilisée à l'oxyde d'yttrium a été étudiée par Ph. Bertrand en utilisant la machine Phenix et la machine PM100 avec un laser à fibre 50W. Les résultats expérimentaux indiquent qu'il est possible de fritter ou de faire fondre la poudre YSZ sans élément additif, mais la densité et les propriétés mécaniques sont insuffisantes [72]. Avec le préchauffage à haute température à 1600°C , un échantillon dense utilisant le rapport de mélange eutectique de 58,5 % en poids de Al_2O_3 et 41,5 % en poids de ZrO_2 a été fabriqué par fusion complète [73-75]. Le laser IR à fibre à $1\ \mu\text{m}$ de longueur d'onde est absorbé faiblement par le matériau céramique, dont le milieu de transmission est la fibre optique [1, 76]. Actuellement, le laser IR à fibre à $1\ \mu\text{m}$ de longueur d'onde est souvent utilisé pour les matériaux métalliques, mais il y a tout de même eu quelques études pour les matériaux céramiques.

Pour les autres matériaux céramiques en poudre ou en suspension contenant du polymère, de la silice, ou en phase vitreuse, il y a aussi des fabrications additives à base de laser. Par exemple, Heinrich décrit une technique de frittage de suspension du matériau alumine-silice par laser [77]. Hsiao-Chuan Yen propose un nouveau procédé de mise en forme de suspension céramique pour la fabrication de pièces céramiques crues. Par chauffage sélectif jusqu'à $1200\ ^\circ\text{C}$ avec un laser CO_2 , une section transversale de la partie 2D est formée sur la couche gélifiée. Une solution de NaOH est utilisée comme révélateur pour supprimer automatiquement le support [78]. En outre, la fusion sélective laser de poudre vitrocéramique d'aluminosilicate de lithium

permet d'obtenir des couches densifiées par formation d'une phase liquide visqueuse [79]. Actuellement, la méthode habituelle est l'utilisation du matériau polymère comme liant pendant le frittage sélectif de la poudre de céramique alumina ou SiC, puis un échantillon céramique dense peut être obtenu après le post-traitement [80-82]. Par contre, l'étude de la fusion complète de matériau céramique est relativement rare, donc je choisis l'étude de la fusion directe du matériau céramique sans additif comme titre de ma thèse.

I.5 Objectifs de la thèse

L'objectif principal est l'étude de la faisabilité de la fusion sélective par laser des matériaux céramique YSZ. Pendant la fabrication, le laser proche de l'infrarouge est utilisé pour fondre complètement le matériau céramique ; ensuite, la densité, la microstructure, la distribution des fissures, la micro-dureté et la précision de forme des échantillons seront étudiées. L'influence des différentes puissances de laser et de la vitesse de numérisation sur les performances sera analysée. Notamment, l'effet de différentes températures de préchauffage sur la microstructure sera étudié. En même temps, la structure cristalline céramique et la transformation des phases pendant le procédé de fusion sélective par laser seront analysées.

Afin de trouver une poudre appropriée pour cette étude, on a essayé des particules YSZ de différentes tailles (9 μm -22.5 μm ; 22.5 μm -45 μm ; 55 μm -110 μm), parce que la taille de la poudre a un effet sur le raclage de la poudre dû à la différente coulabilité. En outre, l'état de fusion de la poudre par fibre laser est différent lorsque sa taille est différente. L'optimisation de la taille de la poudre est très importante pour la méthode de fusion sélective par laser.

Selon des études antérieures, les principaux problèmes sont les microfissures et la déformation macroscopique de l'échantillon céramique fabriqué par le laser à fusion sélective. La résistance mécanique de l'échantillon en céramique fabriqué est généralement assez faible en raison de la présence des fissures. La génération et la

distribution des fissures en fonction des paramètres du laser seront étudiées, et des solutions seront proposées. En outre, l'optimisation de la puissance du laser et de la vitesse a un rôle important pour l'amélioration de la morphologie et de la précision de forme. En même temps, l'augmentation de la température de préchauffage influera sur la génération des fissures. Une haute température de préchauffage (1500°C, 2000°C et 2500 °C) va donc être mise en œuvre pour réduire les micro-fissures à l'intérieur de l'échantillon et amoindrir la déformation.

Références bibliographiques du chapitre I :

1. Regenfuß, P., R. Ebert, and H. Exner, Laser Micro Sintering-a Versatile Instrument for the Generation of Microparts. *Laser Technik Journal*, 2007. 4(1): p. 26-31.
2. Requicha, A.A.G. and H.B. Voelcker, Solid modeling: Current status and research directions. *Computer Graphics and Applications, IEEE*, 1983. 3(7): p. 25-37.
3. Verneker, V.R.P. and D. Nagle, Effect of reduction on Vickers hardness of stabilized zirconia. *Journal of Materials Science Letters*, 1990. 9(2): p. 192-194.
4. Voelcker, H.B., Toward a unified theory of modulation part I: Phase-envelope relationships. *Proceedings of the IEEE*, 1966. 54(3): p. 340-353.
5. Voelcker, H.B. and A.A.G. Requicha, Geometric modeling of mechanical parts and processes. *Computer*, 1977. 10(12): p. 48-57.
6. Deckard, C.R., Part generation by layerwise selective sintering. 1986, University of Texas at Austin.
7. Deckard, C.R., Method and apparatus for producing parts by selective sintering. 1989, U.S. Patent, N°. 4863538.
8. Bourell, D.L., et al., Multiple material systems for selective beam sintering. 1990, U.S. Patent, N°. 4944817.
9. Beaman, J.J. and C.R. Deckard, Selective laser sintering with assisted powder handling. 1990, U.S. Patent, N°. 4938816.
10. Hull, C.W., et al., Methods and apparatus for production of three-dimensional objects by stereolithography. 1991, U.S. Patent, N°. 5236637.
11. Hull, C.W., Apparatus for production of three-dimensional objects by stereolithography. 1986, U.S. Patent, N°. 4575330.
12. Yan, X. and P. Gu, A review of rapid prototyping technologies and systems. *Computer-Aided Design*, 1996. 28(4): p. 307-318.

13. Feygin, M., et al., Laminated object manufacturing system. 1998, U.S. Patent, N°. 5730817.
14. Cohen, N., et al., Three dimensional modeling. 1994, U.S. Patent, N°. 5287435.
15. Cohen, N., et al., Three dimensional modeling. 1992, EP Patent 0470705.
16. Beaman, J.J., J.C. McGrath, and F.R.R. Prioleau, Thermal control of selective laser sintering via control of the laser scan. 1994, U.S. Patent, N°. 5352405.
17. Crump, S.S., Apparatus and method for creating three-dimensional objects. 1992, U.S. Patent, N°. 5121329.
18. Gibson, I., D.W. Rosen, and B. Stucker, Additive manufacturing technologies: rapid prototyping to direct digital manufacturing. 2009: Springer.
19. Metelnick, J., How today's model/prototype shop helps designers use rapid prototyping to full advantage. 1991: Society of Manufacturing Engineers.
20. Chua, C.K., K.F. Leong, and C.S. Lim, Rapid prototyping: principles and applications. 2010: World Scientific Publishing Company Incorporated.
21. Yan, Y., et al., Rapid Prototyping and Manufacturing Technology: Principle, Representative Technics, Applications, and Development Trends. Tsinghua Science & Technology, 2009. 14, Supplement 1(0): p. 1-12.
22. Langer R, V.J.P., Tissue engineering. Science, 1993. 260(5110): p. 920-926.
23. Shi, T., Studies on the rapid forming of auricle scaffold for microtia. 2003.
24. Sherwood, J.K., et al., A three-dimensional osteochondral composite scaffold for articular cartilage repair. Biomaterials, 2002. 23(24): p. 4739-4751.
25. Xiong, Z., et al., Fabrication of porous scaffolds for bone tissue engineering via low-temperature deposition. Scripta Materialia, 2002. 46(11): p. 771-776.
26. Liu, L., Y. Yan, and Z. Xiong, A novel poly (lactic-co-glycolic acid)-collagen hybrid scaffold fabricated via multi-nozzle low-temperature deposition. 2008: London: Taylor & Francis Ltd.
27. Wohlers, T., State of the Industry Annual Worldwide Progress Report. 2007: Wohlers Associates, Inc.
28. Bartolo, P.J., Virtual and Rapid Manufacturing: Advanced Research in Virtual

- and Rapid Prototyping. 2007: Taylor & Francis.
29. Xu, X.W. and S.T. Newman, Making CNC machine tools more open, interoperable and intelligent-a review of the technologies. *Computers in Industry*, 2006. 57(2): p. 141-152.
 30. Cheah, C.M., et al., Rapid prototyping and tooling techniques: a review of applications for rapid investment casting. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2005. 25(3-4): p. 308-320.
 31. Licciulli, A., et al., Laser stereolithography of ZrO₂ toughened Al₂O₃. *Journal of the European Ceramic Society*, 2005. 25(9): p. 1581-1589.
 32. Chen, Y.H., C.T. Ng, and Y.Z. Wang, Generation of an STL File from 3D Measurement Data with User-Controlled Data Reduction. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 1999. 15(2): p. 127-131.
 33. Szilvési-Nagy, M. and G. Mátyási, Analysis of STL files. *Mathematical and Computer Modelling*, 2003. 38(7-9): p. 945-960.
 34. Jacob, G.G.K., C.C. Kai, and T. Mei, Development of a new rapid prototyping interface. *Computers in Industry*, 1999. 39(1): p. 61-70.
 35. Jacobs, P.F., *Rapid prototyping & manufacturing: fundamentals of stereolithography*. 1992: Sme.
 36. Hopkinson, N., R. Hague, and P. Dickens, *Rapid manufacturing*. 2006: Wiley Online Library.
 37. Pham, D.T. and R.S. Gault, A comparison of rapid prototyping technologies. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 1998. 38(10-11): p. 1257-1287.
 38. Meng, Y., et al., Kinetic study and modeling on photocatalytic degradation of para-chlorobenzoate at different light intensities. *Environmental Pollution*, 2002. 117(2): p. 307-313.
 39. Thrimurthulu, K., P.M. Pandey, and N. Venkata Reddy, Optimum part deposition orientation in fused deposition modeling. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 2004. 44(6): p. 585-594.
 40. Lee, B.H., J. Abdullah, and Z.A. Khan, *Optimization of rapid prototyping*

- parameters for production of flexible ABS object. *Journal of Materials Processing Technology*, 2005. 169(1): p. 54-61.
41. Greul, M., T. Pintat, and M. Greulich, Rapid prototyping of functional metallic parts. *Computers in Industry*, 1995. 28(1): p. 23-28.
42. Masood, S.H. and W.Q. Song, Development of new metal/polymer materials for rapid tooling using Fused deposition modelling. *Materials & Design*, 2004. 25(7): p. 587-594.
43. Kalita, S.J., et al., Development of controlled porosity polymer-ceramic composite scaffolds via fused deposition modeling. *Materials Science and Engineering: C*, 2003. 23(5): p. 611-620.
44. Yi, S., et al., Study of the key technologies of LOM for functional metal parts. *Journal of Materials Processing Technology*, 2004. 150(1–2): p. 175-181.
45. Ferreira, J.C., Rapid tooling of die DMLS inserts for shoot-squeeze moulding (DISA) system. *Journal of Materials Processing Technology*, 2004. 155–156(0): p. 1111-1117.
46. Tari, M.J., et al., Rapid prototyping of composite parts using resin transfer molding and laminated object manufacturing. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 1998. 29(5–6): p. 651-661.
47. Zhang, X., et al., Model layout optimization for solid ground curing rapid prototyping processes. *Robotics and Computer-Integrated Manufacturing*, 2002. 18(1): p. 41-51.
48. Keicher, D.M. and W.D. Miller, Multiple beams and nozzles to increase deposition rate. 1999, U.S. Patent, N°. 5993554.
49. Ye, R., et al., Numerical modeling of the thermal behavior during the LENS® process. *Materials Science and Engineering: A*, 2006. 428(1–2): p. 47-53.
50. Griffith, M.L., et al. Understanding the microstructure and properties of components fabricated by laser engineered net shaping (LENS). in *MRS Proceedings*. 2000: Cambridge Univ Press.
51. Keicher, D.M., et al. Using the laser engineered net shaping (LENS) process to produce complex components from a CAD solid model. in *Photonics West'97*.

- 1997: International Society for Optics and Photonics.
52. Keicher, D., et al., Laser engineered net shaping(LENS): beyond rapid prototyping to direct fabrication. *Hard Coatings Based on Borides, Carbides & Nitrides: Synthesis, Characterization & Applications*, 1998: p. 369-377.
 53. Dufaud, O. and S. Corbel, Oxygen diffusion in ceramic suspensions for stereolithography. *Chemical Engineering Journal*, 2003. 92(1-3): p. 55-62.
 54. Hinczewski, C., S. Corbel, and T. Chartier, Ceramic suspensions suitable for stereolithography. *Journal of the European Ceramic Society*, 1998. 18(6): p. 583-590.
 55. Ho, H.C.H., W.L. Cheung, and I. Gibson, Morphology and properties of selective laser sintered bisphenol a polycarbonate. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 2003. 42(9): p. 1850-1862.
 56. Kim, J. and T.S. Creasy, Selective laser sintering characteristics of nylon 6/clay-reinforced nanocomposite. *Polymer Testing*, 2004. 23(6): p. 629-636.
 57. Lee, G. and J. Barlow. Selective laser sintering of bioceramic materials for implants. in *solid freeform fabrication symposium*. Austin: University of Texas. 1993: DTIC Document.
 58. Lakshminarayan, U., Selective laser sintering of ceramic materials. *Dissertation Abstracts International(USA)*, 1992. 53(4): p. 215.
 59. Liu, F.R., et al., Micro scale 3D FEM simulation on thermal evolution within the porous structure in selective laser sintering. *Journal of Materials Processing Technology*, 2012. 212(10): p. 2058-2065.
 60. Shishkovsky, I. and V. Scherbakov, Selective Laser Sintering of Biopolymers with Micro and Nano Ceramic Additives for Medicine. *Physics Procedia*, 2012. 39(0): p. 491-499.
 61. Louvis, E., P. Fox, and C.J. Sutcliffe, Selective laser melting of aluminium components. *Journal of Materials Processing Technology*, 2011. 211(2): p. 275-284.
 62. Nasr, E.A. and A.K. Kamrani, *Computer Based Design and Manufacturing*. Vol. 7. 2006: Springer.

63. SHI, Y. Wuhan Binhu Mechanical &Electrical CO,.Ltd. 2012.
64. Garvie, R.C., R.H. Hannink, and R.T. Pascoe, Ceramic steel? Nature, 1975. 258(5537): p. 703-704.
65. Chevalier, J. and L. Gremillard, Zirconia as a Biomaterial, in Comprehensive Biomaterials, P. Ducheyne, Editor. 2011, Elsevier: Oxford. p. 95-108.
66. Manicone, P.F., P. Rossi Iommetti, and L. Raffaelli, An overview of zirconia ceramics: Basic properties and clinical applications. Journal of Dentistry, 2007. 35(11): p. 819-826.
67. Chua, C.K., K.F. Leong, and C.S. Lim, Rapid Prototyping: Principles and Applications. 2003: World Scientific.
68. Beaman, J.J., Solid freeform fabrication: a new direction in manufacturing : with research and applications in thermal laser processing. 1996: Kluwer Academic Publishers.
69. Lü, L., J.Y.H. Fuh, and Y.S. Wong, Laser-Induced Materials and Processes for Rapid Prototyping. 2001: Kluwer Academic Publishers.
70. Piconi, C. and G. Maccauro, Zirconia as a ceramic biomaterial. Biomaterials, 1999. 20(1): p. 1-25.
71. Li, J., H. Liao, and L. Hermansson, Sintering of partially-stabilized zirconia and partially-stabilized zirconia-hydroxyapatite composites by hot isostatic pressing and pressureless sintering. Biomaterials, 1996. 17(18): p. 1787-1790.
72. Bertrand, P., et al., Ceramic components manufacturing by selective laser sintering. Applied Surface Science, 2007. 254(4): p. 989-992.
73. Yves-Christian, H., et al., Net shaped high performance oxide ceramic parts by selective laser melting. Physics Procedia, 2010. 5, Part B(0): p. 587-594.
74. Wilkes, J. and K. Wissenbach, Rapid manufacturing of ceramic components for medical and technical applications via selective laser melting, in Conferences Euro-uRapid. 2006: Frankfurt. p. A4/1.
75. Wilkes, J., et al., Additive manufacturing of $ZrO_2-Al_2O_3$ ceramic components by selective laser melting. Rapid Prototyping Journal, 2012. 19(1): p. 7-7.
76. COLOMBAN, P., Imagerie Raman de matériaux et dispositifs hétérogènes.

- Techniques de l'ingénieur, 2002: p. 2865.
77. Heinrich, J.G., "LSD-basiertes selektives Lasersintern", cfi/Ber. DKG, 2009, Vol. 86 No. 10, pp. D26-7.
78. Yen, H.-C., A new slurry-based shaping process for fabricating ceramic green part by selective laser scanning the gelled layer. *Journal of the European Ceramic Society*, 2012. 32(12): p. 3123-3128.
79. Zocca, A., et al., Selective laser densification of lithium aluminosilicate glass ceramic tapes. *Applied Surface Science*, 2013. 265(0): p. 610-614.
80. Shahzad, K., et al., Additive manufacturing of alumina parts by indirect selective laser sintering and post processing. *Journal of Materials Processing Technology*, 2013. 213(9): p. 1484-1494.
81. Tang, H.-H., M.-L. Chiu, and H.-C. Yen, Slurry-based selective laser sintering of polymer-coated ceramic powders to fabricate high strength alumina parts. *Journal of the European Ceramic Society*, 2011. 31(8): p. 1383-1388.
82. Friedel, T., et al., Fabrication of polymer derived ceramic parts by selective laser curing. *Journal of the European Ceramic Society*, 2005. 25(2-3): p. 193-197.

CHAPITRE II

Matériaux et équipements expérimentaux

CHAPITRE II Matériaux et équipements expérimentaux

Ce chapitre II est divisé en trois parties. Tout d'abord, les propriétés des poudres utilisées sont présentées. Deuxièmement, les équipements MCP Realizer SLM 250 sont détaillés. Enfin, la troisième partie présente les techniques de caractérisation des propriétés.

II.1 Propriétés et applications de la céramique YSZ

La Zircone (ZrO_2) pure est décrite comme de l'« acier céramique » depuis 1975, grâce à ses bonnes propriétés mécaniques [1]. Le cristal de zircone contient trois principales structures cristallines : monoclinique, tétragonale et cubique. Pendant le processus de chauffage, l'oxyde de zirconium cristallin monoclinique se transforme en phase tétragonale à 1170 °C, et cette transformation est accompagnée par 3-4 % de changement de volume et une formation de fissures, ce qui restreint l'application de la zircone pure. Lors de la température 2370 °C, le cristal tétragonal se transforme en phase cubique. Par l'addition d'un stabilisant (MgO, CaO ou Y_2O_3) à la zircone pure, la phase tétragonale est stabilisée à la température ambiante. L'addition de 8% en mole d' Y_2O_3 permet de former la phase cubique complètement stabilisée, qui n'a pas de transition de cristaux au cours du processus de chauffage [1-4]. Lorsque le stabilisateur d'oxyde d'yttrium est insuffisant, le cristal tétragonal métastable est le cristal principal. Comme la transformation de la structure cristalline pourrait absorber la contrainte, YSZ est l'une des céramiques tenaces, ce qui est bénéfique pour le processus de fabrication. Mais actuellement, la fusion sélective par laser de matériaux céramiques comme YSZ est encore beaucoup plus difficile que celle d'autres matériaux à point de fusion bas [1, 5, 6].

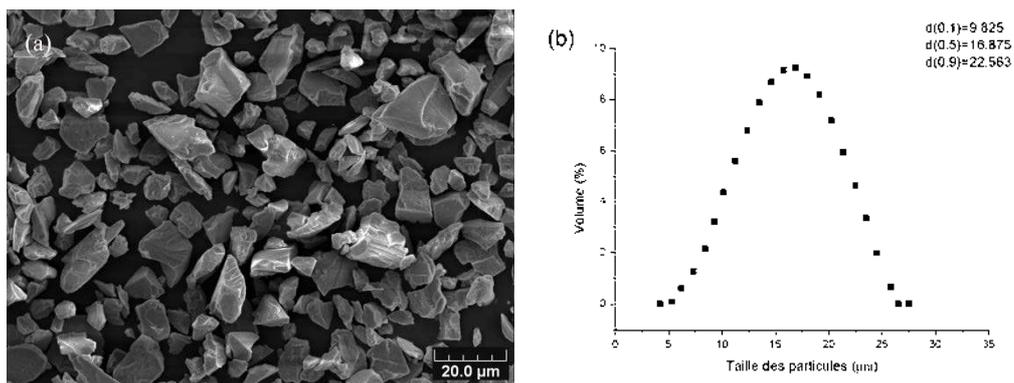


Figure II.1. (a) Image MEB de la poudre YSZ 9-22,5 μm ; (b) Distribution granulométrique de cette même poudre

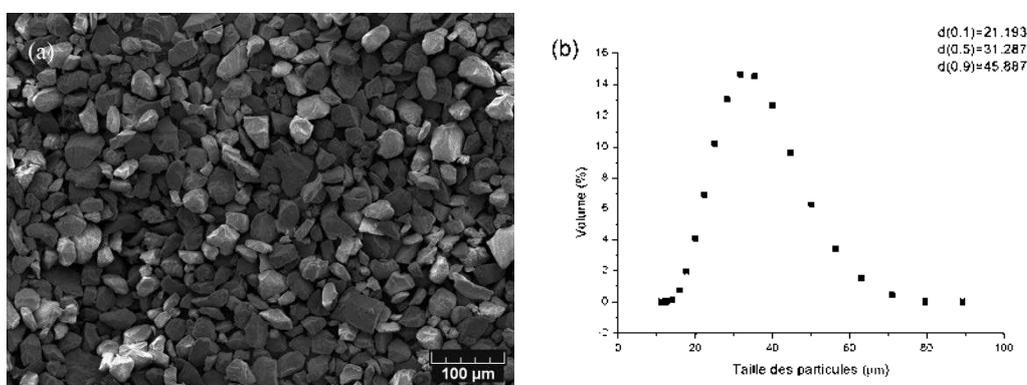


Figure II.2. (a) Image MEB de la poudre YSZ 22,5-45 μm ; (b) Distribution granulométrique de cette même poudre

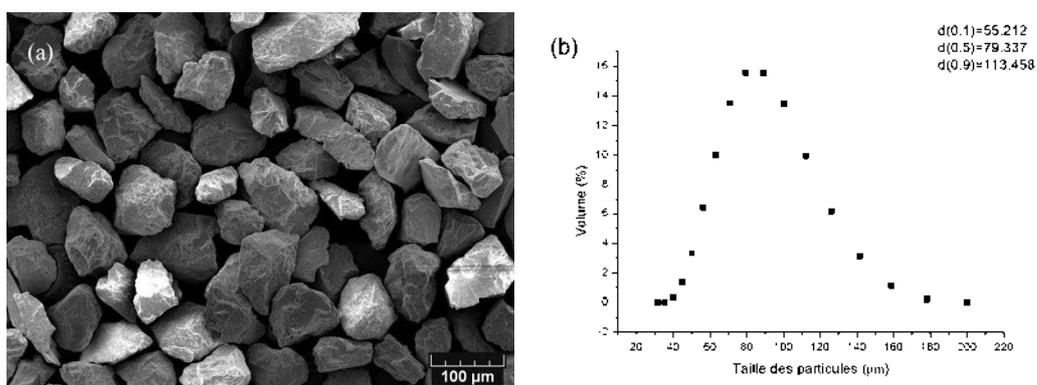


Figure II.3. (a) Image MEB de la poudre YSZ 55-110 μm ; (b) Distribution granulométrique de cette même poudre

comme matériaux bruts pour cette recherche sur la fusion sélective par laser : la zircone stabilisée à l'yttrine ($ZrO_2-7\%Y_2O_3$ AMPERIT 825.000, 825001 et 825.090), cette poudre est visiblement élaborée par la méthode de fusion-broyage et elle est commercialisée par la société Starck GmbH. Les figures II.1 (a), 2 (a) et 3 (a) sont des photos MEB qui présentent la morphologie des particules. En raison du broyage, la forme des particules est anguleuse. La distribution granulométrique est mesurée par granulométrie laser (MASTERSIZER 2000, Malvern Instruments Ltd., UK) ; les résultats sont présentés dans la figure II.1 (b), 2(b), 3(b). La distribution du diamètre des particules est la suivante : 9-22,5 μm ; 22,5-45 μm ; 55-110 μm . Le diamètre médian $d(0,5)$ des particules est d'environ 31,29 μm pour une distribution typique entre 22,5 et 45 μm . Pour faciliter l'adhérence entre la zone fusionnée et le support, des substrats en acier revêtu de céramique YSZ et plaque en céramique ont été utilisés. Ils ont été découpés de sorte à obtenir de petites plaques rectangulaires. Pour la plaque en acier revêtu, les substrats ont été dégraissés et sablés au corindon avant la projection plasma, de sorte à obtenir une surface propre et rugueuse permettant d'augmenter l'adhérence du dépôt YSZ sur le substrat.

II.2 Présentation de la propriété de laser à fibre dans la machine MCP Realizer SLM 250

II.2.1 Principe de Nd : YAG laser dans la machine MCP Realizer SLM 250

Les lasers sont des dispositifs qui produisent des faisceaux intenses de lumière monochromatique, cohérente et fortement collimatée. Le terme laser est un acronyme pour amplification de la lumière par émission stimulée de rayonnement. Le processus comprend les aspects suivants : l'absorption, l'émission stimulée, l'émission spontanée. Les lasers peuvent être divisés en types cristallin, gaz et diode laser. Un laser est fondamentalement un amplificateur de lumière dont la sortie est réinjectée à

l'apport. L'alimentation en énergie est la source du pompage, la sortie est le rayonnement laser qui est réinjecté à l'entrée par les miroirs de la cavité résonnante, le mécanisme de l'amplification est l'émission stimulée [7].

Le terme lumière est généralement accepté comme étant le rayonnement électromagnétique allant de 1 nm à 1000 nm en longueur d'onde. Le spectre visible est compris entre environ 400 et 700 nm. La plage de longueur d'onde de 700 nm à 10 mm est considérée comme le proche infrarouge (NIR), et tout ce qui est au-delà de l'infrarouge lointain (FIR). À l'inverse, de 200 à 400 nm, on parle de rayonnement ultraviolet (UV) ; l'ultraviolet profond (DUV) est à moins de 200 nm [8].

La longueur d'onde de la lumière laser est extrêmement pure par rapport à d'autres sources de lumière, et la totalité des photons qui composent le faisceau laser ont une relation de phase fixe par rapport à la lumière normale. La lumière provenant d'un laser a généralement une très faible divergence. Elle peut se déplacer sur de très grandes distances, et peut être focalisée sur un très petit point avec une luminosité supérieure à celle du soleil. En raison de ces propriétés, les lasers sont utilisés dans une grande variété d'applications dans tous les domaines de la vie. Les différentes longueurs d'onde de la lumière laser peuvent être absorbées par un matériau polymère, métallique ou céramique, mais l'absorption du polymère, du métal et des matériaux céramiques selon les différentes longueurs d'onde du laser est différente : le taux d'absorption des différents matériaux n'est pas identique. Le laser peut être utilisé pour le traitement de matériaux, tels que le chauffage, la coupe et le traitement de surface par laser, etc. [9]. Le laser peut être utilisé dans de nombreux domaines : médecine, fabrication, dentisterie, défense, automobile.

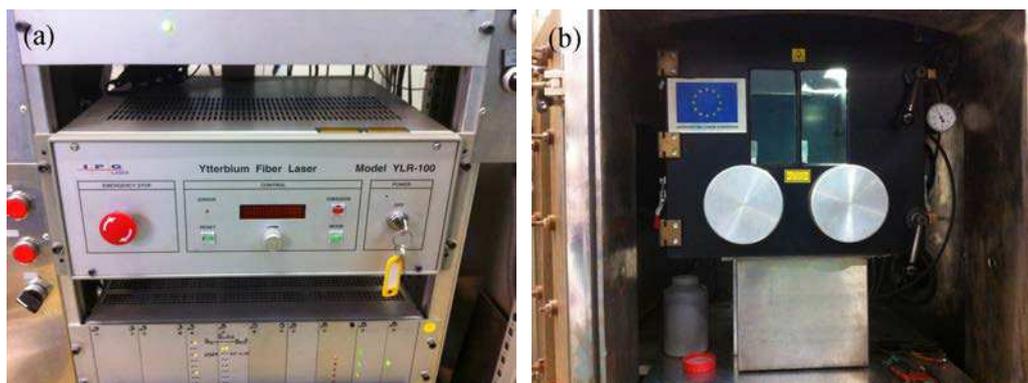


Figure II.4. (a) Equipement de Nd : YAG laser ; (b) cellule de fabrication dans la machine SLM 250

Nd : YAG (grenat d'yttrium-aluminium dopé au néodyme) est un cristal utilisé comme milieu amplificateur. Fonctionnement du laser Nd : YAG a d'abord été démontré par JE Geusic, Bell Laboratoires, en 1964 [10]. Le dopant, du néodyme triplement ionisé, remplace généralement une petite fraction des ions yttrium dans la structure cristalline de l'hôte grenat d'yttrium-aluminium (YAG), car les deux ions sont de taille similaire. Il est l'ion néodyme qui prouve l'activité d'émission laser dans le cristal, de la même façon que l'ion de chrome rouge dans le laser à rubis. Généralement, le YAG cristallin hôte est dopé avec environ 1% en atomes de néodyme [11].

Nd : YAG lasers sont pompés optiquement en utilisant un tube flash ou des lasers diodes. Il s'agit de l'un des lasers typiques les plus communs, utilisés pour de nombreuses applications. Lasers Nd : YAG émet généralement de la lumière avec une longueur d'onde de 1064 nm dans la gamme d'ondes de l'infrarouge [12]. En même temps, il y a aussi des transitions de près de 940 nm, 1120 nm, 1320 nm et 1440 nm. Lasers Nd : YAG fonctionne en deux modes, pulsé et continu [13]. La longueur d'onde du laser Nd-YAG de la machine MCP Realiser SLM 250 est de 1060-1100 nm. La figure II.4 (a) est la photo du laser Nd : YAG de la machine MCP Realizer SLM 250, (b) est la chambre de fabrication ; la tête laser et le système de scanner galvanométrique sont sur le dessus de la chambre.

II.2.2 Interaction entre les matériaux et le laser

Selon l'étude précédente, l'échauffement d'un matériau par laser est constitué de deux étapes. Premièrement, l'énergie des photons est absorbée par le matériau, et est transformée en énergie thermique. Deuxièmement, la chaleur se conduit à l'intérieur du matériau à partir de sa surface. Le faisceau laser irradie la surface du matériau, l'énergie laser est absorbée par la surface et cela génère l'élévation de la température ; la fusion, la vaporisation et les éventuelles éclaboussures dépendent des paramètres du laser (puissance, durée d'impulsion, longueur d'onde, diamètre du point focal), des caractéristiques des matériaux et des conditions environnementales. Généralement, les phénomènes physiques se produisant à la surface des matériaux dépendent des densités d'énergie du laser (liste dans le tableau II.1).

Tableau II. 1. Relation entre la densité d'énergie laser et certains phénomènes pendant le processus de chauffage par laser

Densité d'énergie	10^7 - 10^8 W/m ²	10^8 - 10^{10} W/m ²	10^{10} - 10^{12} W/m ²	10^{12} - 10^{14} W/m ²
Phénomène	Chauffage	Fusion	Vaporisation	Ionisation

Dans le processus d'interaction entre laser et matériaux, l'énergie laser comprend trois parties et peut être exprimée par la formule de conservation de l'énergie :

$$E = E_r + E_a + E_t \quad (\text{Eq. II.1})$$

Où E est l'énergie du faisceau laser, E_r représente l'énergie de la lumière laser réfléchiée par la surface du matériau, E_a est l'énergie absorbée, et E_t est l'énergie de transmission.

Lorsque le laser pénètre à l'intérieur du matériau, l'atténuation d'intensité du laser est exprimée selon la loi exponentielle, comme montré dans l'équation II.2. I est

l'intensité de la lumière à la position x , x étant la distance à partir de la surface. I_0 est l'intensité du laser à la surface, A est le coefficient d'absorption du matériau.

$$I = I_0 e^{-Ax} \quad (\text{Eq. II.2})$$

Le coefficient d'absorption de la lumière laser dépend de la nature du matériau et de la longueur d'onde du laser. Généralement, il y a une relation entre l'intensité du laser et le taux d'absorption. Les électrons libres dans le matériau métallique et les électrons liés absorbent respectivement de la lumière infrarouge de faible énergie et de la lumière ultraviolette d'énergie élevée. L'absorption des métaux est affectée par la longueur d'onde, les propriétés du matériau, la température, les conditions de surface et les caractéristiques de polarisation de la lumière. Lors de l'augmentation de température et de la rugosité de surface, ou l'application d'un revêtement en graphite, le taux d'absorption augmente. Les matériaux non métalliques ne disposent pas de beaucoup d'électrons libres, l'électron lié a une fréquence fixe, donc l'échauffement de cette structure particulière nécessite une longueur d'onde spécifique [9].

II.3 Caractérisation des pièces fabriquées

II.3.1 Observation microstructurale

Après le processus de polissage, des microscopes optiques (MO) de marque Nikon et de marque Leica couplés à un appareil photo ont été employés pour l'observation primaire des échantillons fabriqués par machine SLM. Les figures II.5 (a) (b) présentent la photo des microscopes optiques Nikon et Leica. Généralement, pour l'échantillon poli, le grossissement maximal du microscope est de 600. La figure II.5 (c) est la photo du stéréomicroscope, qui est employé à l'observation de la surface d'échantillon non poli directement.



Figure II.5. Photo des microscopes optiques Nikon (a), Leica (b) et du stéréomicroscope (c)

En raison de la limitation de grossissement de la MO, les morphologies microstructurales des échantillons et des poudres ont été observées avec un microscope électronique à balayage (MEB, JEOL JSM-58000LV Japon) avec une tension d'accélération 10-30 kV ; le grandissement maximum peut atteindre 50000x en électrons secondaires, et la technique des électrons rétrodiffusés a été utilisée avec une résolution latérale de 100 nm environ. De plus, le MEB est couplé à un détecteur de photons X qui permet l'analyse des éléments chimiques (EDS) de la plupart des éléments du tableau périodique à partir du carbone. Ainsi, on peut faire des analyses qualitatives ou quantitatives en plein écran, et réaliser des cartographies élémentaires. L'observation microscopique sur un échantillon nécessite un bon polissage de surface. Comme pour les poudres et échantillons isolants électriques, il est nécessaire pour les échantillons de faire une métallisation préalable d'or ou d'une évaporation de carbone par un appareil SCD005/CEA035, Baltec.

Les images MEB peuvent donner les caractéristiques microstructurales des échantillons : section, fracture, surface et taille des particules de poudre. La distribution et le nombre de fissures peuvent être observés, donc la densité relative peut être estimée de façon indirecte.

II.3.2 Analyse granulométrique

Les distributions granulométriques des poudres YSZ ont été mesurées par granulométrie laser (MASTERSIZER 2000, Malvern Instruments Ltd., UK). La figure II.6 montre la photo du granulomètre. Ce dispositif peut mesurer des diamètres de particules allant de 0,04 à 500 μm . Les mesures sont effectuées en milieu de l'eau distillée comme dispersant, après une désagglomération des poudres par ultrasons pendant 30 secondes. La granulométrie des poudres peut également être estimée par image MEB. Dans ce cas, les poudres doivent être traitées par métallisation à l'or ou au carbone afin de les rendre conductrices électroniquement. Cependant, en raison du nombre limité de particules de poudre, le diamètre moyen des particules est estimé grossièrement par cette approche ; en outre, la distribution du diamètre des particules ne peut pas être mesurée.



Figure II.6. Photo de granulométrie laser MASTERSIZER 2000, Malvern Instruments Ltd., UK

II.3.3 Estimation de porosité et densité

La méthode d'analyse d'image a été utilisée pour estimer le taux de porosité des échantillons YSZ à l'aide du logiciel Scion Image (NIH, Bethesda, MD), ce qui a été

utilisé et décrit en détail dans l'expérience précédente [14, 15]. La signification des photos en noir et blanc de la structure microscopique de l'échantillon est traitée par une gradation logicielle. Pendant l'estimation, une valeur critique est utilisée pour distinguer les pores/fissures et la zone dense. La valeur critique supérieure à la valeur du point de pixel représente la zone de pore ou de fissure. Le logiciel calcule ensuite automatiquement le pourcentage total de la superficie de la région de pores et de fissures.

II.3.4 Rugosité et profil de surface

Dans cette étude, le profilomètre 3D ALTIMENT X AltiSurf 500 a été utilisé pour la mesure de rugosité et de topographie à balayage, et la surface d'échantillon a été caractérisée par la rugosité de surface moyenne (R_a). Pendant la mesure, un capteur mesure l'altitude d'un point de l'échantillon à un instant donné et la platine sur laquelle il est positionné permet de déplacer l'objet à étudier pour palper complètement la zone de mesure.



Figure II.7. Profilomètre 3D ALTIMENT X AltiSurf 500

Généralement, un capteur optique est utilisé comme une sonde utilisant le principe

optique de l'aberration chromatique. Selon les spécificités de notre capteur, le capteur optique focalise en un point de mesure la longueur d'onde du spectre sur une dynamique verticale pour un spot de 5 μm environ. Un spectrophotomètre analyse du signal de retour, et traduit chacune des longueurs d'onde mesurées en distance entre la lentille et la surface de l'échantillon.

II.3.5 Microdureté Vickers

Dans cette étude, la microdureté a été mesurée en utilisant un micro-duromètre Vickers (Leitz, Allemagne). La figure II.8 montre la photo du duromètre Vickers (Leitz, Allemagne). Selon les propriétés de la céramique YSZ, la charge de 500 grammes et une durée de 15 s ont été sélectionnées pendant la mesure. Tout d'abord, au moins 20 indentations ont été réalisées au hasard sur la surface de l'échantillon. Ensuite, on a mesuré les deux diagonales d_1 et d_2 pour chaque indentation à l'aide d'un microscope optique. Enfin, la micro dureté peut être calculée selon la formule II.3, et la microdureté moyenne a pu être obtenue. On peut évaluer la microdureté moyenne des échantillons par cette méthode [16, 17].



Figure II.8. Photo du duromètre Vickers Leitz, Allemagne

La figure II.9 présente le microduromètre de Vickers. La dureté Vickers est

caractérisée par l’empreinte faite par un indenter sous une charge donnée durant 15 s, et il est calculé selon la formule II.3. L’indenteur est formé d’une pyramide en diamant de base carrée dont les faces opposées forment un angle de 136° , comme indiqué sur la Figure II.9.

$$HV = \frac{2F \times \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{g \times d^2} \quad (\text{Eq. II.3})$$

Selon cette formule II.3, F est la charge appliquée (N), g représente l’accélération de gravité, et d est la moyenne des diagonales de l’empreinte (mm). En raison de la taille de la surface de notre échantillon, inférieure à 10 mm, la dureté est mesurée par des méthodes de dureté Vickers. Cette méthode peut être utilisée principalement pour les matériaux métalliques et céramiques.

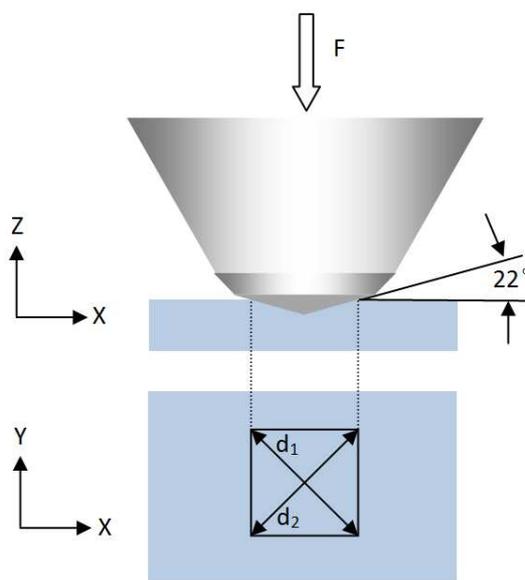


Figure II. 9. Principe de la dureté Vickers

II.3.6 Diffraction des rayons X

Le changement de structure cristalline de la zircone yttrée se produit lors du processus de chauffage et refroidissement, et il affecte la performance mécanique de l'échantillon. La diffraction de rayons X (DRX) est une méthode générale d'identification des phases cristallines. Il permet de mesurer la structure cristalline et le taux de composition. Elle donne des informations sur la pureté, la cristalline et la valeur des paramètres de cristallographie.

Un diffractomètre a été utilisé pour la caractérisation des échantillons et des poudres bruts. L'équipement, de marque Bruker AXS D8 Focuson (Allemagne), équipé d'un compteur courbe, permet de faire des mesures sous une incidence fixée de 4° . Ce diffractomètre a été équipé d'une radiation de $\text{Co K}\alpha$. Dans le cas d'une identification simple des phases, un domaine angulaire de 20 à 80° en 2θ est balayé par pas de $0,02^\circ$.

II.3.7 Mesure de la température par caméra thermique

Pendant la fabrication, la température de l'échantillon est surveillée par la caméra thermique ThermaCAM SC 3000. C'est un système haute vitesse QWIP d'imagerie thermique pour analyses thermiques de pointe. La figure IV. 1 (b) est la photo de la caméra thermique ThermaCAM SC 3000. Le Quantum Well Infrared Photodetector (QWIP) offre une sensibilité thermique supérieure, une gamme étendue de choix, une performance d'imagerie à ondes longues de 8 à $9 \mu\text{m}$ et une capacité d'acquisition de données haute vitesse étonnante. La caméra ThermaCAM SC 3000 utilise un capteur photodétecteur infrarouge à puits quantique (QWIP) pour une résolution de moins de 20 mK à une température de 30°C , livrant des mesures d'une grande précision. Une gamme étendue d'accessoires optiques font que la caméra infrarouge ThermaCAM SC 3000 s'adapte à différentes grosseurs de cibles, distances et vitesses, et sa précision de mesuré peut être jusqu'à $\pm 2\%$ [18].

Références bibliographiques du chapitre II :

1. Garvie, R.C., R.H. Hannink, and R.T. Pascoe, Ceramic steel? *Nature*, 1975. 258(5537): p. 703-704.
2. Kosmač, T., et al., The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. *Dental Materials*, 1999. 15(6): p. 426-433.
3. Kitazaki, H., et al., Effect of amount of grinding on flexural strength of dental ceramics. *Journal of medical and dental sciences*, 2001. 48(1): p. 7-13.
4. Piconi, C. and G. Maccauro, Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*, 1999. 20(1): p. 1-25.
5. Chevalier, J. and L. Gremillard, Zirconia as a Biomaterial, in *Comprehensive Biomaterials*, P. Ducheyne, Editor. 2011, Elsevier: Oxford. p. 95-108.
6. Manicone, P.F., P. Rossi Iommetti, and L. Raffaelli, An overview of zirconia ceramics: Basic properties and clinical applications. *Journal of Dentistry*, 2007. 35(11): p. 819-826.
7. Zhu, L., et al., Very low pressure plasma sprayed alumina and yttria-stabilized zirconia thin dense coatings using a modified transferred arc plasma torch. *Applied Surface Science*, 2011. 258(4): p. 1422-1428.
8. <http://en.wikipedia.org/wiki/Laser>.
9. Hitz, C.B., J.J. Ewing, and J. Hecht, *Introduction to Laser Technology*. 2012: Wiley.
10. *Physics of laser-matter interactions*. 1996: china machine press.
11. Geusic, J., H. Marcos, and L. Van Uitert, Laser oscillations in Nd-doped yttrium aluminum, yttrium gallium and gadolinium garnets. *Applied Physics Letters*, 1964. 4(10): p. 182-184.
12. Koechner, W., *Solid-state laser engineering*. Vol. 1. 2006: Springer.
13. Yariv, A., *Quantum Electronics*, Ch. 14. 1989: Wiley and Sons, New York.
14. http://en.wikipedia.org/wiki/Nd:YAG_laser.

15. Li, W.-Y., et al., Characterizations of cold-sprayed Nickel-Alumina composite coating with relatively large Nickel-coated Alumina powder. *Surface and Coatings Technology*, 2008. 202(19): p. 4855-4860.
16. Zhang, C., et al., Study on gas permeation behaviour through atmospheric plasma-sprayed yttria stabilized zirconia coating. *Surface and Coatings Technology*, 2008. 202(20): p. 5055-5061.
17. Feng, W., et al., Microhardness and toughness of the TiN coating prepared by reactive plasma spraying. *Applied Surface Science*, 2005. 243(1-4): p. 204-213.
18. Zhu, L., et al., Atmospheric reactive plasma sprayed Fe-Al₂O₃-FeAl₂O₄ composite coating and its property evaluation. *Applied Surface Science*, 2011. 257(23): p. 10282-10288.
19. <http://www.flir.com/FR/>.

CHAPITRE III

Fusion sélective par laser de céramique YSZ avec un préchauffage de faibles températures et optimisation des paramètres de fabrication

CHAPITRE III Fusion sélective par laser de céramique YSZ avec un préchauffage de faibles températures et optimisation des paramètres de fabrication

La poudre céramique YSZ est choisie comme objet d'étude après comparaison de trois poudres différentes. L'optimisation de la taille de la poudre, de la puissance du laser, et de la température de préchauffage est réalisée. La longueur d'onde du laser à machine SLM 250 est constante, et la puissance du laser peut être ajustée. Par conséquent, la puissance du laser, la vitesse de balayage, le point distance et la durée d'exposition sont les principaux paramètres affectant les performances des échantillons. Pendant l'expérience, un modèle de forme cubique a été utilisé pour l'étude préliminaire de la fusion de la poudre céramique. L'analyse des performances de l'échantillon comprenant principalement la densité relative, la micro-dureté, la distribution des fissures ; l'analyse de morphologie et de structure cristalline ont été réalisées. La génération de fissures ordonnées réduit considérablement les propriétés mécaniques et la densité de l'échantillon. Par conséquent, l'analyse de l'origine des fissures est nécessaire. Ce chapitre démontre la relation entre la morphologie des fissures et les paramètres du laser, et l'effet des différentes puissances de laser, de l'écart de numérisation, du point distance et du temps d'exposition sur la génération de fissures.

III.1 Introduction de contexte

Dans les procédés de fabrication rapide, les céramiques sont utilisées soit sous forme de poudre pure, dans le cas de SLM, soit sous forme de poudre mélangée, par exemple la céramique oxydée ou non oxydée (Al_2O_3 , TiO_2 , SiO_2 , ZrO_2 , SiC). La géométrie des pièces fabriquée par cette technologie en céramique est souvent assez

simple [1-3]. La fusion sélective par laser de la zircone stabilisée à l'oxyde d'yttrium a été étudiée par Ph. Bertrand à l'aide de système Phenix PM100 avec un laser fibre 50 W ; cette étude montre qu'il est possible de fritter l'oxyde d'yttrium ou de faire fondre la poudre de zircone stabilisée sans d'autres poudres. Mais la densité et la propriété mécanique sont insuffisantes [4]. Ensuite, la poudre mélangée ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ 20-80 % en poids) a été essayée pour le frittage ou la fusion par laser dans l'environnement air ou argon. Particulièrement, la possibilité d'addition de poudre d'aluminium est aussi recherchée [5]. Des spécimens denses utilisant le mélange eutectique ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ 58,5-41,5% en poids) ont été fabriqués par fusion complète. La poudre céramique est préchauffée à haute température (supérieure à 1600 °C) [6, 7]. Le laser à CO_2 (LC-ALPHAIII) délivrant une puissance de sortie nominale de 2 kW en mode impulsions est utilisé pour irradier la surface de la pièce en zircone ; la surface de la zircone pourrait être refondue entièrement par l'énergie du laser [8]. Comme la longueur d'onde infrarouge de fibre laser 1 μm est faiblement absorbée par la matière céramique, son média de transmission est une fibre optique [9]. Actuellement, il est principalement utilisé pour les matériaux métalliques, et peu de chercheurs étudient la fusion de la matière céramique par la longueur d'onde de 1 μm du laser à fibre NIR.

La céramique YSZ peut être utilisée comme un bio-matériau céramique. L'avantage de la technologie de fabrication rapide est que le modèle peut être de forme complexe et irrégulière. Ceci est très approprié pour les exigences du modèle biologique. La personnalisation donne à cette technologie de vastes perspectives d'application [10].

Ce chapitre présente la fusion sélective de la zircone stabilisée à l'oxyde d'yttrium par laser à fibre avec une longueur d'onde de 1 μm , et étudie l'influence de différentes températures de préchauffage, de différentes puissances de laser et de différentes vitesses de balayage sur la microstructure, la densité relative, la microdureté, la déformation de l'échantillon en céramique, puis discute la transformation de la structure cristalline au cours de la fabrication.

III.2 Processus de fabrication et paramètres expérimentaux

Pendant la fabrication, les échantillons de céramique sont fabriqués par une machine de fabrication rapide (MCP REALIZER SLM 250, Allemagne). Trois poudres céramiques ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al}$, TiO_2 , $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$) ont été utilisées pour cette étude. La poudre est séchée dans une étuve à $80\text{ }^\circ\text{C}$ pendant 2 heures avant de commencer le processus de SLM. Cela permet d'évaporer l'humidité adsorbée à la surface des particules, et d'augmenter la fluidité de la poudre. La figure III.1 (a) montre le principe de la fusion sélective par laser de la machine MCP REALIZER SLM 250 et (b) la photo présente la plate-forme de fabrication.

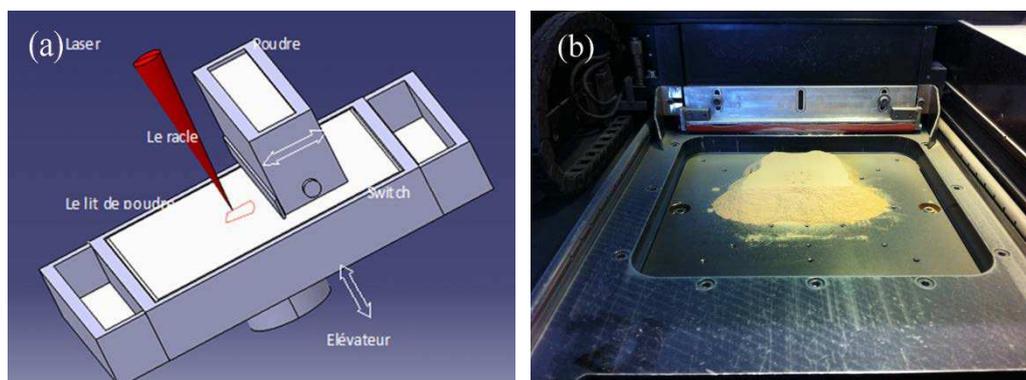


Figure III.1. (a) principe de la machine de fusion sélective par laser MCP REALIZER SLM 250, (b) plate-forme de fabrication

Au cours du processus de balayage, le laser balaye selon le mode pas à pas comme représenté sur la figure III.2 (a). La tache rouge circulaire est le point d'exposition du laser le long de la trajectoire de balayage. La durée d'arrêt est définie comme le temps d'exposition, qui peut être modifié. La distance entre deux points rouges représente le point distance, qui est aussi une variable. Ainsi, le temps d'exposition et la distance entre les deux points sont importants pour définir la vitesse de balayage laser. La figure III.2 (b) montre la trajectoire de balayage pendant le procédé SLM. Les directions des traces de balayage sont vers l'axe X et Y dans les couches adjacentes. Entre chaque couche, la direction de balayage est perpendiculaire par rapport à celle

de la couche adjacente. Cette méthode de balayage peut réduire l'anisotropie de l'échantillon, et favorise une répartition plus uniforme de l'énergie de laser.

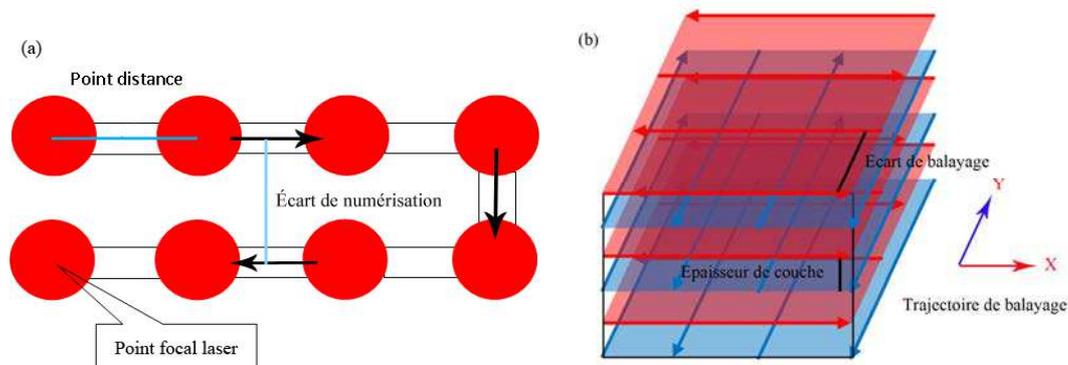


Figure III.2. (a) mode de laser balayage, (b) trajectoire de balayage pendant le procédé SLM

Le tableau III.1 montre les principaux paramètres de fabrication et la longueur d'onde laser ; tous les paramètres peuvent être modifiés selon les besoins spécifiques. Laser dans la machine SLM 250 est un Nd-YAG fibre laser avec la longueur d'onde 1060-1100 nm. La longueur d'onde affecte principalement le taux d'absorption de la matière de l'énergie du laser. Par conséquent, les différents types de matériaux exigent différents types de laser. Selon le mode de balayage laser montré dans la figure III.2 (a), la vitesse de balayage du faisceau laser est définie par le point distance divisé par le temps d'exposition. Notamment, la température de préchauffage affecte la déformation de l'échantillon. Il peut réduire le gradient de température entre la zone de fusion et la zone non frittée. Et le processus de refroidissement affecte directement la déformation de la surface fabriquée. Une haute température de préchauffage peut réduire la vitesse de refroidissement et améliorer la déformation. Ensuite, l'épaisseur de chaque couche de poudre est principalement limitée par la taille des particules de poudre. Il faut s'assurer qu'il existe au moins une particule dans une couche. Pour que la première couche fusionnée accroche sur le support de fabrication, ce qui permet de réduire la déformation de la première couche, un support en céramique est nécessaire. Dans cette recherche, une plaque en acier revêtu d'un revêtement de céramique ou

une plaque de céramique mullite ont été utilisés, selon les différentes exigences de température de préchauffage et d'analyse. L'avantage du revêtement est qu'il peut être réutilisé. Lorsque le revêtement céramique est endommagé par le laser, il peut être réparé par la technologie de projection thermique, puis le découpage est facile pendant le processus d'analyse. Par contre, l'inconvénient du substrat céramique est d'être non-réutilisable. Mais, il peut résister à des températures supérieures, jusqu'à 1800 °C.

Tableau III.1. Principaux paramètres expérimentaux

Paramètre	
Laser	Proche IR Fibre Laser
Puissance (W)	100 maximum
Longueur d'onde (nm)	1060-1100
Diamètre du spot laser (μm)	34
Point distance (μm)	20, 40
Écart de numérisation (μm)	20, 40, 80
Temps d'exposition (μs)	5-5000
Épaisseur de la couche de poudre (μm)	100-150
Vitesse (m/s)	Point distance/temps d'exposition
Environnement	Air/argon
Température du substrat (°C)	Température ambiante, 250
Substrat	Revêtement céramique YSZ, plaque métallique

III.3 Fusion sélective par laser de la poudre céramique YSZ à température ambiante

III.3.1 Expérience préliminaire de fusion sélective par laser et choix des matériaux céramiques

Pour bien comprendre le frittage/la fusion sélective par laser d'une grande variété de matériaux, une étude préliminaire a été engagée pour tester le frittage et la fusion par laser sur trois matériaux (Alumine 70 %-Aluminium 30 %, TiO_2 pur et zirconia 93 %-yttria 7 %). Le tableau III.2 (a) indique le point de fusion et le point d'ébullition de matériaux utilisés. D'après des études antérieures, la fusion directe du matériau céramique est très difficile, car le point de fusion est très élevé. On a choisi une céramique oxydée, car ce type de matériau a un point de fusion faible. Un autre avantage est que l'on pourra choisir un additif métallique comparable comme liant. Dans l'atmosphère, l'oxydation du métal ne conduit pas à de nouvelles impuretés ; les composants peuvent être relativement simples. Par exemple, un mélange de poudre d'oxyde d'aluminium et aluminium, dioxyde de titane et titane. Ainsi, on a essayé le frittage de la céramique oxydée en deux groupes, une poudre céramique pure et une poudre céramique mélangée avec du métal. Mais l'addition du liant métallique conduira à une réduction de performance mécanique ; le principe de frittage/fusion de la poudre mélangée est la fusion du métal qui fait coller les poudres céramiques. Ce n'est pas le but principal de cette étude. Le but de ces essais préliminaire est de sélectionner des matériaux et d'analyser la densité d'énergie. Pour ces trois matériaux céramiques, l'étude sur la fusion sélective par laser de l'oxyde de zirconium et de l'oxyde de titane est relativement peu présentée dans la littérature, mais ces matériaux ont un large éventail d'applications ; par conséquent, il est très significatif d'étudier ces matériaux.

Tableau III.2. Points de fusion des matériaux

Matériaux	Point de fusion (°C)	Point d'ébullition (°C)
Al ₂ O ₃	2054	2980
TiO ₂	1870	2972
ZrO ₂	2715	4300
Y ₂ O ₃	2690	4300
Al	660	2519
Ti	1668	3287
Zr	1855	4409

III.3.2 Résultats expérimentaux

En essayant de faire fondre les trois types de poudre, on peut obtenir une distribution de paramètres approximative. En contrôlant la puissance du laser et la vitesse de balayage, on peut modifier la densité d'énergie. Les croix dans la figure III.3 indiquent que la densité d'énergie est trop faible pour la poudre zircone yttrée et que la poudre ne peut être frittée en bloc. Le carré noir signifie que la fusion de la poudre est possible, et que la forme d'échantillon est précise. Pour la poudre d'oxyde de titane, lorsque la poudre est complètement fondue, il existe un craquage sévère sur les échantillons élaborés avec tous les paramètres essayés.

La figure III.4 ci-dessous montre le résultat de la poudre mélangée (Al₂O₃-Al 70-30), les croix dans la figure III.4 indiquent que la densité d'énergie est inappropriée. Lorsque l'énergie du laser est trop élevée, la poudre a complètement fondu, mais une surchauffe cause une déformation importante de la pièce. La grande densité d'énergie provoque ainsi un grand nombre de fissures. D'autre part, si l'énergie du laser est trop faible, elle ne permet pas de fritter les poudres pour former un bloc. Dans la figure, les carrés noirs représentent des densités d'énergie suffisantes pour obtenir les

échantillons en bloc cubique. En comparant les résultats, nous pouvons trouver l'influence du point de fusion du matériau sur les paramètres de fabrication.

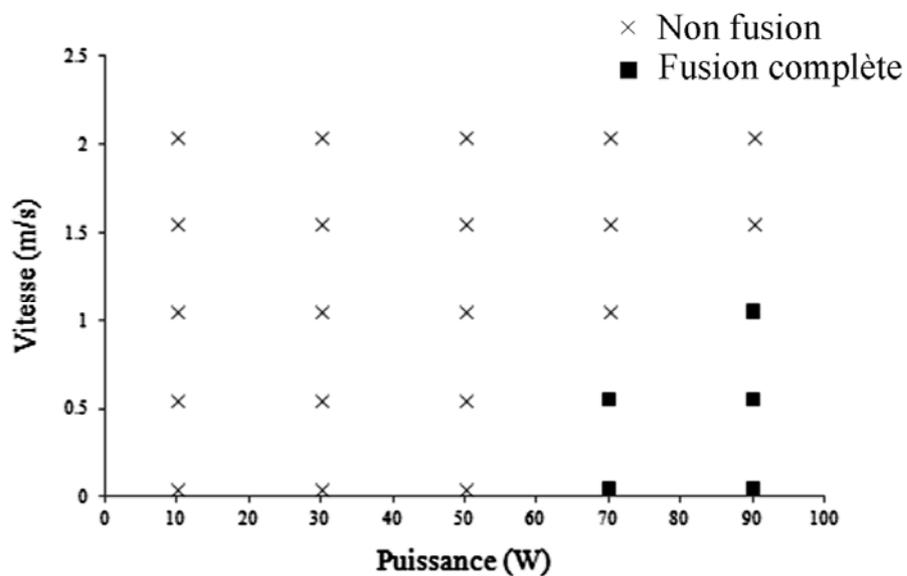


Figure III.3. Fusion sélective par laser initial d'un matériau céramique YSZ avec des puissances et des vitesses de balayage différentes

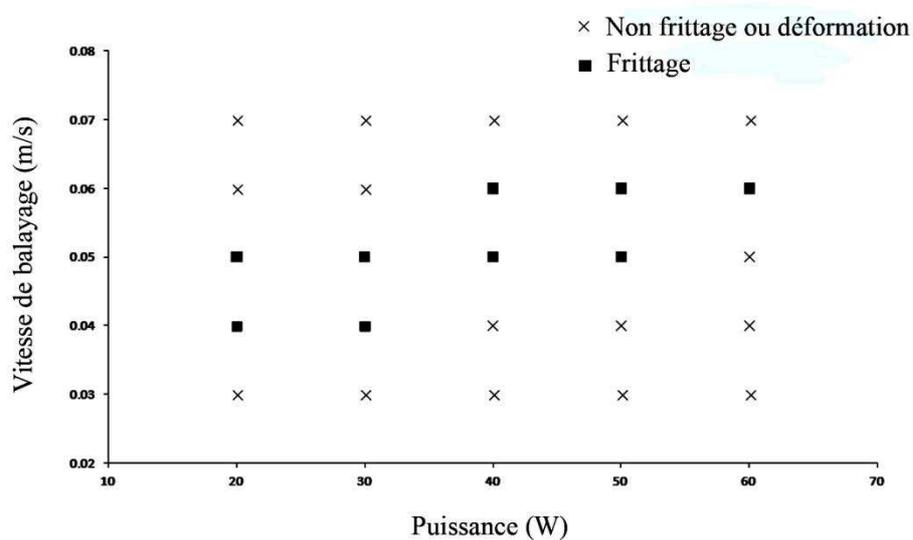


Figure III.4. Distribution des paramètres pour le frittage du mélange de poudre (Al_2O_3 -Al 70-30)

besoin d'un laser haute puissance et d'une faible vitesse de balayage. Le mélange de poudre métallique et de poudre de céramique peut considérablement réduire la difficulté de frittage/fusion. On peut fusionner la poudre en bloc avec différentes puissances, la recherche de la vitesse de balayage appropriée est donc relativement facile. Comparativement à la matière céramique, le taux d'absorption du métal pour le laser à courte longueur d'onde est relativement fort. Par rapport à la poudre mélangée, la poudre métallique peut être utilisée en tant que liant, et les poudres céramiques sont liées ensemble par la fusion du métal.

III.3.3 Analyse initiale de morphologie des échantillons expérimentaux (Al_2O_3 -Al 70-30, TiO_2 et ZrO_2 - Y_2O_3 93-7)

La figure III.5 montre l'état de frittage du mélange de poudre Al_2O_3 -Al 70-30 ; les images (a) et (b) représentent le haut et le bas de l'échantillon ; l'image III.5 (c), (d) montre un échantillon monocouche et le support métallique. Sur l'image de l'échantillon, la surface de l'échantillon est très rugueuse, et les poudres non fondues peuvent être clairement observées ; les poudres céramiques sont liées ensemble par la poudre métallique fusionnée. La surface rugueuse de l'échantillon monocouche affecte directement la précision de fabrication. La figure III.5 (b) montre de grands pores formés dans la partie basse de l'échantillon. La fabrication est effectuée à température ambiante et la température de la couche initiale n'est pas suffisante pour fondre complètement la poudre : elles sont juste frittées ensemble ; la figure III.5 (d) montre que la surface de support n'est-ce pas sérieusement endommagée par le laser pendant le processus de frittage, c'est-à-dire que la température initiale n'est pas très élevée au cours de la fabrication.

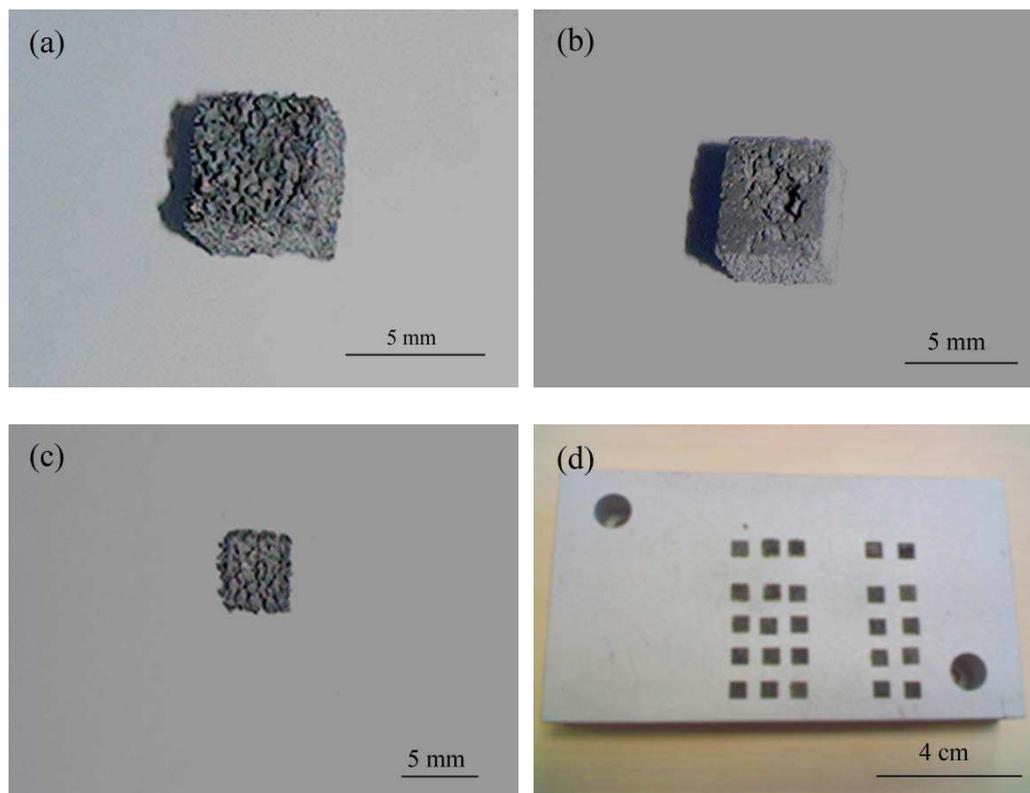


Figure III.5. Etat de frittage du mélange de poudre $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al 70-30}$, (a) haut d'échantillon, (b) bas d'échantillon, (c) couche de poudre frittée (d) support métallique

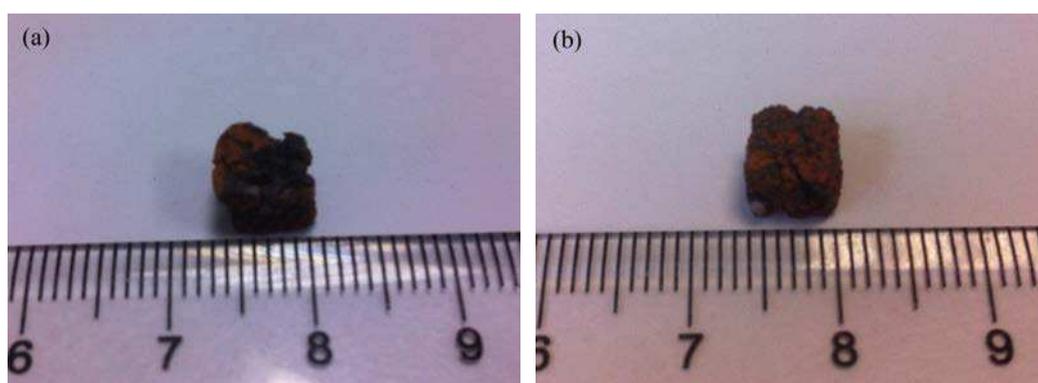


Figure III.6. Photos d'échantillons de céramiques TiO_2 , (a) surface d'échantillon (b) face latérale d'échantillon

La figure III.6 (a), (b) représente les photos d'échantillons de céramiques TiO_2 fabriqués par technologie SLM. La surface rugueuse et une grande fissure à l'intérieur de l'échantillon sont observées. La poudre TiO_2 est fondue complètement,

mais la ténacité d'échantillon est trop faible pour tolérer la déformation. Une telle déformation cause une mauvaise précision de la forme et une faible densité. Selon la morphologie de l'échantillon, la difficulté de fusion sélective par laser de la poudre céramique TiO_2 avec notre équipement est plus élevée que celle des deux autres poudres.

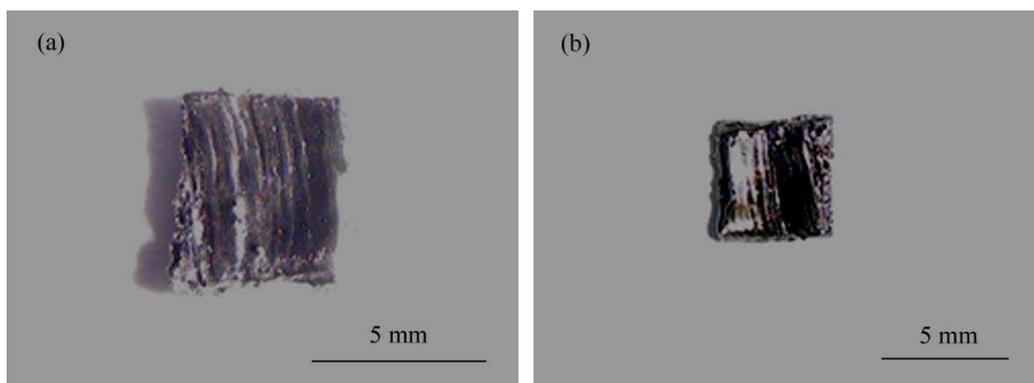


Figure III. 7. Fabrication initiale de la céramique de YSZ, (a) 70 W, (b) 90 W

L'image III.7 (a) et (b) représente deux macrographies de coupe d'une pièce de YSZ fabriquée avec des paramètres non optimisés. En raison de l'utilisation du gaz de protection argon dans le processus de fabrication, le couleur de la pièce devient noire; cela est dû à probablement au manque d'oxygène. De plus, elle prend reflet métallique sur certaines zones. Les paramètres sont les suivants : puissance de laser 70 W (a) et 90 W (b), hauteur d'échantillon 2 mm et épaisseur de chaque couche 150 μm .

La poudre de céramique YSZ est complètement fondue, ce qui peut être clairement observé dans l'image III.7. Il existe une déformation, mais elle ne conduit pas à des fissures visibles dans la surface de l'échantillon, et la surface de l'échantillon est également rugueuse. Avec ces paramètres d'essais, la surface de l'échantillon présente une morphologie de l'état de fusion, et des traces de balayage peuvent être clairement observées. Les morphologies de l'échantillon céramique YSZ et du matériau métallique ont donc quelques similarités. Ce résultat préliminaire montre aussi que la céramique YSZ présente une assez grande ténacité. À l'état de fusion complète, la

déformation macroscopique de surface est un inconvénient important. Généralement, la fusion complète de la poudre de céramique YSZ montre que l'absorption de la lumière laser Nd-YAG de cette céramique atteint l'exigence de fabrication rapide, cela représente un potentiel pour cette céramique à fabrication rapide par laser.

III.3.4 Bilan

- 1, Pendant les essais de fusion par laser d'un matériau céramique TiO_2 , la poudre céramique a pu être fusionnée. Mais la grande déformation conduit à une énorme fissuration. La faible ténacité limite son application dans cette technologie.
- 2, L'addition du matériau à faible point de fusion en tant que liant est aussi une méthode couramment utilisée, mais les pièces ne peuvent qu'être utilisées en tant que modèles, ce qui limite la valeur d'application pratique.
- 3, En raison du but principal de cette recherche, la fabrication directe de pièces en céramique et l'optimisation des paramètres, on a choisi la poudre YSZ comme objet d'étude.

III.4 Fusion de céramique YSZ à température ambiante avec une grosse poudre

III.4.1 Paramètres expérimentaux

Pendant la fabrication, on a choisi une poudre céramique ayant une distribution de granulométrie de 55 à 110 μm . Une grande granulométrie a été choisie parce que les grosses particules sont favorables à l'étalement mécanique de la poudre. L'impact de l'attraction électrostatique entre les particules céramiques est relativement faible, cela évitera l'agglomération des particules. Selon la taille des particules, l'épaisseur de la couche de poudre a été définie à 150 μm . Cette épaisseur est suffisante pour s'assurer

qu'il existe au moins une particule dans chaque couche de poudre. Ceci permet aussi d'éviter trop de fusions redondantes de la couche précédente pendant la fusion de la couche suivante. Ensuite, le choix de la vitesse de balayage a été optimisé selon l'expérience précédente.

Tableau III.3. Paramètres de la fusion sélective par laser de céramique YSZ à température ambiante

Paramètre	
Laser	proche IR Fibre Laser
Puissance (W)	10-100
Longueur d'onde (nm)	1060-1100
Composition	zircone 93% + yttrine 7% en masse
Diamètre du spot laser (μm)	34
Point distance (μm)	40
Écart de numérisation (μm)	80
Vitesse (m/s)	0,525-0,013
Modèle	5 mm \times 5 mm \times 5 mm
Épaisseur de la couche de poudre (μm)	150
Diamètre des particules (μm)	55-110
Environnement	air
Température du substrat ($^{\circ}\text{C}$)	25
Substrat	Revêtement céramique YSZ

Les principaux paramètres sont montrés dans le tableau III.3. Le modèle 5 mm \times 5 mm \times 5 mm a été utilisé pour tester l'état de fabrication. Toutes nos expériences ont été réalisées sous air pour éviter un changement important de la couleur des pièces, ce qui s'est passé sous la protection d'Ar.

Après le processus de fabrication, la densité relative, la précision de la dimension et la

micro-dureté sont étudiées. Ensuite les paramètres de fabrication par comparaison sont optimisés entre les trois résultats expérimentaux.

III.4.2 L'état de fusion de l'échantillon fabriqué avec des paramètres différentes

Le tableau III.4 présente l'état de frittage/fusion avec les différentes puissances du laser et les différentes vitesses de balayage. Lorsque la puissance du laser est inférieure à 30 W, la poudre de céramique ne peut pas être frittée ensemble dans toutes les vitesses de balayage, parce qu'il y a diffusion de la chaleur pendant le processus d'absorption de l'énergie de laser, et que la vitesse de l'énergie entrée est inférieure à la vitesse de diffusion de la chaleur. Le temps de fabrication est également un aspect important, car l'augmentation de la vitesse de balayage peut réduire le temps de fabrication, ce qui est plus propice à répondre à la demande industrielle. Le tableau III.4 montre que, lorsque la vitesse de balayage est supérieure à 0,2 m/s, la puissance maximale de 100 W ne peut pas fondre la poudre. Donc la puissance du laser doit être supérieure à 30 W, et la vitesse de balayage la plus rapide est de 0,2 m/s.

Tableau III.4. Etat de fusion de la poudre YSZ 55-110 μm à température ambiante

Puissance (W) / Vitesse (m/s)	0,525	0,275	0,200	0,125	0,100	0,075	0,050	0,025	0,013
10	×	×	×	×	×	×	×	×	×
30	×	×	×	×	×	×	■	■	■
50	×	×	×	×	×	×	■	■	■
70	×	×	×	■	■	■	■	■	■
80	×	×	×	■	■	■	■	■	■
90	×	×	×	■	■	■	■	■	■
100	×	×	×	■	■	■	■	■	■

Tableau III.5. Optimisation de la vitesse de balayage à la puissance 35 W

	Puissance	Point distance (μm)	Exposition (μs)	Vitesse (m/s)	Épaisseur (μm)	Résultat
1	35	40	600	0,067	150	Bonne précision, faible densité, frittage
2	35	40	800	0,050	150	Bonne précision, faible densité, frittage
3	35	40	1000	0,040	150	Bonne précision, faible densité, frittage
4	35	40	1200	0,033	150	Fusion partielle
5	35	40	1400	0,029	150	Fusion partielle
6	35	40	1600	0,025	150	Fusion partielle
7	35	40	1800	0,022	150	Fusion partielle
8	35	40	2000	0,020	150	Fusion partielle

Tableau III.6. Optimisation de la vitesse de balayage à la puissance 70 W

	Puissance (W)	Point distance (μm)	Exposition (μs)	Vitesse (m/s)	Épaisseur (μm)	Résultat
1	70	40	200	0,20	150	Poudre
2	70	40	300	0,13	150	Bonne précision, faible densité, frittage
3	70	40	400	0,10	150	Bonne précision, faible densité, frittage
4	70	40	500	0,08	150	Fusion partielle, cassé
5	70	40	600	0,07	150	Fusion partielle
6	70	40	700	0,06	150	Fusion complète, déformation grave
7	70	40	800	0,05	150	Déformation grave
8	70	40	1000	0,04	150	Gauchissement
9	70	40	1200	0,03	150	Gauchissement

Avec l'optimisation de la vitesse de balayage, les tableaux III.5 et III.6 montrent les résultats expérimentaux faits à la puissance 35 W et 70 W. Par l'observation préliminaire des résultats, l'état d'échantillon comprend le frittage, la fusion partielle

et la fusion complète. Lorsque la poudre céramique est partiellement fondue ou frittée, l'échantillon de céramique a une bonne précision, mais la résistance mécanique est relativement faible. Quand la poudre est complètement fondue, il existe une énorme déformation, qui peut conduire à des fissures dans l'intérieur de l'échantillon. Il s'agit d'une réduction de la précision de forme.

III.4.3 Analyse de morphologie et de microstructure

La figure III.8 montre les photos des échantillons fabriqués à la puissance 35 W. Lorsque la vitesse de balayage est relativement faible, par exemple une vitesse de balayage 0,050 m/s et 0,040 m/s dans la figure III.8 (a) et (b), les particules YSZ blanches ont été frittées ensemble, et de nombreux macro-pores sont observés sur la surface de l'échantillon. Mais la frontière est claire, et la précision de forme est relativement bonne. D'autre part, la surface est rugueuse, et la sphéroïdisation des particules est évidente, comme montré dans l'image III.8 (a), (b) et (c). Quand l'énergie augmente, la déformation de surface de l'échantillon est devenue visible, par exemple comme le montrent les figures III.8 (e), (f). Cela est dû à la fusion complète de la poudre et au grand gradient de température ; il existe une grande différence de température entre la zone centrale et la zone frontalière pendant le processus. La vitesse de refroidissement est plus rapide dans la zone frontalière. Par ailleurs, la déformation de la surface est accumulée et exacerbée pendant la fabrication, car la déformation de la couche précédente conduit à une non-uniformité de l'épaisseur de la couche de poudre suivante.

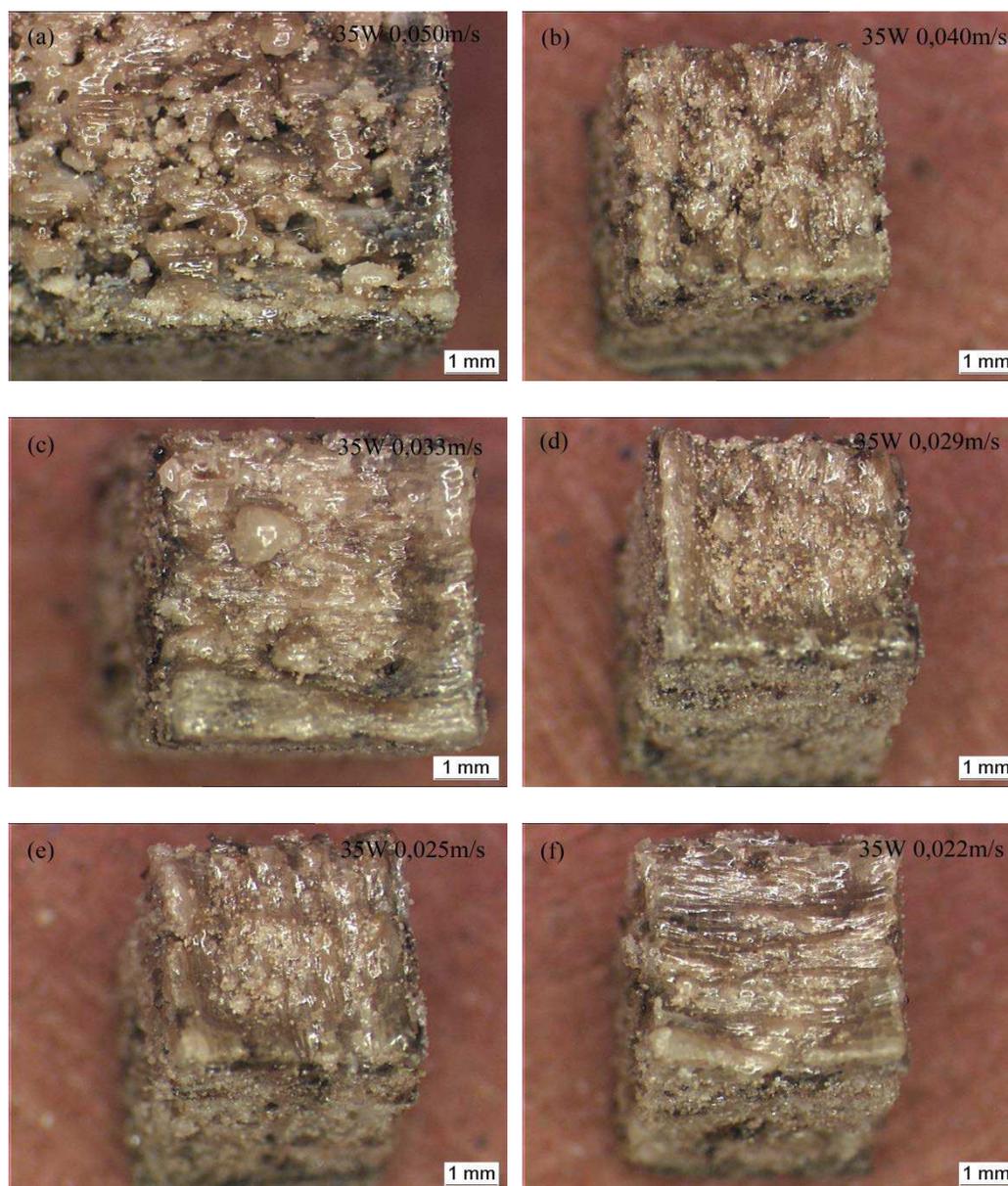


Figure III.8. Photos des échantillons fabriqués par laser puissance 35 W avec différentes vitesses de balayage: (a) 0,050 m/s, (b) 0,040 m/s, (c) 0,033 m/s, (d) 0,029 m/s, (e) 0,025 m/s, (f) 0,022 m/s

La figure III.9 est la photographie agrandie au microscope optique de la surface de l'échantillon. On peut observer clairement les particules de céramique sur la surface de l'échantillon. Mais avec l'augmentation de la densité d'énergie, les poudres sur la surface sont fondues ensemble. L'état liquide est conservé après la solidification dans la surface. Des macro-fissures apparaissent à l'intérieur de l'échantillon.

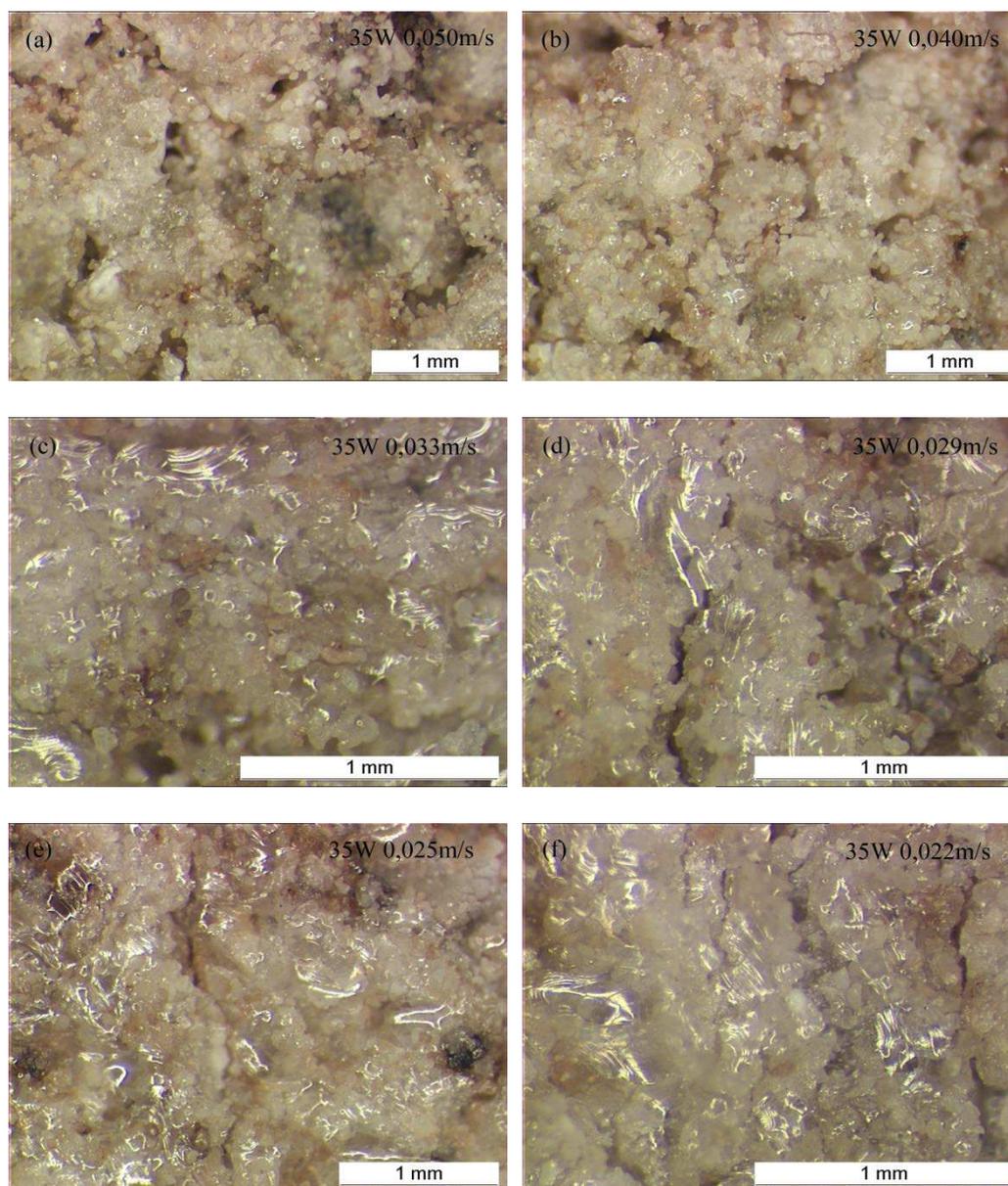


Figure III.9. Microstructure de la surface des échantillons élaborés avec la puissance 35 W et différentes vitesses de balayage: (a) 0,050 m/s, (b) 0,040 m/s, (c) 0,033 m/s, (d) 0,029 m/s, (e) 0,025 m/s, (f) 0,022 m/s

La figure III.10 montre la microstructure transversale des échantillons. La coupe de l'échantillon a été réalisée verticalement, c'est-à-dire dans le sens de fabrication. Après le polissage, la section de l'échantillon est observée au microscope optique.

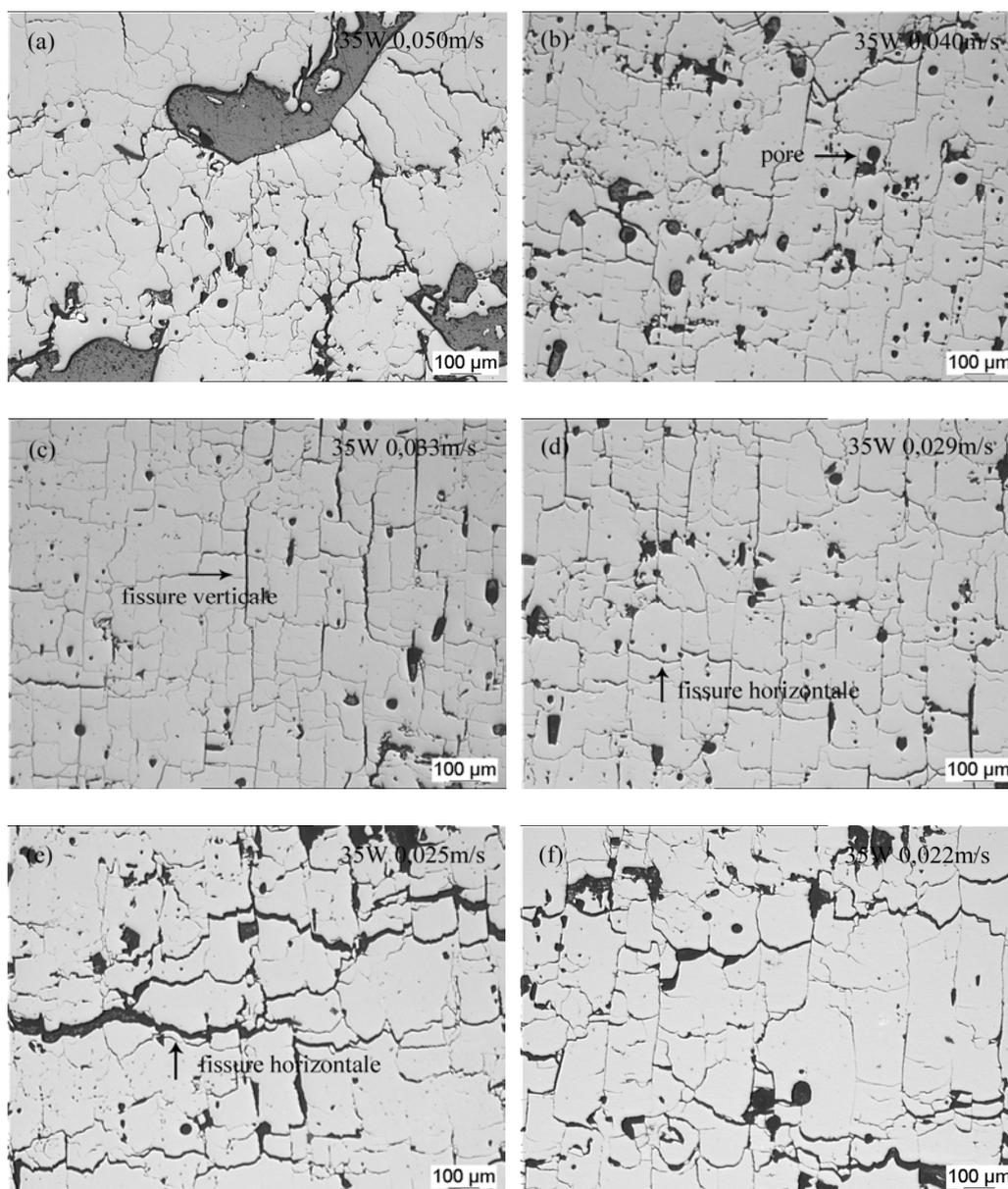


Figure III.10. Microstructures des sections verticales à puissance 35 W avec différentes vitesses de balayage : (a) 0,050 m/s, (b) 0,040 m/s, (c) 0,033 m/s, (d) 0,029 m/s, (e) 0,025 m/s, (f) 0,022 m/s

Dans les figures III.10 (a), (b), (c) et (d), on observe qu'il y a un grand nombre de trous irréguliers et fissures. Ce sont les pores entre les particules frittées. L'augmentation de la densité d'énergie peut réduire le nombre de pores et affaiblir l'effet de la sphéroïdisation. Des fissures verticales ordonnées apparaissent avec l'augmentation d'énergie, comme le montrent les figures III.10 (b), (c) et (d). Ces fissures ordonnées ne réduisent pas la précision de forme. De grandes fissures

horizontales apparaissent dans les figures III.10 (e) et (f). Cela est principalement dû à la déformation de la surface fusionnée. La taille des fissures à la jonction entre deux couches (les fissures horizontales dans la figure III.10 d et e) dépend de l'importance de la déformation de chaque couche. Pendant et après le processus de balayage, la fusion et solidification de la surface traitée n'a pas lieu en même temps. Cela produit une différence de déformation du volume entre les différentes zones et le gauchissement de chaque couche. D'autre part, les fissures verticales sont conduites par la trajectoire du balayage laser. Ainsi, on peut conclure qu'il existe trois principaux défauts à l'intérieur de l'échantillon : pores irréguliers, fissures verticales ordonnées et fissures horizontales. Ces trois défauts causent des microstructures différentes.

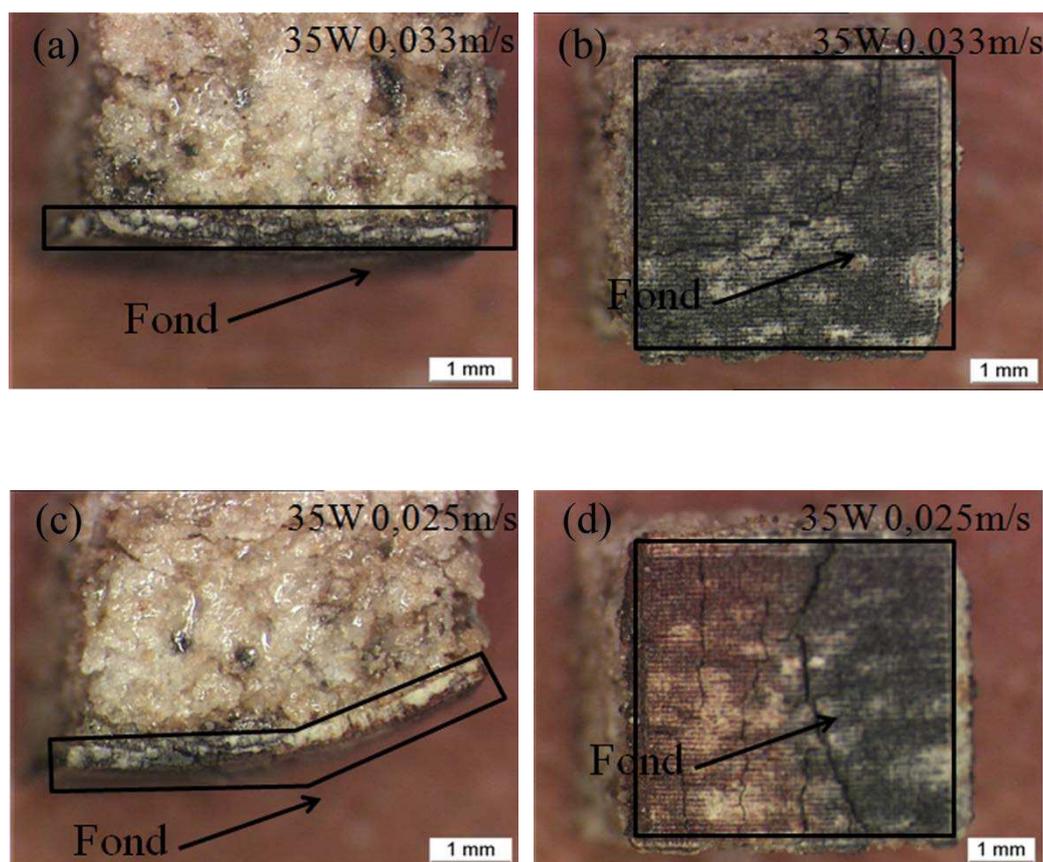


Figure III.11. Déformation du fond d'échantillon YSZ 55-110 μm , (a), (b) 35 W-0,033 m/s, (c), (d) 35 W-0,025 m/s

vitesses de balayage : 0,033 m/s (figure III.11 (a) et (b)) et 0,025 m/s (figure III.11 (c) et (d)). Lorsque la densité d'énergie est relativement faible, la couleur du fond d'échantillon devient noire. Parce que le substrat n'est pas préchauffé, la température du fond d'échantillon est plus basse que celle du sommet. Si la densité d'énergie du laser augmente, la couleur devient blanche, comme montré dans la figure III.11 (c) et (d). Mais dans ce cas, la déformation du fond redevient assez importante. Le long de la direction de la fabrication, la température augmente graduellement pendant le processus de numérisation. Ceci conduit à une différence de température entre le début et la fin du balayage, et l'état de fusion et de retrait volumique sont différents.

III.4.4 Analyse de la distribution des fissures

La morphologie des fissures affecte directement les performances mécaniques d'échantillon. Donc on a analysé la distribution des fissures dans la section verticale. Deux propriétés, l'angle d'inclinaison des fissures et la densité surfacique des fissures, ont été choisies pour juger la qualité des pièces. Ces deux propriétés peuvent être facilement obtenues par le logiciel ScnImage, par analyse d'image. Si la densité surfacique des fissures à l'angle 80° - 100° est plus grande que celle à l'autre angle, cela signifie que les fissures sont ordonnées verticalement. Et si l'angle de fissure est principalement concentré à 0° - 20° et 160° - 180° , les fissures sont ordonnées horizontalement. La figure III.12 montre la distribution de l'angle d'inclinaison des fissures. L'axe Y est la densité surfacique de fissure, qui se réfère à la longueur totale des fissures divisée par l'aire de la zone. L'axe X représente l'angle de la fissure. Sur la figure III.12 (a) et (b), la distribution des fissures est désordonnée. La densité surfacique totale des fissures est d'environ $3,4$ - $5,8 \text{ mm}^{-1}$. Lorsque la vitesse de balayage est diminuée, les fissures à l'angle d'inclinaison 80° - 100° , 0° - 20° et 160° - 180° deviennent plus évidentes, par exemple, comme montré dans la figure III.12 (c), (d), (e) et (f), la distribution des fissures devient ordonnée.

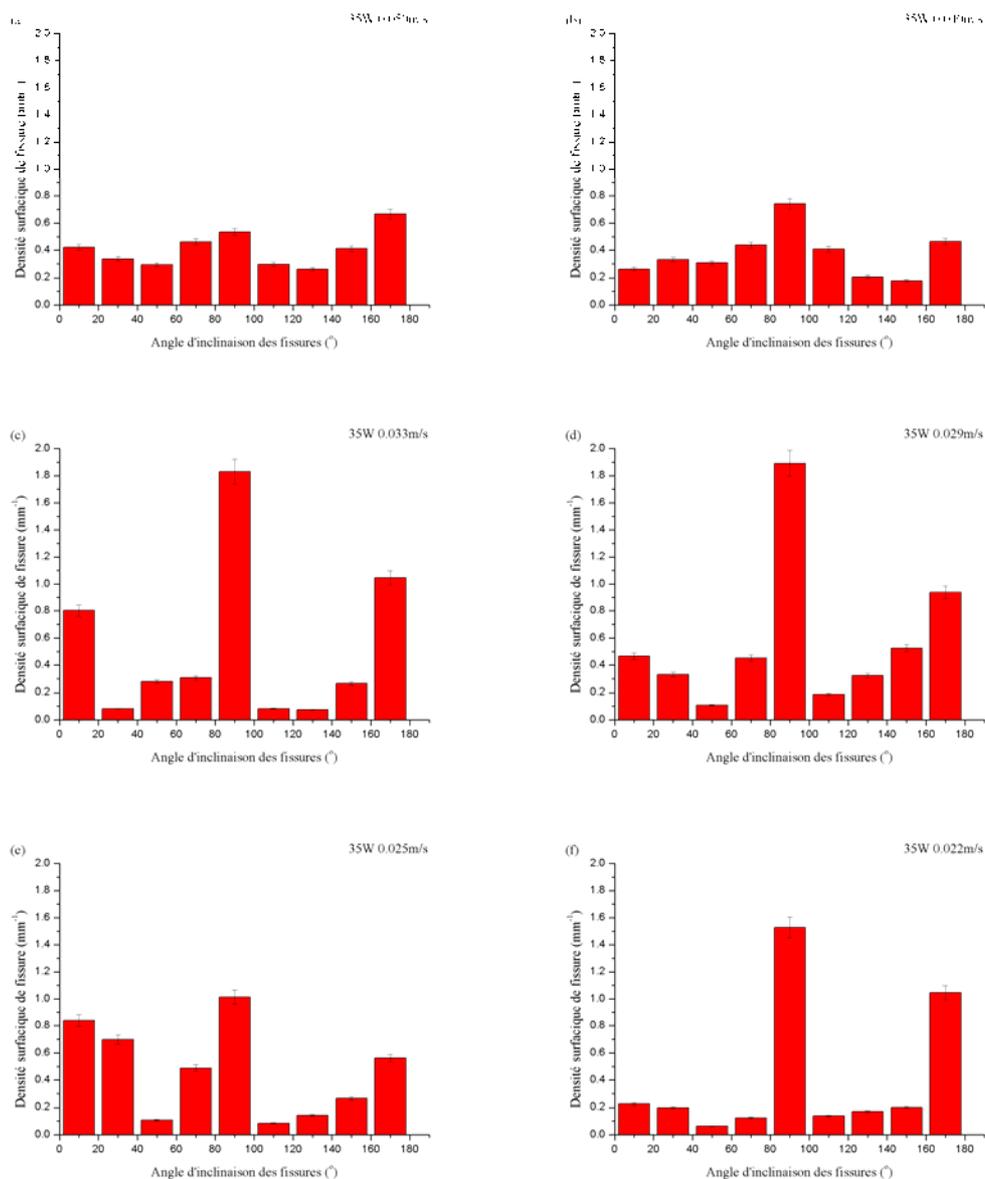


Figure III.12. Distribution des fissures dans la section verticale d'échantillons faits à une puissance de 35 W avec différentes vitesses de balayage : (a) 0,050 m/s, (b) 0,040 m/s, (c) 0,033 m/s, (d) 0,029 m/s, (e) 0,025 m/s, (f) 0,022 m/s

La figure III.13 montre la relation entre la densité surfacique des fissures et la vitesse de balayage. La densité surfacique des fissures augmente lentement pendant la réduction de la vitesse de balayage. La réduction de la vitesse de balayage cause des fissures le long de la direction verticale et de la direction horizontale principalement.

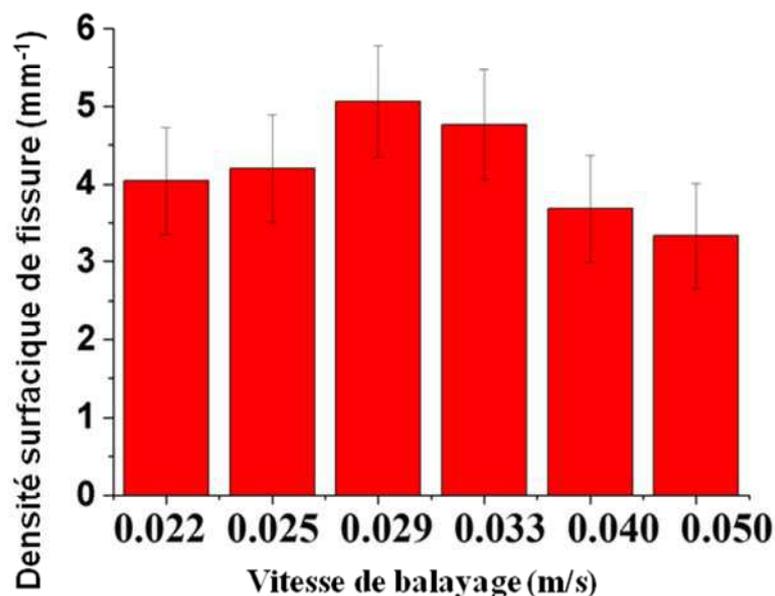


Figure III.13. Relation entre la densité surfacique des fissures et la vitesse de balayage

III.4.5 Analyse de densité relative et de précision de forme

Après la fabrication, la densité de l'échantillon est mesurée par analyse d'image microscopique. Ici, les pores et les largeurs de fissures sont considérés comme le vide interne de l'échantillon. La densité relative (plutôt la masse volumique relative) est estimée par rapport à la densité réelle de YSZ. La figure III.14 (a), (b) montre la relation entre la densité relative et la vitesse de balayage. La densité de l'échantillon augmente lorsque la vitesse de balayage diminue. Si la vitesse est supérieure à une valeur donnée, la densité de l'échantillon diminue rapidement. On suppose que la céramique fondue permette d'améliorer rapidement le taux d'absorption du laser, et la densité augmentera aussi. Il existe une valeur de seuil de la vitesse de balayage : si la vitesse dépasse ce seuil, la poudre ne peut pas être fusionnée complètement. Il est donc important de trouver ce seuil.

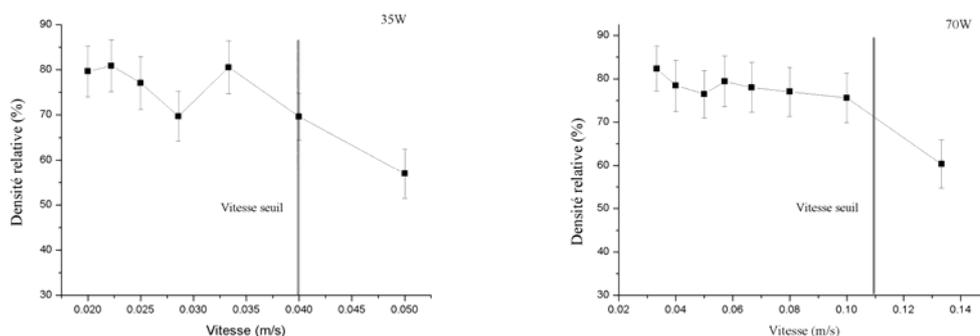


Figure III.14. Relation entre vitesse et densité relative avec les lasers de puissance (a) 35 W et (b) 70 W

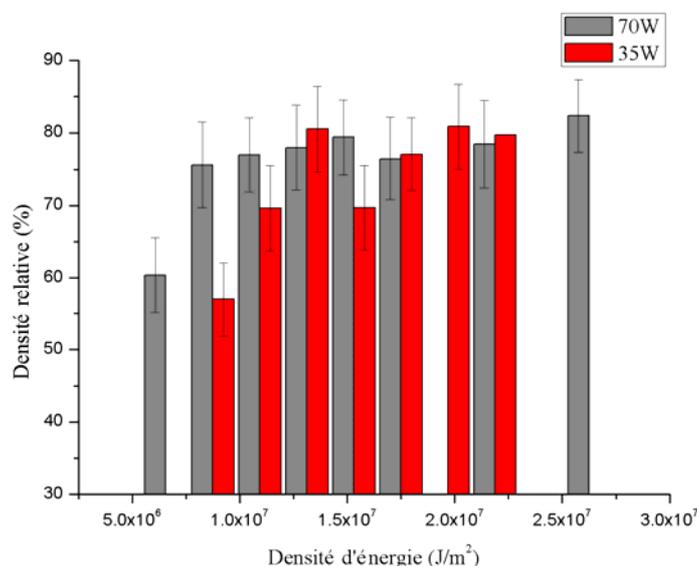


Figure III.15. Relation entre la densité d'énergie et la densité relative aux différentes puissances de laser ; barres noires 70 W et rouges 35 W

La figure III.15 montre la relation entre la densité relative des pièces et la densité d'énergie du laser. La formule de la densité d'énergie est la suivante :

$$\text{Densité d'énergie} = \frac{\text{Puissance de laser} \times \text{Temps d'exposition}}{\text{Point distance} \times \text{Ecart de numérisation}} \quad (\text{Eq. III.1})$$

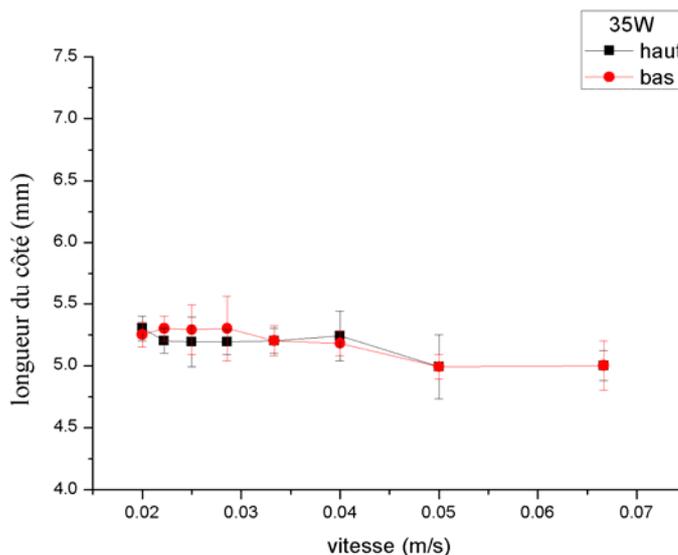


Figure III.16. Relation entre vitesse et longueur du côté à la puissance 35 W ; la longueur du côté en bas : la ligne rouge, la longueur du côté en haut : la ligne noire

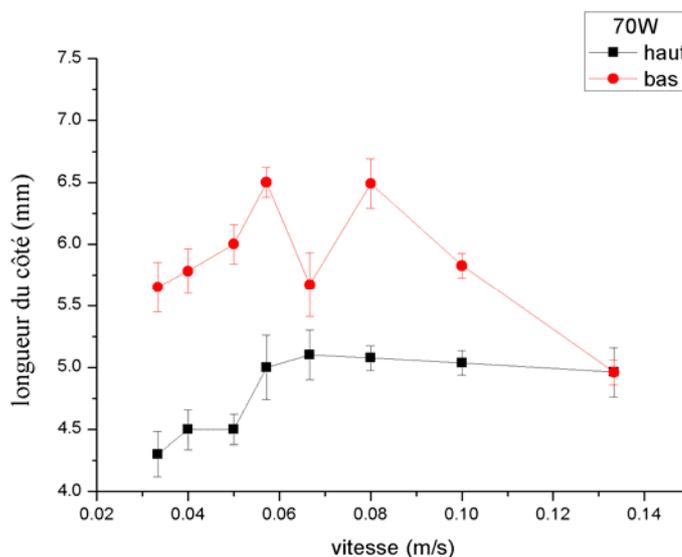


Figure III.17. Relation entre vitesse et longueur du côté à la puissance 70 W ; la longueur du côté en bas : la ligne rouge, la longueur du côté en haut : la ligne noire

Par comparaison des résultats des puissances de laser 70 W et 35 W, la densité des échantillons faits à la puissance 70 W augmente plus rapidement que ceux faits à 35 W lors de l'augmentation de la densité d'énergie. On pense que la densité de

l'échantillon est plus sensible à la puissance du laser qu'à la vitesse de balayage.

La courbe noire et la courbe rouge dans les figures III.16 et III.17 montrent la longueur des côtés en haut et en bas. Sur l'image III.16, la différence entre les deux longueurs des côtés n'est pas grande. Ceci montre que la déformation des échantillons n'est pas très grande. Par contre, pour la puissance de laser 70 W, la longueur du côté en bas est beaucoup plus longue que la taille du modèle 5 mm. Ceci montre qu'il existe de grandes fissures dans le fond de l'échantillon. Et, comme la vitesse de balayage diminue, la poudre est plus susceptible d'être complètement fondue. Cependant, une vitesse de balayage trop lente augmenterait la déformation de l'échantillon. En outre, si la vitesse de balayage diminue, la poudre sera complètement fusionnée, et le gauchissement de l'échantillon sera plus important.

III.4.6 Bilan

Pour l'étude de la fusion sélective par laser de la poudre céramique 55-110 μm , cinq points importants peuvent être relevés :

- 1, La poudre de céramique peut être frittée ou fondue complètement par laser ; le taux d'absorption de laser peut répondre à l'exigence de la fabrication.
- 2, La puissance du laser ne doit pas être inférieure à 30 W. Le laser est incapable de fritter ou fondre la poudre céramique, la vitesse de diffusion thermique est beaucoup plus grande que la vitesse d'absorption d'énergie par la poudre dans ce cas.
- 3, La densité de l'échantillon peut atteindre 70-80 %. Les défauts principaux sont des pores irréguliers, des fissures horizontales et verticales.
- 4, La densité de l'échantillon est plus sensible à la puissance du laser. Par conséquent, l'optimisation de la vitesse de balayage est plus facile si la puissance du laser est relativement faible.
- 5, Lorsque la poudre est complètement fondue, la surface a une déformation importante, parce qu'il y a une grande différence de température entre la zone de fond et la région haute : le processus de refroidissement n'est donc pas synchronisé.

III.5 Fusion sélective par laser de poudre céramique YSZ

fine

III.5.1 Paramètres expérimentaux

Lorsque les particules de poudre sont relativement grandes, la fusion des particules par laser a besoin d'une énergie plus élevée. En outre, selon des recherches antérieures, un grand nombre de pores existent dans les échantillons fabriqués par des particules de grand diamètre, et la surface des pièces est très rugueuse. Pour cette raison, on a choisi une poudre plus fine (22,5-45 μm) pour l'objet d'étude suivant.

Tableau III.7. Paramètres principaux pour la fabrication de poudre fine à température ambiante

Paramètre	
Laser	proche IR Fibre Laser
Puissance (W)	35
Longueur d'onde (nm)	1060-1100
Composition	zircone 93% + yttrine 7%
Diamètre du spot laser (μm)	34
Point distance (μm)	40
Écart de numérisation (μm)	80
Vitesse (m/s)	0,050-0,011
Modèle	5 mm \times 5 mm \times 5 mm
Épaisseur de la couche de poudre (μm)	150
Diamètre des particules (μm)	22,5-45
Environnement	air
Température du substrat ($^{\circ}\text{C}$)	Température ambiante
Substrat	Revêtement céramique YSZ

Le tableau III.7 présente les principaux paramètres des expériences. En raison de la sensibilité à la puissance dans le processus, la puissance faible du laser 35 W est sélectionnée, les autres conditions expérimentales sont inchangées.

III.5.2 Analyse de microstructure

La figure III.18 montre la microstructure des échantillons céramiques faits avec la puissance 35 W. On peut observer que les grands pores dans la section transversale de l'échantillon diminuent. Ceci est dû à l'utilisation de particules relativement fines ; il est plus facile de les faire fondre complètement en bloc. Cependant, si la vitesse de balayage du laser est relativement rapide, comme montré dans les figures III.18 (a) et (b), des pores plus petits peuvent être à nouveau observés. Dans le même temps, les fissures horizontales sont réduites, donc la déformation de la surface d'échantillon est faible. Toutefois, l'utilisation d'une poudre plus fine améliore très peu les fissures verticales ; elles sont plus évidentes avec l'augmentation de l'énergie laser, par exemple les figures III.18 (b), (c), (d) et (e). La distance entre fissures verticales est d'environ 200-300 μm , mais l'écart de numérisation est de 80 μm , et la distance entre les fissures verticales n'est pas égale à l'écart de numérisation. La fissure est principalement concentrée dans la zone centrale de la trajectoire. Ensuite, la fissure ordonnée ne s'étend pas à la surface, ce qui indique que ces fissures verticales ne sont pas induites directement par un seul balayage dans la couche de poudre. Elles sont le résultat de multiples scans dans la même position horizontale.

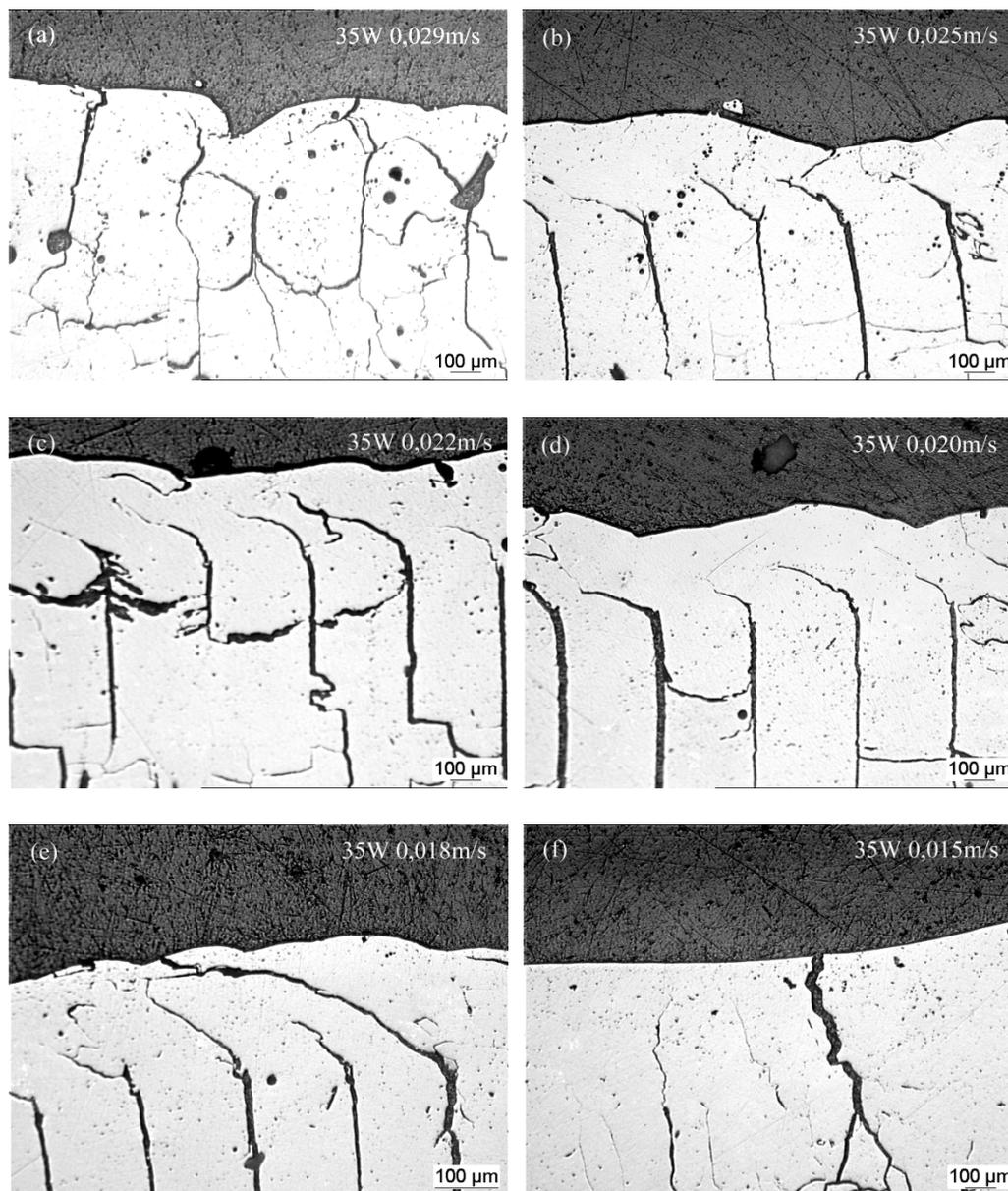


Figure III.18. Microstructure d'échantillon fabriqué par de la poudre fine 22,5-45 μm , (a) 35 W-0,029 m/s, (b) 35 W-0,025 m/s, (c) 35 W-0,022 m/s, (d) 35 W-0,020 m/s, (e) 35 W-0,018 m/s, (f) 35 W-0,015 m/s

III.5.3 Analyse des fissures

La figure III.19 montre la distribution des fissures L'axe X représente l'angle de la fissure, et l'axe Y la densité surfacique des fissures. La densité surfacique des fissures est d'environ 3,2-5,6 mm^{-1} . La réduction de la taille des particules ne réduit pas

significativement la densité des fissures.

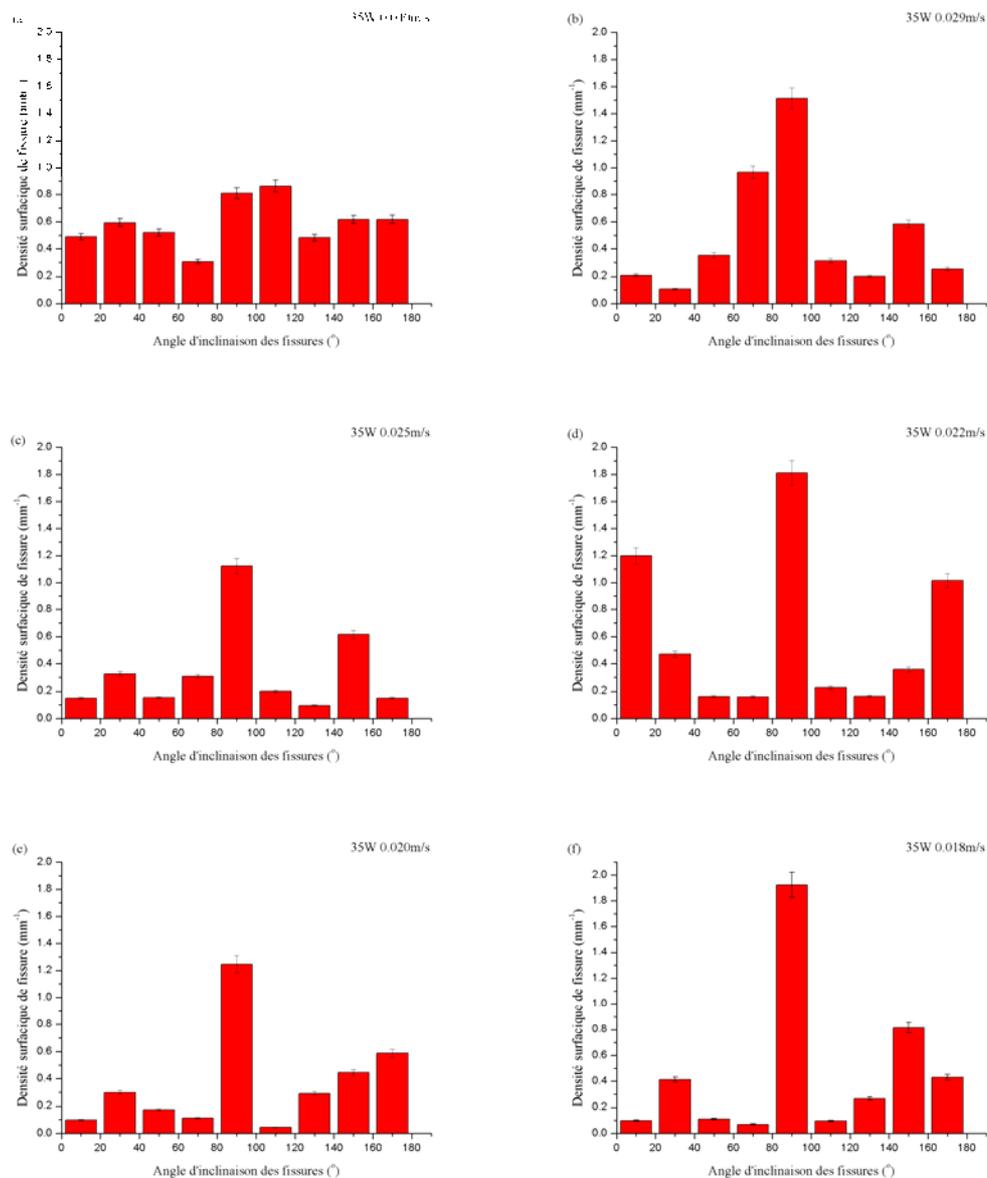


Figure III.19. Distribution des fissures dans la section verticale des échantillons fabriqués avec de la poudre fine 22,5-45 μm , (a) 35 W-0,040 m/s (b) 35 W-0,029 m/s, (c) 35 W-0,025 m/s, (d) 35 W-0,022 m/s, (e) 35 W-0,020 m/s, (f) 35 W-0,018 m/s

Comme le résultat pour les échantillons fabriqués par de la grosse poudre, lorsque la vitesse est 0,040 m/s dans la figure III.19 (a), la distribution des fissures est désordonnée. Lors de la diminution de la vitesse de balayage, les fissures à angle d'inclinaison 80°-100° deviennent plus évidentes, par exemple la figure III.19 (c), (d)

et (e). La distribution devient ordonnée sur la direction verticale. Mais comme le montre la figure III.19 (d), des fissures horizontales peuvent aussi être observées si la vitesse diminue à 0,022 m/s. Et les fissures horizontales sont principalement distribuées dans l'interface de couches adjacentes.

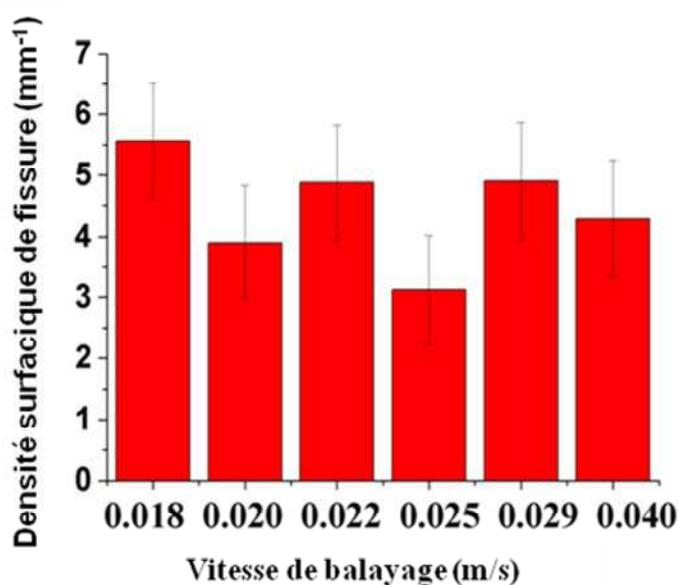


Figure III.20. Relation entre la densité surfacique des fissures et la vitesse de balayage

La figure III.20 montre la relation entre la densité surfacique des fissures et la vitesse de balayage. Comme pour le résultat avec la grosse poudre, la densité surfacique des fissures augmente lentement pendant la réduction de la vitesse de balayage. La solidification se passe d'abord au bord, accompagnée par une contraction de volume ; la zone centrale est donc soumise à une force de traction. Avec la réduction de vitesse, la contrainte de traction sera plus grande. Par conséquent, la densité surfacique des fissures augmente lentement.

III.5.4 Densité relative et précision de forme

Les courbes dans la figure III.21 et III.22 représentent les résultats de la densité relative d'échantillon et de la longueur du côté en fonction de la vitesse de balayage

du laser. La densité relative se situe entre 80-85 %. Par comparaison des résultats précédents, la réduction de la taille des particules est favorable au processus de la fusion par laser. En conséquence, les particules plus fines peuvent améliorer efficacement la densité. Toutefois, la longueur du côté augmente rapidement avec une énergie de balayage inférieure à 0,014 m/s, ce qui réduit la précision de forme rapidement. Dans ce cas, la déformation deviendra très apparente. Ensuite, la longueur moyenne du côté est de plus de 5,3 mm, ce qui est principalement dû aux poudres collées à la frontière de l'échantillon, et la largeur de cette zone est d'environ 150-200 μm , que ce soit à environ deux ou trois particules. Dans la région de la frontière, en raison de la vitesse de refroidissement relativement rapide, la poudre fondue incomplètement adhère à la limite de l'échantillon, la longueur moyenne du côté passe à 5,3 mm, sachant que la taille du modèle est de 5 mm. Il y a donc 6 % d'augmentation de volume dans le processus SLM. Toutefois, cela n'affecte pas la densité relative de l'échantillon évidemment.

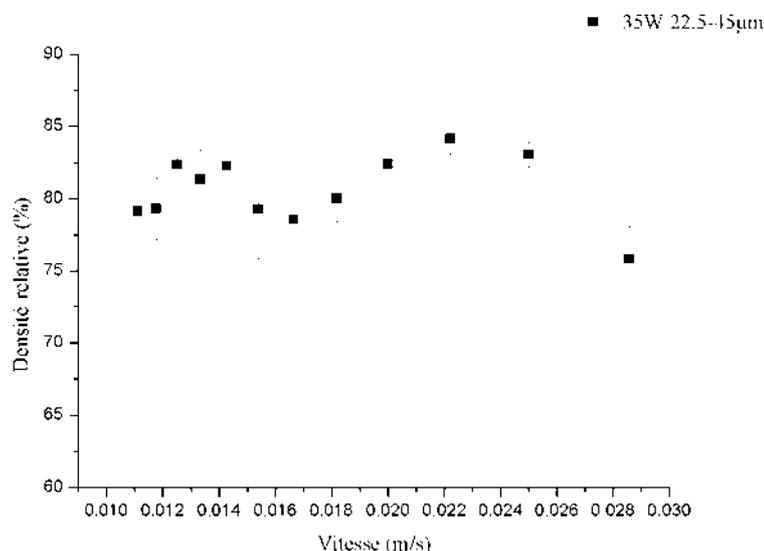


Figure III.21. Influence de la vitesse sur la densité relative de la pièce avec la poudre fine 22,4-45 μm et laser puissance 35 W

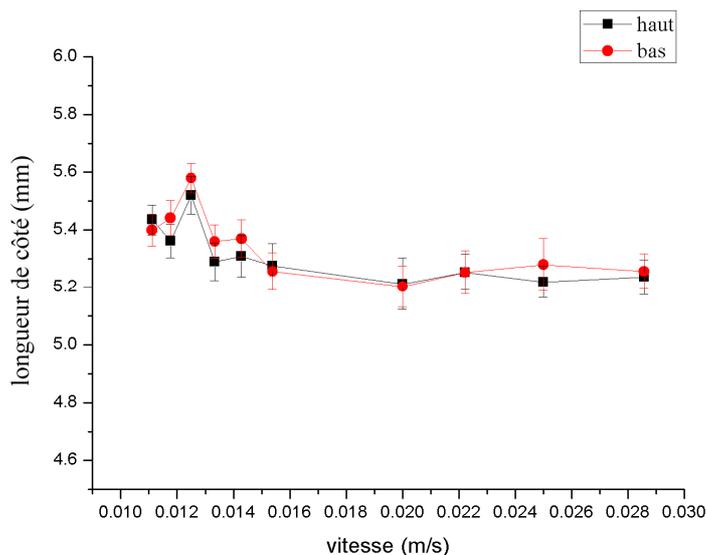


Figure III.22. Longueur du côté d'échantillon fabriqué par la poudre fine 22,4-45 μm avec laser puissance 35 W

III.5.5 Morphologie d'échantillon

La figure III.23 (a), (b) montre un substrat et quatre cubes de 5 mm \times 5 mm \times 5 mm élaborés avec différentes vitesses de balayage en gardant la même puissance de laser. Les échantillons maintiennent la couleur de la poudre, mais des taches noires peuvent être observées. Et puis, en comparaison avec l'échantillon précédent fabriqué par de la poudre grosse (55-110 μm), *cf.* figure III.8, la densité relative et la précision de forme sont nettement améliorées, et l'état de la surface est légèrement amélioré. En outre, la destruction du substrat par laser peut être observée dans la figure III.23 (b). En raison de l'effet de pénétration du laser, dans la zone de fabrication du substrat, le revêtement céramique du substrat a été fusionné aussi, puis endommagé. La figure III.23 (c) est une turbine en cours de fabrication. Il est entouré par la poudre, et la poudre agit comme un support supplémentaire. La figure III.23 (d) est la photo de l'échantillon YSZ turbine, d'un diamètre de 30 mm. L'échantillon a une précision relativement bonne, mais sa densité est faible, en particulier dans la zone des aubes de turbine. Et la partie inférieure de l'échantillon a une plus grande déformation, ce qui

conduit à des fissures relativement importantes sur le côté de la pièce.

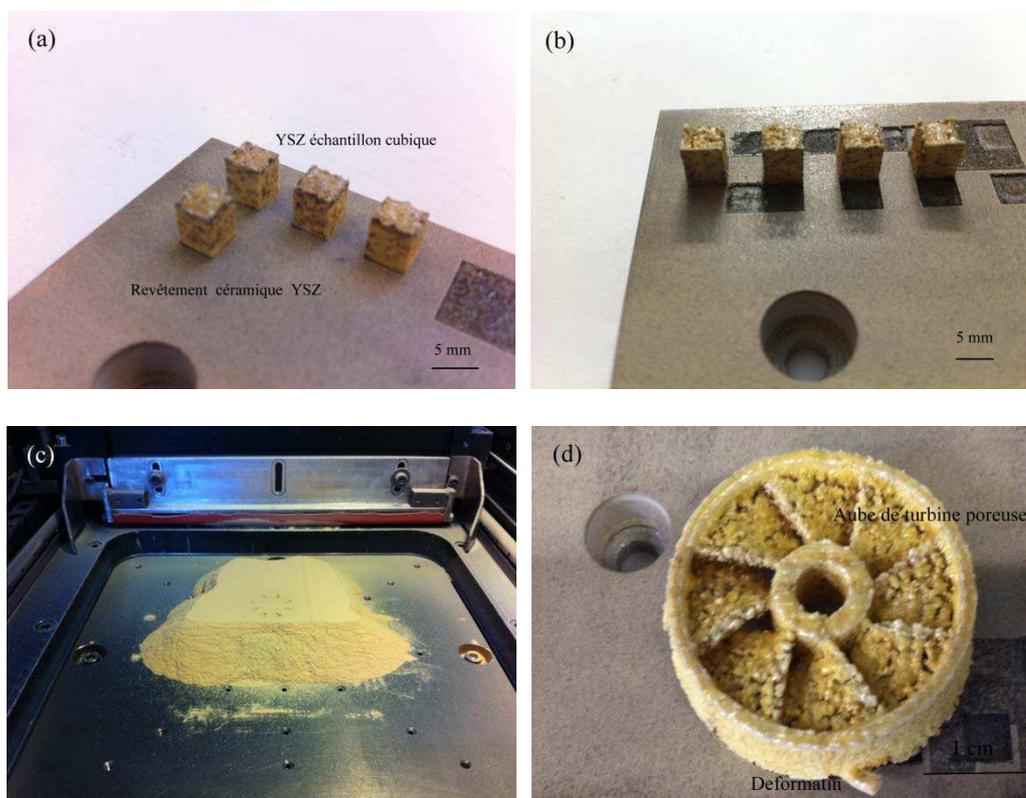


Figure III.23. (a) et (b) Quatre cubes $5 \text{ mm} \times 5 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$ avec différentes vitesses de balayage, (c) et (d) la turbine, échantillon de diamètre 30 mm

III.5.6 Bilan

En étudiant les résultats expérimentaux de la poudre céramique plus fine, la réduction du diamètre des particules est propice à la fusion sélective par laser. Quatre conclusions importantes peuvent être tirées :

- 1, La poudre fine peut être plus facilement fondue complètement, ainsi cela permet de réduire la porosité interne de l'échantillon.
- 2, L'effet de sphéroïdisation affaibli peut améliorer la précision de la forme. En raison de la réduction de la taille des particules, de grosses particules sphériques ne seront pas générées à la frontière.
- 3, La densité relative augmente, grâce à la réduction des pores internes et de la fissure

horizontale.

4, Une puissance laser faible de 35 W permet de réduire les fissures horizontales entre les couches, ce qui réduit efficacement la déformation de la surface fabriquée.

III.6 Impact d'un préchauffage de 250 °C sur la performance

III.6.1 Paramètres de fabrication

Au vu de la réduction de la déformation de l'échantillon et de la différence de température entre la zone de fusion et la poudre, on tente d'améliorer la température de préchauffage du lit de poudre.

Tableau III.8. Paramètres principaux pour la fabrication avec une poudre fine à une température de 250-300 °C

Paramètre	
Laser	proche IR Fibre Laser
Puissance (W)	30, 60, 90
Longueur d'onde (nm)	1060-1100
Composition	zircone 93% + yttrine 7%
Diamètre du spot laser (µm)	34
Point distance (µm)	40
Écart de numérisation (µm)	40
Épaisseur de la couche de poudre (µm)	150
Diamètre des particules (µm)	22,5-45
Environnement	air
Température du substrat (°C)	250-500
Substrat	Revêtement céramique YSZ

La plateforme de fabrication a été chauffée à 250-300 °C par une petite plaque chauffante. En outre, pour une optimisation plus poussée de la puissance du laser, des puissances de 30 W, 60 W et 90 W sont essayées pendant les expériences suivantes, les autres paramètres restant inchangés.

III.6.2 Méthode pour améliorer la température de préchauffage du lit de poudre

Afin d'améliorer la température de plate-forme dans le procédé de fabrication, une plaque chauffante électrique est installée dans la plateforme de fabrication. En raison de la conduction thermique, l'air dans la chambre de fabrication et la plateforme métallique est aussi chauffé. Après le test, La machine SLM ne peut résister qu'à la température 100 °C de chauffage continu ou 500 °C dans la très courte durée. La température du préchauffage était donc fixée à moins de 500 °C.

III.6.3 Analyse de morphologie et de microstructure

La figure III.24 montre les surfaces et les côtés des échantillons cubiques de céramique YSZ. L'image III.24 (a), (b) montre un échantillon fait à la puissance 30 W et vitesse de balayage 0,02 m/s. La surface d'échantillon est rugueuse, des particules sphériques peuvent être observées. On peut observer que les poudres de céramique (60 W- 0,036 m/s) ont été complètement fondues par le laser, dans la figure III.24 (c) et (d). Mais au cours du processus de chauffage et de refroidissement, des fissures apparaissent à l'intérieur de l'échantillon, parce que la température de la surface supérieure peut atteindre le point de fusion de la matière, tandis que dans le même temps, la zone inférieure est toujours maintenue à une température relativement faible. La conductivité thermique du matériau YSZ est très pauvre, la ténacité du matériau ne peut résister à une si grande différence de température. On peut observer également

que les petites particules non fondues sont frittées aux frontières de l'échantillon, parce que la température dans la région frontalière n'est pas assez élevée pour faire fondre la poudre complètement. On observe également de petites taches noires, cela est dû à probablement la perte d'oxygène dans la molécule YSZ pendant le processus rapide de fusion et de refroidissement.

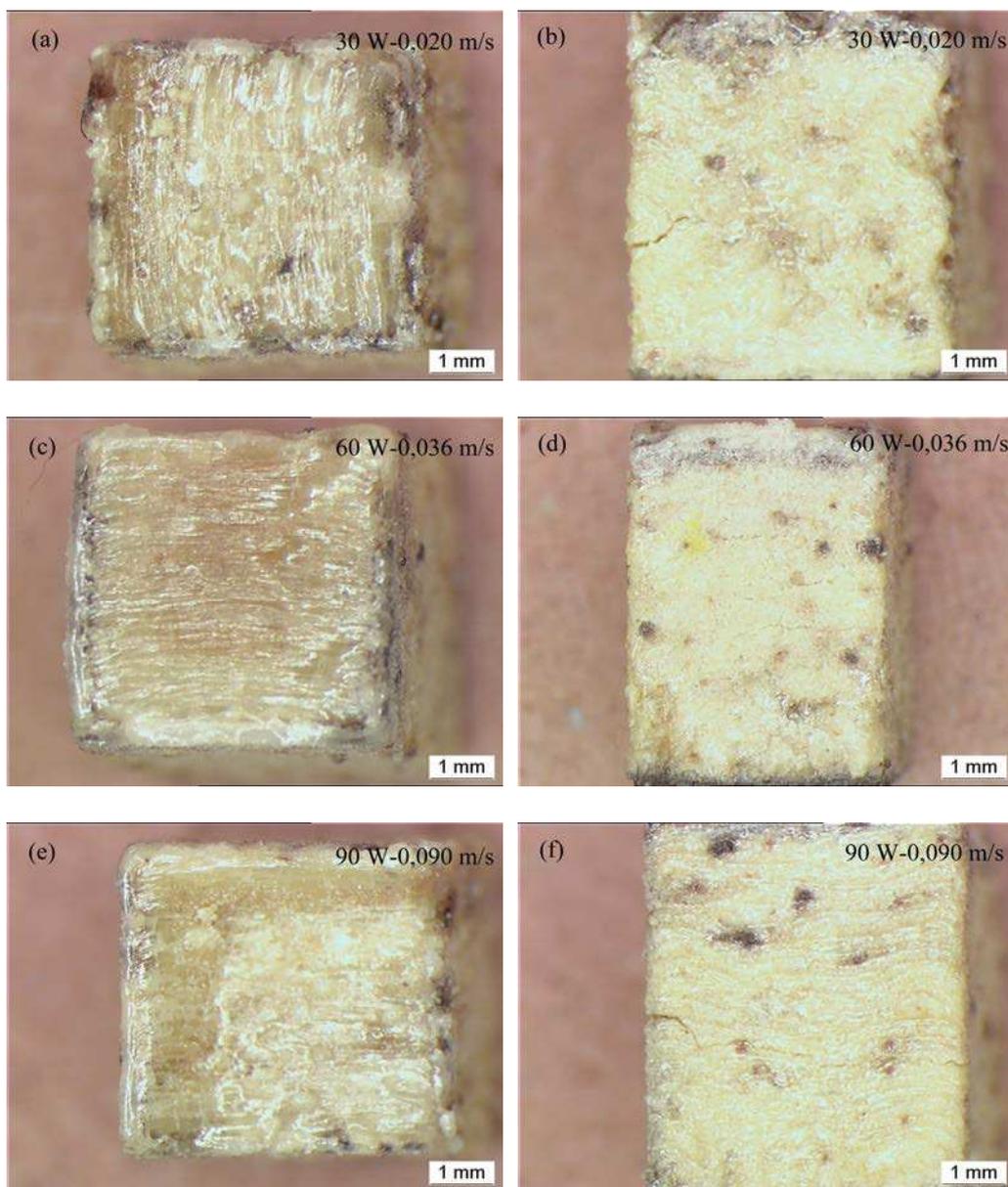


Figure III.24. Surface et face latérale de l'échantillon cubique fabriqué par des puissances différentes de laser avec préchauffage 250 °C, (a), (b) 30 W-0,020 m/s, (c), (d) 60 W-0,036 m/s, (e), (f) 90 W- 0,090 m/s

La figure III.24 (e), (f) montre un échantillon fait à la puissance 90 W et avec une vitesse de balayage de 0,09 m/s. En comparaison avec l'échantillon précédent fabriqué sans préchauffage sur la figure III.23, la morphologie de l'état de fusion est plus apparente.

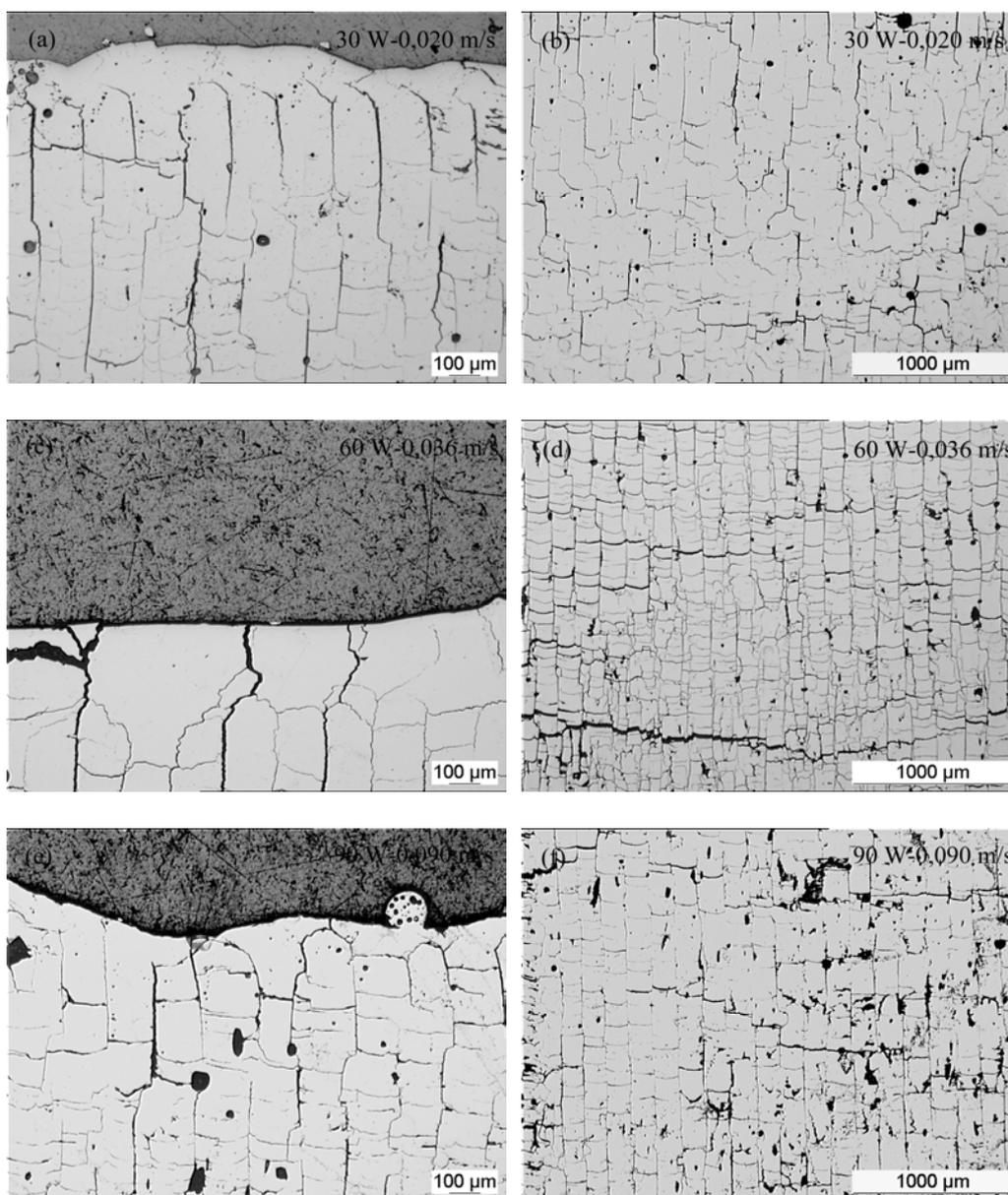


Figure III.25. Microstructures sectionnelles des échantillons cubiques fabriqués avec des puissances différentes de laser et préchauffage 250 °C, (a), (b) 30 W-0,020 m/s, (c), (d) 60 W-0,036 m/s, (e), (f) 90 W- 0,090 m/s

sur la densité de l'échantillon : les pores et les fissures. Quand les particules ne sont pas complètement fondues, des pores apparaissent entre les particules frittées, et la réduction de la porosité peut être résolue en augmentant la densité d'énergie. Les fissures entre deux couches adjacentes ne sont pas très évidentes. Cependant, il existe un grand nombre de fissures ordonnées entre la trace de balayage, ce qui est généré lors de la fabrication en raison de la répartition non uniforme de l'énergie. En effet, la distribution d'énergie gaussienne de la tache laser influence la répartition de la contrainte thermique entre deux lignes de balayage adjacentes. L'optimisation de l'écart de numérisation et du point distance peut rendre la distribution de l'énergie plus homogène.

Les fissures ordonnées se trouvent sur la ligne centrale de la trace de balayage. La température dans la zone centrale de la tache laser est beaucoup plus élevée qu'à la frontière, ce qui conduit à une répartition non uniforme de la température ; le retrait volumique est différent entre la bordure et le centre de la trajectoire de balayage, donc la contrainte de traction à partir du centre vers la bordure provoque des fissures ordonnées. Dans le même temps, des pores irréguliers peuvent être observés dans la région fondue. Comme le temps de refroidissement est très court, l'air dans les interstices de poudre céramique ne peut pas être complètement évacué, ce qui conduit à de petits pores dans le centre de l'échantillon.

Comme on peut le voir sur l'image III.25 (d), (f), les fissures internes et les pores deviennent plus nombreux avec l'augmentation de la puissance du laser. Dans le procédé de fusion par laser, le plasma souffle de la poudre à partir du point focal. Cela conduit à l'augmentation des pores et réduit la densité de l'échantillon aussi. Lorsque la puissance du laser est supérieure, il est plus facile de souffler la poudre. Selon la distribution gaussienne de l'énergie laser, lorsque la puissance du laser est plus élevée, la différence d'énergie entre la zone centre et la frontière est plus grande également, ce qui aggrave les fissures verticales.

La figure III.26 présente la frontière d'une couche fusionnée avec un préchauffage de 250 °C. La largeur de la bordure est d'environ 100-150 μm . Dans ce domaine, les poudres sont frittées ensemble, et les particules de céramique peuvent être observées

clairement. On estime que la diffusion de la chaleur conduit au frittage de poudre. La taille de la zone est principalement affectée par la taille des particules et de la conductibilité thermique du matériau YSZ. Généralement, le diamètre des particules céramiques doit être de 22,5-45 μm , cela indique que 3 à 4 particules sont frittées à la frontière par l'effet de diffusion thermique. On estime que ceci est inévitable et limite la précision théorique maximum de mise en forme ; l'expansion volumique de 0,2-0,3 mm est due à cette raison. Donc, la réduction de la conductivité thermique de la matière et de la taille des particules peut affaiblir cet effet.

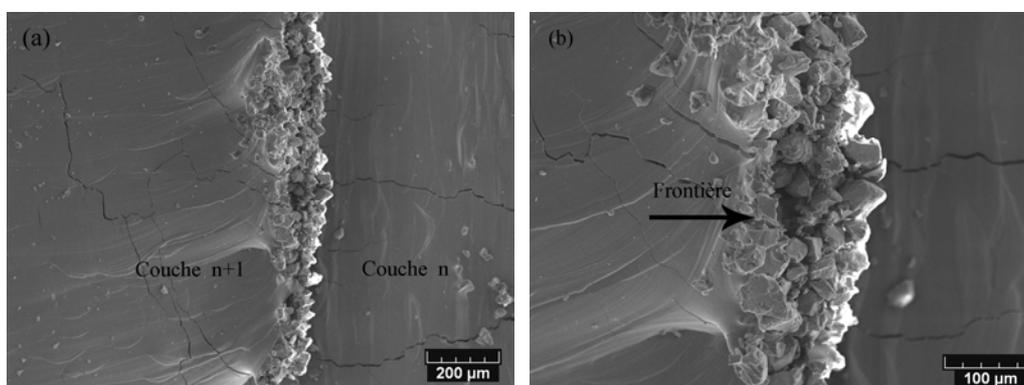


Figure III.26. Microstructure de la frontière d'une couche solidifiée

La figure III.27 montre la surface et le côté d'échantillon original fabriqué avec la température de préchauffage 250 °C. La surface de l'échantillon sans polissage est lisse, mais il y a beaucoup de fissures courtes. Et des traces de numérisation peuvent être observées clairement dans la figure III.27 (c) et (d). Un certain nombre de particules ont adhéré sur le côté de l'échantillon, et certaines fissures évidentes peuvent être observées dans le côté rugueux de l'échantillon.

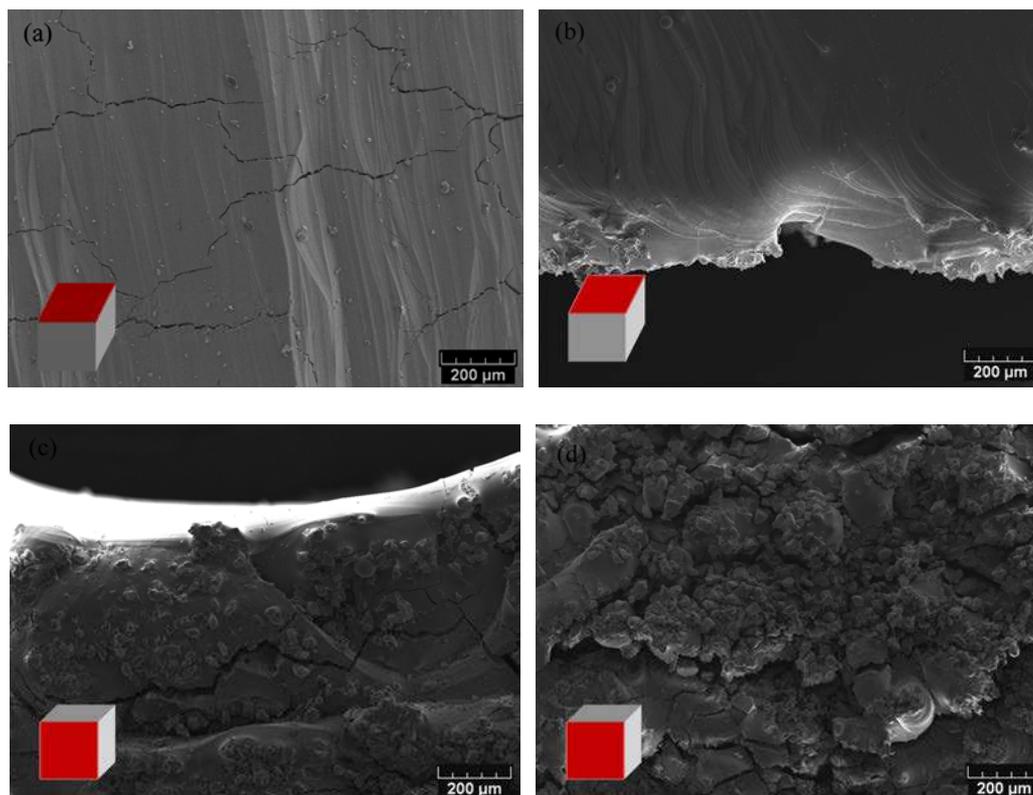


Figure III.27. La surface et le côté de l'échantillon original fabriqué avec la température de préchauffage 250 °C

III.6.4 Morphologie des surfaces de fracture d'échantillon

La morphologie de la surface de fracture est observée par microscopie électronique à balayage. Avec l'augmentation de la puissance du laser, la fissure dans la surface de fracture est devenue évidente. Elle s'étend sur la direction horizontale et verticale, comme la figure III.28 (c) (d) (e) (f). L'écart des fissures est d'environ 90 μm , soit le même que l'écart de numérisation du laser. La poudre est fondue ensemble complètement. Il existe toutefois une petite quantité de trous ronds dans la surface de fracture, mais ce n'est pas un défaut majeur.

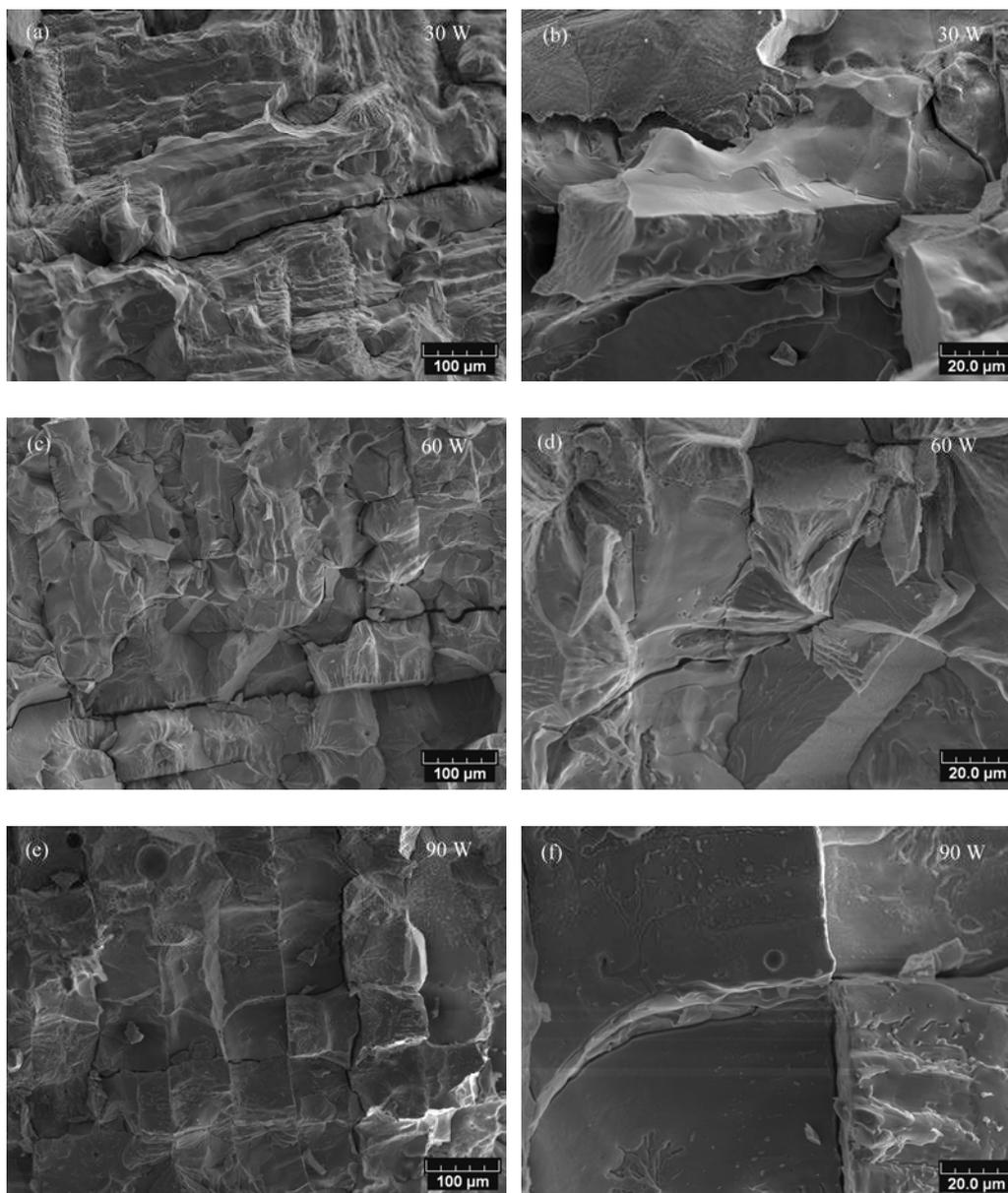


Figure III.28. Morphologie de la surface de fracture des échantillons faits avec différentes puissances : 30 W, 60 W, et 90 W

III.6.5 Analyse de la distribution des fissures

La figure III.29 montre la distribution de l'angle d'inclinaison des fissures avec les paramètres optimisés et le préchauffage à 250 °C. L'axe Y est la densité surfacique des fissures, qui se réfère à la longueur totale des fissures divisée par l'aire de la zone. L'axe X représente l'angle de la fissure.

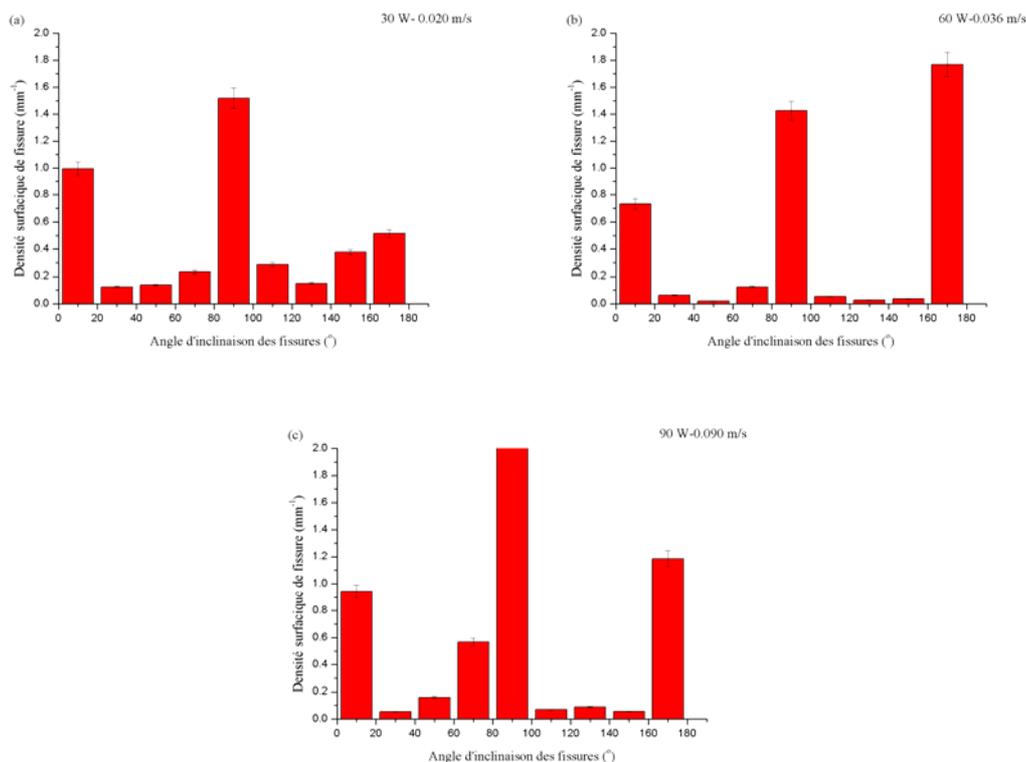


Figure III.29. Distribution de l'angle d'inclinaison des fissures avec les paramètres optimisés, (a) 30 W-0,020 m/s, (b) 60 W-0,036 m/s et (c) 90 W- 0,090 m/s et le préchauffage à 250 °C

Sur la figure III.29 (a), (b) et (c), la distribution des fissures est ordonnée sur la direction verticale et horizontale. La densité surfacique des fissures est d'environ 4,8 mm⁻¹. La figure III.30 montre la comparaison d'échantillons fabriqués avec des paramètres différents (poudre 55-110 μm, 22,5-45 μm, sans préchauffage et avec préchauffage à 250 °C) ; la taille des particules de poudre et la faible température de préchauffage n'affectent pas la densité de fissure.

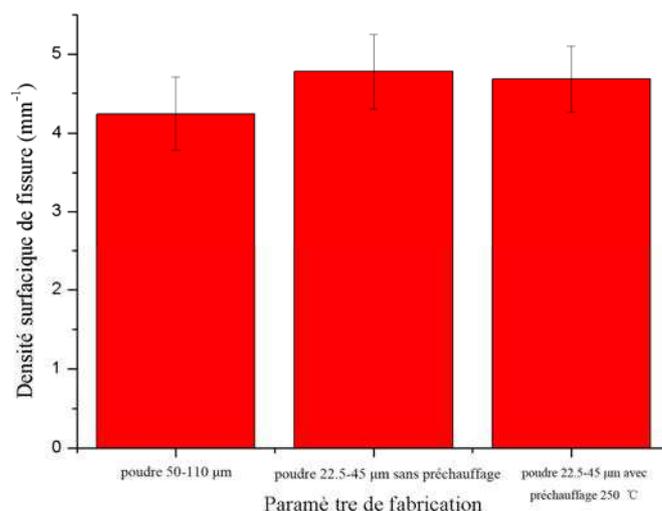


Figure III.30. Comparaison de la densité des fissures des échantillons fabriqués avec les différents paramètres (poudre 55-110 µm, 22,5-45 µm, sans préchauffage, et avec préchauffage à 250 °C)

III.6.6 Analyse de la précision de forme et de la densité relative

La densité relative des échantillons fabriqués par différentes puissances laser, 30 W (a), 60 W (b) et 90 (c), avec préchauffage à 250 °C est illustrée à la figure III.31. La densité des échantillons cubiques a été mesurée par la méthode d'analyse d'image; la densité théorique du matériau YSZ est d'environ 6,1 g/cm³. La prolongation de la durée d'exposition au laser peut augmenter la densité d'énergie laser, ce qui pourrait accroître la densité de l'échantillon en conséquence.

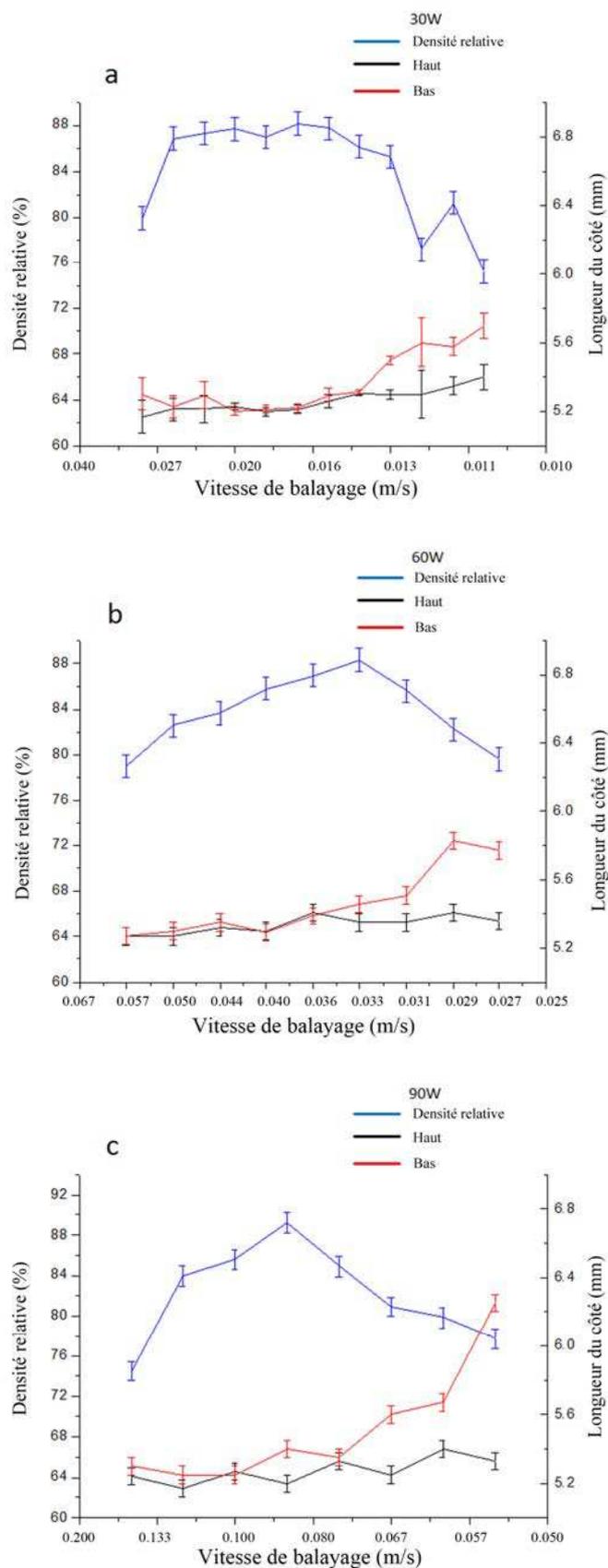


Figure III.31. Influence du temps d'exposition sur la densité relative et la longueur du côté avec préchauffage 250 °C et différentes puissances : (a) 30 W, (b) 60 W, (c) 90 W

Lorsque l'énergie laser n'est pas assez élevée pour faire fondre complètement les particules, les particules adjacentes sont frittées ensemble en formant le col de frittage, et cela provoque beaucoup de pores dans l'échantillon, ce qui réduit fortement la densité relative et la résistance mécanique. Les augmentations de l'énergie laser améliorent nettement la fusion de la poudre et la densité de pièces, et la densité relative maximale peut atteindre environ 88 %. Lorsque la densité d'énergie dépasse une certaine valeur, les microfissures commencent à augmenter rapidement, ce qui devient le principal facteur réduisant la densité relative.

La courbe rouge et noire dans la figure III.31 présente la longueur latérale de la partie inférieure et la partie supérieure. Avec les augmentations du temps d'exposition, la longueur du côté haut augmente légèrement, mais l'augmentation de la longueur des côtés bas est plus évidente. Avec les paramètres optimisés, la longueur moyenne du côté de section horizontale est 5,2-5,3 mm, parce que 3 ou 4 particules non fondues sont frittées à la frontière des échantillons, comme le montre la figure III.26. Lorsque la vitesse de balayage continue à augmenter, des particules seront collées à la frontière. Ces particules sont l'un des principaux facteurs qui affectent la précision de forme. Le côté inférieur est plus long que la face supérieure. Dans la surface de fabrication 5 mm × 5 mm, la chaleur se transmet plus facilement dans la région frontière que dans la région centrale ; le procédé de refroidissement n'est donc pas synchronisé. Cela influe sur la distribution des contraintes thermiques et conduit au changement de volume non uniforme. Et la surface de fabrication se déforme, ce qui provoque une longueur plus grande en bas. Notamment, avec la diminution de la vitesse de balayage, la différence de température entre la zone centrale et la frontière est plus grande, et la déformation plus importante aussi. Avec l'augmentation de la densité d'énergie, la déformation de la surface est de plus en plus évidente, s'agrandissant avec l'augmentation du nombre de couches. Lorsque l'énergie augmente jusqu'à une certaine valeur, le fond de l'échantillon commence à se fissurer sérieusement. La valeur de la ligne rouge dans la figure III.31 augmente rapidement.

La figure III.32 présente une comparaison de la densité relative des échantillons

fabriqués par différents paramètres (poudre 55-110 μm , 22,5-45 μm , sans préchauffage et avec préchauffage à 250 $^{\circ}\text{C}$). La réduction du diamètre des particules et le préchauffage peuvent augmenter la densité relative d'environ 8 %, car, théoriquement, les deux méthodes améliorent l'état de la fusion de la poudre et homogénéisent la température. Cela suggère qu'un préchauffage est favorable pour améliorer la qualité de la pièce.

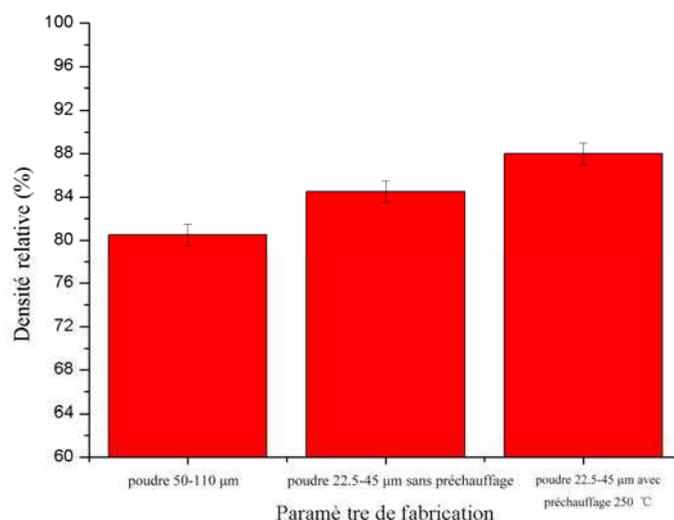


Figure III.32. Comparaison de la densité relative de l'échantillon fabriqué avec des paramètres différents (poudre 55-110 μm , 22,5-45 μm , sans préchauffage et avec préchauffage 250 $^{\circ}\text{C}$)

III.6.7 Analyse de microdureté

La microdureté est mesurée par l'appareil de microdureté Vickers Leitz Wetzlar (Allemagne). Le tableau III.9 montre les meilleures duretés des échantillons cubiques fabriqués avec différentes puissances de laser (30 W, 60 W, 90 W). La différence de microdureté en fonction des différentes puissances laser n'est pas évidente. Lorsque la puissance du laser est supérieure à 30 W, l'augmentation de la puissance du laser n'améliore pas la dureté. Par comparaison entre la valeur expérimentale et la valeur théorique de la céramique YSZ (1300-1500HV₅₀₀), la dureté expérimentale montre

que les échantillons fabriqués par la technologie SLM sont de bonne microdureté ; la microdureté maximale peut atteindre $1209 \pm 262 \text{HV}_{500}$. Dans les pièces utilisées pour mesurer la dureté, la poudre est complètement fondue pendant le processus de balayage de laser, mais beaucoup de fissures existent dans la section de l'échantillon, ce qui réduit la dureté. Les résultats de la microdureté montrent que les valeurs expérimentales sont proches des valeurs théoriques. Toutefois, cela ne signifie pas que les macro-propriétés mécaniques sont aussi bonnes que la microdureté, parce que la taille et la répartition de la fissure affectent sérieusement la résistance mécanique, sans réduire la microdureté.

Tableau III.9. Microdureté des échantillons aux différentes puissances

Puissance laser (W)	30	60	90	Valeur théorique de la céramique YSZ
Microdureté (HV_{500})	1156 ± 248	1209 ± 262	1186 ± 255	1300-1500

III.6.8 Analyse de la structure cristalline

Le Bruker AXS D8 Focus XRD (Allemagne) est un équipement utilisé pour l'analyse de la transformation de phase cristalline. La figure III.33 correspond aux diagrammes de diffraction des rayons X de la poudre YSZ (courbe noire) et de l'échantillon cubique (courbe rouge) fabriqué par SLM avec la poudre $22,5\text{-}45 \mu\text{m}$. Les résultats montrent que la structure cristalline de la poudre contient des cristaux monocliniques, tétraonaux et cubiques ; après la fusion et le processus de refroidissement rapide, le pic de diffraction du cristal tétraonal devient plus évident. La transformation de cristal monoclinique et cubique en cristal tétraonal a eu lieu lors de la fabrication. Le procédé de refusion influence la diffusion de l'oxyde d'yttrium stabilisant. Il favorise la diffusion du stabilisant, ce qui est bénéfique pour la formation du cristal tétraonal. En outre, le refroidissement rapide est aussi propice à la formation d'une phase métastable tétraonale. Et le cristal tétraonal est propice au post-traitement, il ne

produisant pas la contraction de volume importante ; si ce processus de transformation se produit dans les pièces, la déformation de volume provoque des fissures et réduit fortement les propriétés mécaniques des pièces.

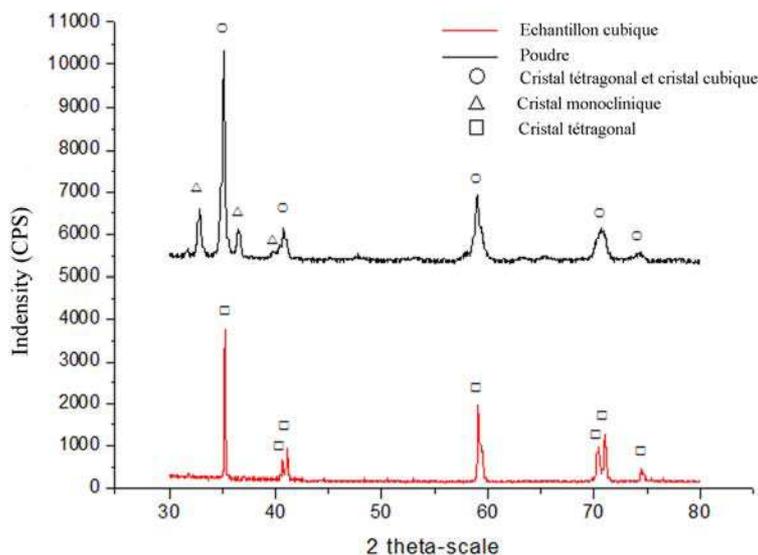


Figure III.33. Diagramme de diffraction de rayons X de la poudre YSZ et de l'échantillon cubique

III.6.9 Analyse de distribution des paramètres

Au cours de la fabrication, l'état de fusion de la poudre de céramique est affecté par la densité d'énergie laser et sa distribution. En fonction du rayon caractéristique et de la taille de point focal du laser, lors de la fusion sélective par laser de la poudre 22,5-45 μm avec le préchauffage à 250 $^{\circ}\text{C}$, la distance entre les points focaux adjacents de laser est de 40 μm , et la distance fonctionnelle entre les lignes de balayage adjacentes (écart de numérisation) est de 40 μm . En effet, l'espace compris entre deux points adjacents ou deux lignes de balayage dépend de la taille du bain de fusion. Et la taille du bain de fusion est influencée par le temps d'exposition, la taille du point focal laser et l'absorption d'énergie. Selon la formule de la densité d'énergie, un autre facteur important affectant la densité d'énergie est la puissance du laser.

La distribution des paramètres est indiquée dans le tableau III.10. La densité d'énergie est constante dans chaque colonne, le produit de la puissance du laser et le temps d'exposition est invariant. Sur la base des résultats de la densité relative et de la longueur des côtés de la section horizontale, les paramètres sont divisés en trois parties. Dans la zone de gauche, la densité relative de l'échantillon est inférieure à 80 %. Avec les paramètres dans la zone de droite, les particules sont complètement fondues au cours de la fabrication, mais la déformation de volume devient importante, ce qui influence la précision de forme. Les fissures commencent à augmenter et à s'élargir au centre de l'échantillon. La différence de longueur latérale entre le haut et le bas s'étend sur 0,2 mm, ce qui réduit la densité relative et la précision. Avec les paramètres dans la zone centrale, les échantillons ont à la fois une meilleure précision et une plus grande densité relative. Grâce à l'analyse de la distribution des paramètres, la déformation de l'échantillon est le principal facteur affectant la distribution des paramètres expérimentaux, et l'influence de la puissance du laser sur la déformation du volume est plus sensible que le temps d'exposition.

Tableau III.10. Répartition des paramètres expérimentaux

Puissance (W)	Temps d'exposition (μ s)														
30W	×	×	×	1400	1600	1800	2000	2200	2400	2600	2800	3000	3200	3400	×
60W	×	×	600	700	800	900	1000	1100	1200	1300	×	×	×	×	×
90W	×	333	400	467	533	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×

Au cours du processus de fusion de la poudre de céramique, les principaux enjeux sont: 1, lorsque le faisceau laser de forte puissance est focalisé sur la couche de poudre, l'air est chauffé et ionisé par le laser dans la zone focale laser. Beaucoup de particules sont soufflées par le plasma d'air à proximité du spot laser focal. 2, en raison du point de fusion élevé de la céramique YSZ, un gradient de température

existe entre les régions fondues et non fondues, ce qui se traduit par une répartition non uniforme des contraintes et de la déformation du volume. 3, au cours du processus répété de chauffage et de refroidissement, un grand nombre de microfissures ordonnées apparaissent dans la section des échantillons cubiques. L'optimisation des paramètres de numérisation pourrait améliorer la distribution de la densité d'énergie, et l'augmentation de la température du lit de poudre pourrait diminuer le gradient de température, qui sont les deux principales méthodes pour réduire les fissures ordonnées et les déformations.

III.6.10 Macro-déformation et fabrication de grands échantillons

Pendant la fabrication, la déformation macroscopique de l'échantillon est importante en fonction des conditions. On a donc tenté de fabriquer des échantillons de grande taille avec des paramètres optimisés (30 W-0,020 m/s-250 °C), et de rechercher les méthodes pour éviter la déformation macroscopique. La figure III.34 (a) et (b) montrent les photos de l'échantillon cubique 10 mm × 10 mm × 5 mm. L'image III.34 (a) montre l'appareil de chauffage et l'échantillon en cours de fabrication. L'image III.34 (b) représente des échantillons faits à différentes vitesses de balayage. L'échantillon 10 mm × 10 mm × 5 mm est une combinaison de quatre échantillons 5 mm × 5 mm × 5 mm, car il est difficile de fabriquer directement des pièces de dimension 10 mm × 10 mm à cause de la grande déformation. Dans la région intermédiaire de l'échantillon, la ligne de démarcation peut être observée sur la figure III.33 (b). Cette méthode de fabrication peut réduire l'accumulation de la déformation le long d'une direction. La déformation peut être amplifiée avec l'augmentation de la taille du modèle. Si la hauteur de la déformation est plus grande que l'épaisseur de la couche, le racleur d'étalement de poudre sera bloqué. Cette caractéristique est montrée dans l'image III.34 (c), (d). Les modèles de l'échantillon sont respectivement de 1 mm × 20 mm × 5 mm, 2 mm × 20 mm × 5 mm, 3 mm × 20 mm × 5 mm, 4 mm ×

20 mm × 5 mm, 5 mm × 20mm × 5 mm. La plus grande taille est de 20 mm, la déformation dans la direction unidimensionnelle affecte la fabrication. Avec l'augmentation de la taille de l'échantillon, les processus de refroidissement dans les différents points ne sont pas uniformes et le gradient de température produit la déformation.

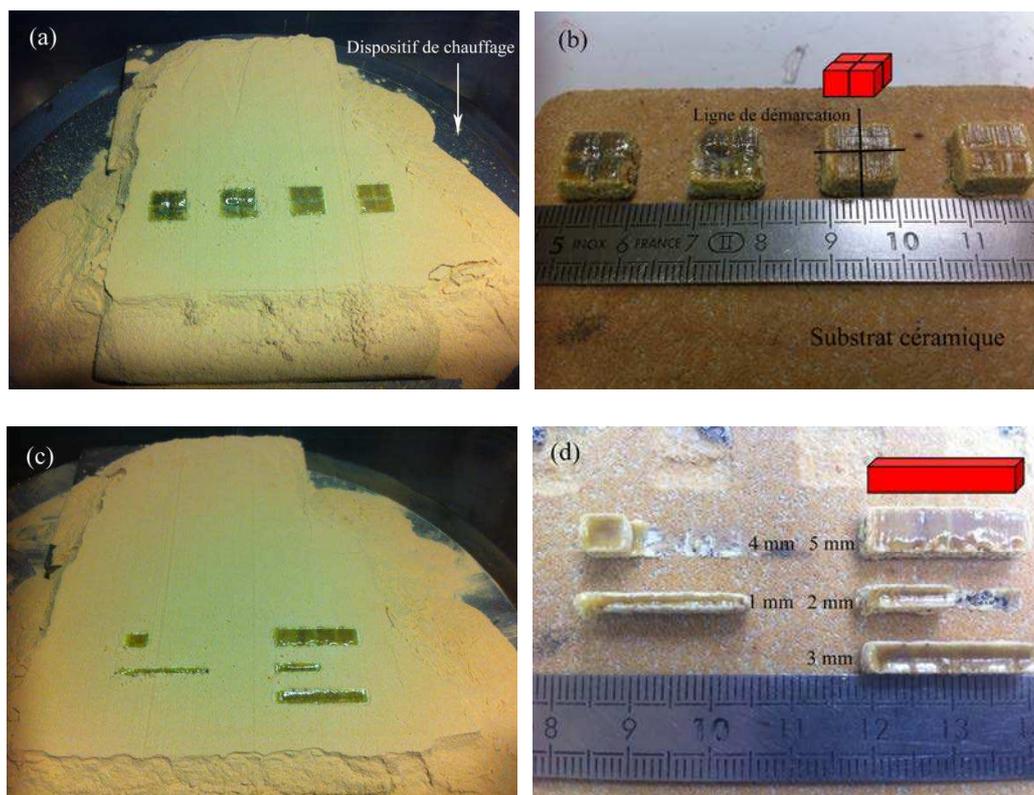


Figure III.34. Photos d'échantillons grandes tailles, (a), (b) modèle d'échantillon 10 mm × 10 mm × 5 mm, (c), (d) modèles d'échantillons 1 mm × 20 mm × 5 mm, 2 mm × 20 mm × 5 mm, 3 mm × 20 mm × 5 mm, 4 mm × 20 mm × 5 mm, 5 mm × 20 mm × 5 mm

La figure III.35 (a) montre les échantillons de formes spéciales fabriquées avec les paramètres optimisés (30 W-0,020 m/s-250 °C). La taille maximale de l'échantillon est de 10 mm, ces petits échantillons peuvent être formés selon les paramètres optimisés précédents. La précision de forme a atteint l'exigence attendue. Mais la surface est rugueuse comme les échantillons précédents. L'image III.35 (b) montre les

échantillons à angles de surplomb différents. La précision et la rugosité de surface ne sont pas encore très satisfaisantes, une retouche est sans doute nécessaire pour les applications réelles. Selon les résultats, le modèle de céramique peut être un échantillon creux ; un matériau en poudre peut être utilisé comme un support interne. L'image III.35 (c) montre la déformation d'un échantillon de grande longueur. La déformation est accumulée sur le bord long. C'est ce qui limite la taille du modèle.

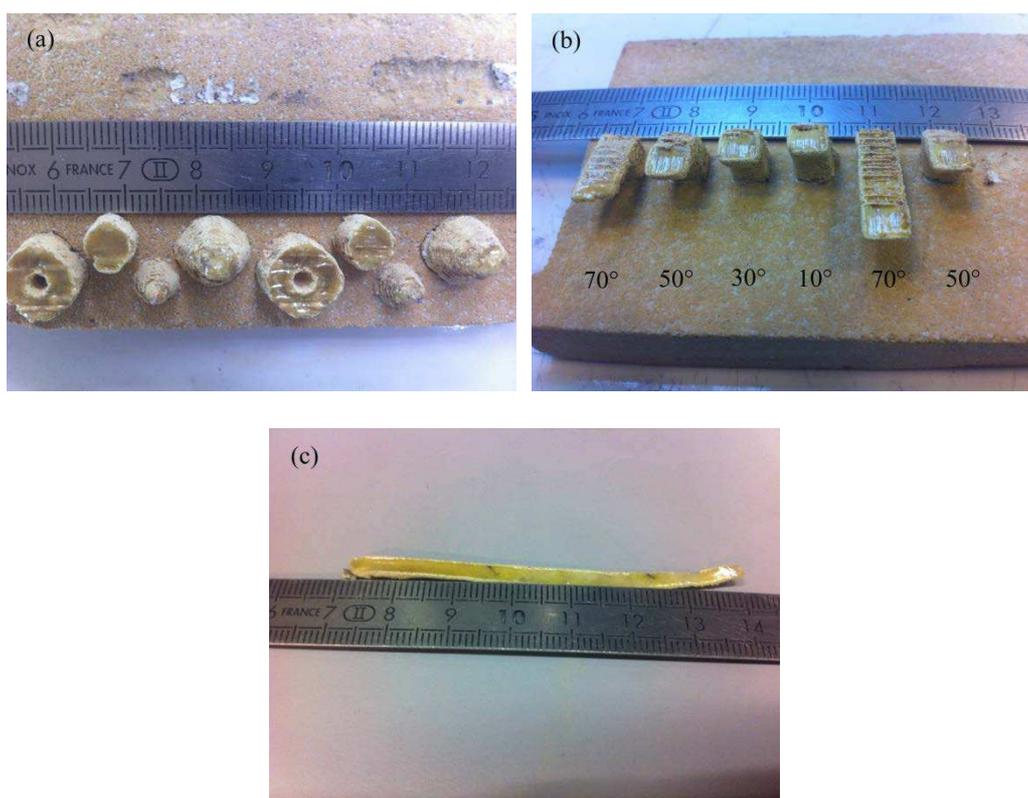


Figure III.35. Photos des échantillons spéciaux : (a) modèle de cône et modèle de colonne, (b) modèles à angles différents 70°, 50°, 60°, 10°, (c) modèle d'échantillon 5 mm × 70 mm × 1 mm

III.7 Etude sur le cordon de seul balayage et sur le mécanisme de fissuration

Sur la microstructure d'échantillon céramique, il y a trois défauts évidents ; l'un des

plus importants est la fissure ordonnée verticale. La génération de fissures ordonnées réduit considérablement les propriétés mécaniques et la densité d'échantillon. Par conséquent, l'analyse de la cause des fissures est nécessaire. Ce chapitre démontre la relation entre la morphologie des fissures et les paramètres du laser, et l'effet des différentes puissances de laser, de l'écart de numérisation, de la taille du point distance et du temps d'exposition sur la génération des fissures ont été analysés.

III.7.1 Paramètres expérimentaux

Selon les paramètres de numérisation (point distance 20 μm /40 μm et temps d'exposition différent), une ligne de balayage de longueur 10 mm a été préparée dans une couche de poudre de 150 μm d'épaisseur, le revêtement de céramique a été choisi en tant que le substrat, parce qu'il est plus facile à couper et polir. Et puis, la surface et la section du cordon peuvent être observées. Dans le même temps, on étudie l'impact de différentes températures de préchauffage (25 °C, 250 °C et 500 °C) sur la morphologie du cordon.

III.7.2 Influence de la température de préchauffage et des différents modes de balayage sur la fusion de cordon

La figure III.36 présente les cordons avec le préchauffage des différentes températures (25 °C, 250 °C et 500 °C) et vitesses de balayage (0,022 m/s, 0,067 m/s et 0,400 m/s). La puissance du laser est de 60 W, les autres paramètres sont identiques.

Lorsque la température de préchauffage est de 25 °C, et la vitesse de balayage est 0,400 m/s, les particules ont partiellement fondu, beaucoup de particules céramiques sont collées au cordon, elles peuvent être facilement enlevées, et la ligne est discontinue. Avec la réduction de la vitesse de balayage à 0,067 m/s, la poudre commence à fondre complètement, et le cordon devient continu dans la zone centrale.

Lorsque la vitesse de balayage est de 0,022 m/s, en raison de l'effet de la tension de surface, la section transversale de cordon prend la forme d'un arc, comme le montre la figure III.40.

Lorsque la température de préchauffage atteint 250 °C et 500 °C, le préchauffage à haute température permet de limiter l'effet de la tension de surface. La largeur du cordon augmente quand la température de préchauffage augmente.

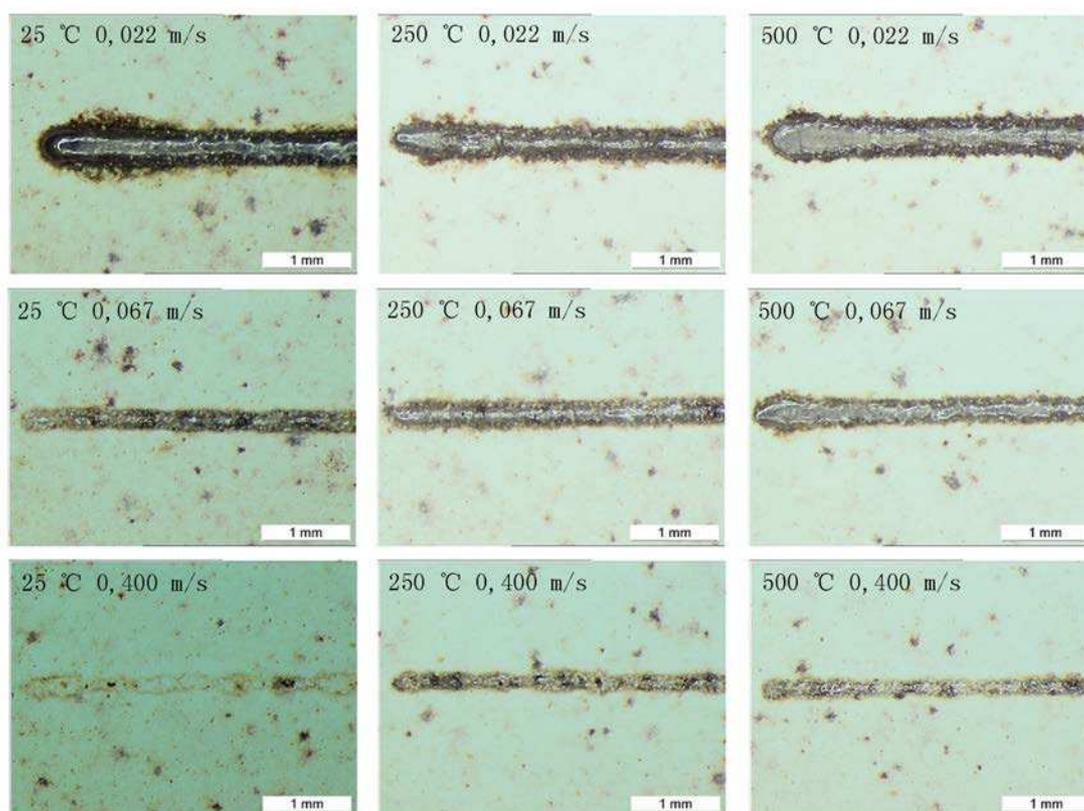


Figure III.36. Cordons fabriqués avec le préchauffage des différentes températures (25 °C, 250 °C et 500 °C) et vitesses de balayage (0,022 m/s, 0,067m/s et 0,400 m/s)

Par comparaison entre le cordon et l'échantillon cubique fait à 250 °C, lorsque la vitesse de balayage est supérieure à 0,067 m/s, la densité d'échantillon est très faible, parce qu'il existe de nombreuses particules non fondues sur deux côtés du cordon. Cela crée un grand nombre de pores à l'intérieur de l'échantillon, et la surface de l'échantillon est très rugueuse. Lorsque la vitesse de balayage est inférieure à 0,033 m/s, la largeur du cordon est supérieure à 200 µm. La déformation de l'échantillon

devient importante. La vitesse de balayage appropriée est de 0,067-0,033 m/s, cela permet d'assurer que les particules sont complètement fondues sur la trace de balayage, et la largeur de la trace est également appropriée. Donc cela ne cause pas de déformation importante.

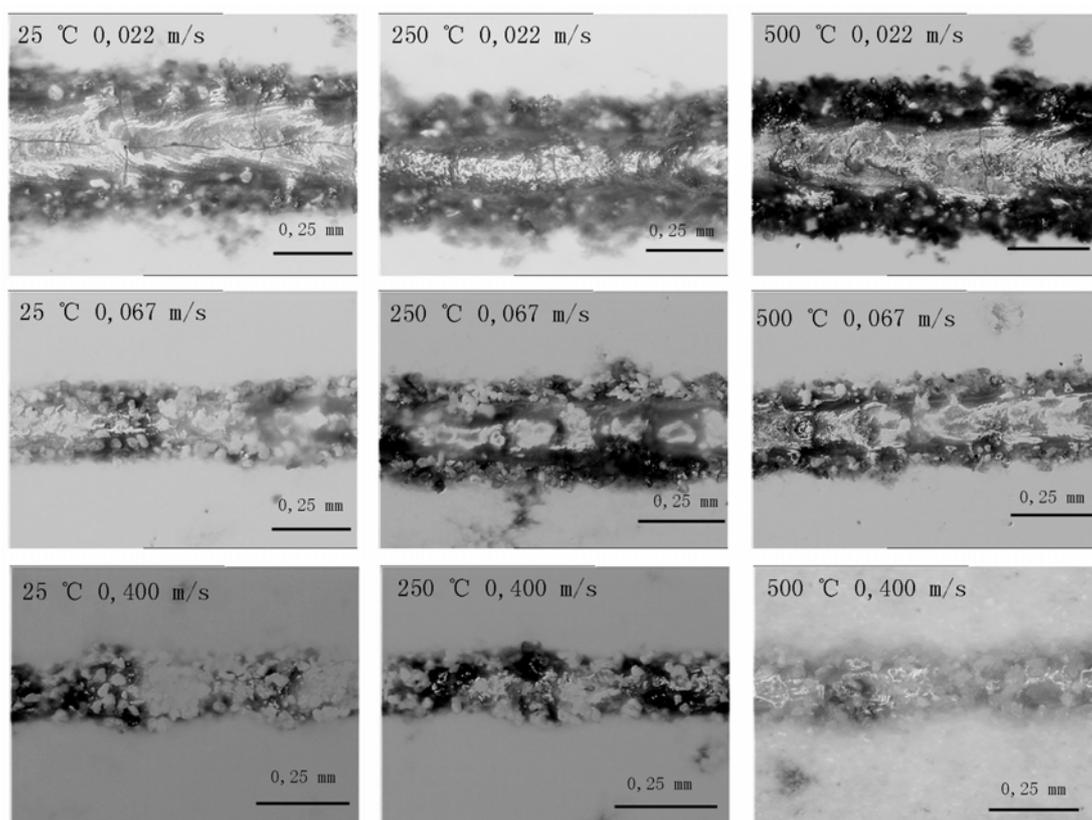


Figure III.37. Photos agrandies des cordons fabriqués avec le préchauffage des différentes températures (25 °C, 250 °C et 500 °C) et vitesses de balayage (0,022 m/s, 0,067 m/s et 0,400 m/s)

La figure III.37 représente la photographie agrandie du cordon. Il peut être observé que la largeur du cordon est de 90 à 300 μm , et la largeur du cordon augmente avec l'augmentation d'énergie du laser. Lorsque la vitesse de balayage est de 0,400 m/s avec le préchauffage 25 °C, les particules céramiques sont collées à la surface de cordon, puis un peu de particules non fusionnées peuvent être observées à l'intérieur du cordon en fusion. Avec la réduction de la vitesse de balayage à 0,022 m/s et le préchauffage 25 °C, la largeur du cordon augmente de 125 μm à 300 μm , les particules

de céramique collées à la surface de cordon sont complètement fondues, et des fissures commencent à apparaître à l'intérieur de la trace. Une fissure continue peut être observée sur la direction de balayage. En comparant les résultats avec préchauffage des différentes températures, l'augmentation de la température de préchauffage peut aider à réduire la génération de fissure continue.

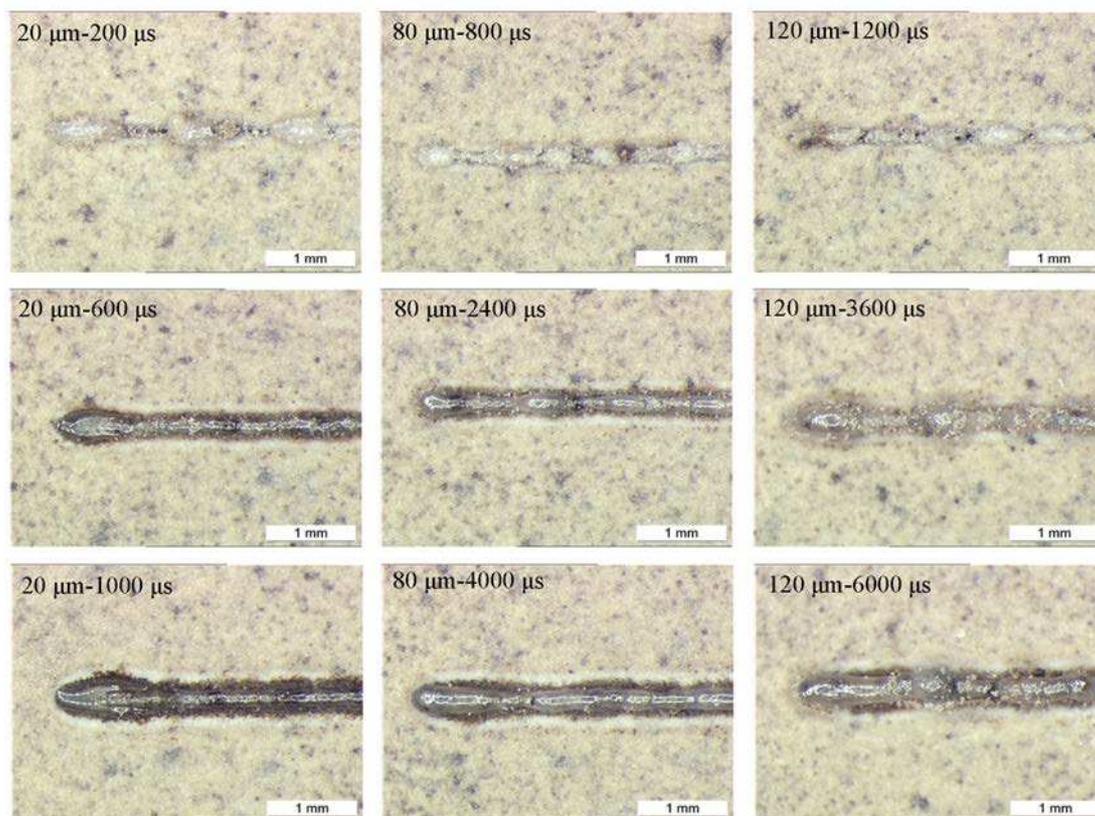


Figure III.38. Cordon fabriqué avec différents points distances et temps d'exposition (même vitesse de balayage) avec le préchauffage 250 °C

La figure III.38 montre la trace de balayage avec un point distance et un temps d'exposition différents, mais la vitesse de balayage et la température de préchauffage à 250 °C sont les mêmes. La figure III.39 est l'image agrandie. La surface de cordon devient rugueuse et discontinue avec l'augmentation du point distance. Par exemple, les cordons avec les paramètres 20 μm-1000 μs, 80 μm-4000 μs et 120 μm-6000 μs. Tout d'abord, pour une même vitesse de balayage, la distribution d'énergie sera plus uniforme si le point distance est plus petit. Le point distance a un grand impact sur la

forme de la trace après solidification. Ensuite, il peut être observé que la largeur de la trace est identique à la même vitesse de balayage. Tous les paramètres (le temps d'exposition et le point distance) peuvent affecter la largeur du cordon. Le point distance le plus petit est donc choisi afin d'obtenir une trace de balayage uniforme pour une même vitesse de balayage.

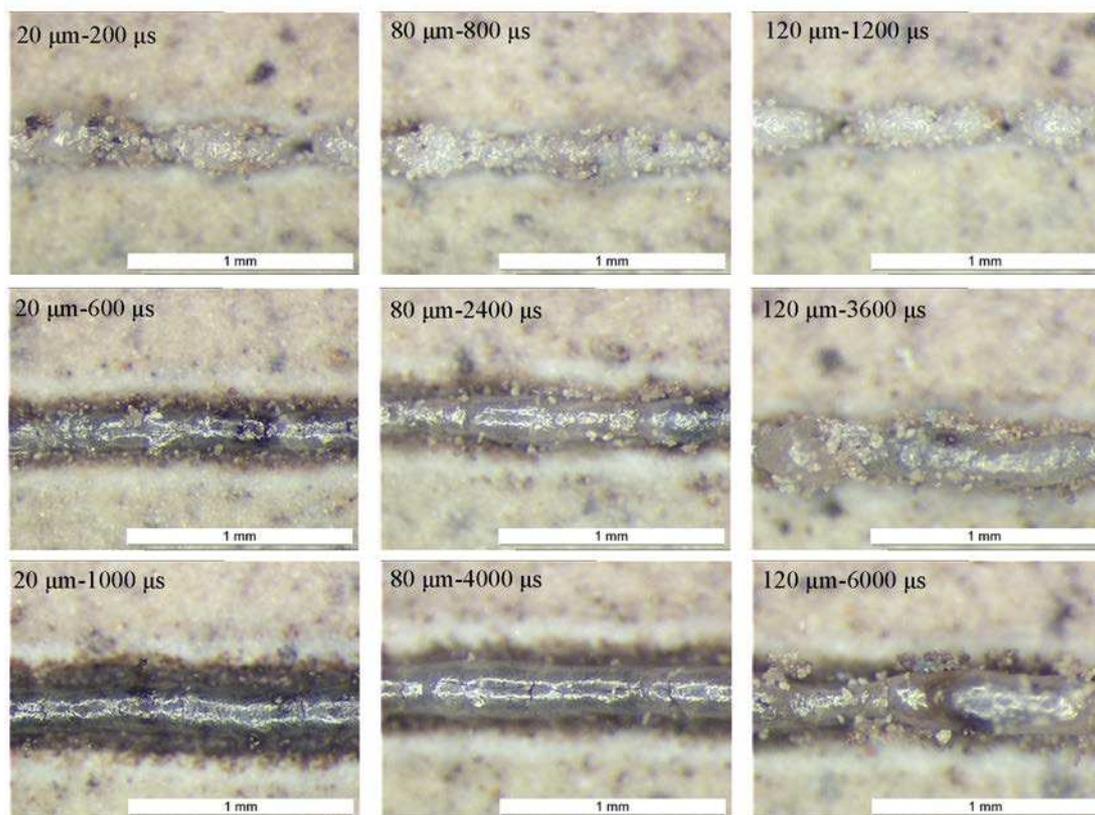


Figure III.39. Microstructure du cordon fabriqué avec des points distances et des temps d'exposition différents (même vitesse de balayage) avec le préchauffage 250 °C

Pour étudier davantage le processus de fusion par laser, la section du cordon a été observée (à partir de la figure III.40). On peut constater que lorsque la vitesse de balayage est supérieure à 0,067 m/s, les traces de balayage sont très petites, avec une largeur de trace inférieure à 100 μm. Et il existe beaucoup de pores irréguliers à l'intérieur de la trace. Avec l'augmentation de l'énergie, la largeur de la zone de fusion atteint 100-250 μm. Dans le même temps, l'effet de pénétration du laser devient également évident. Le laser fond également le revêtement céramique sur le substrat. Le nombre de pores se réduit, mais une fissure verticale apparaît dans la

région centrale.

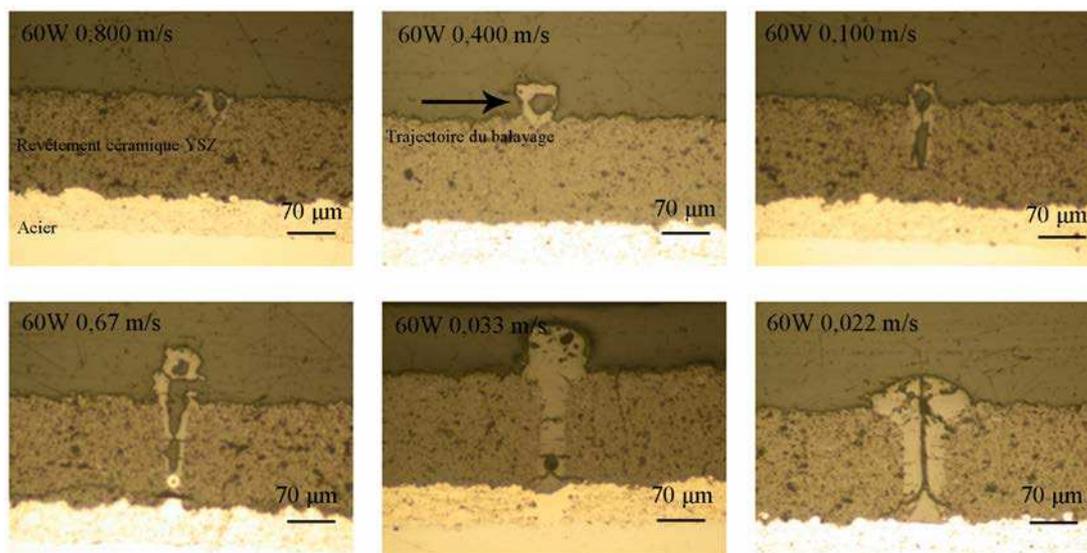


Figure III.40. Section du cordon fait à 60 W avec différentes vitesses de balayage

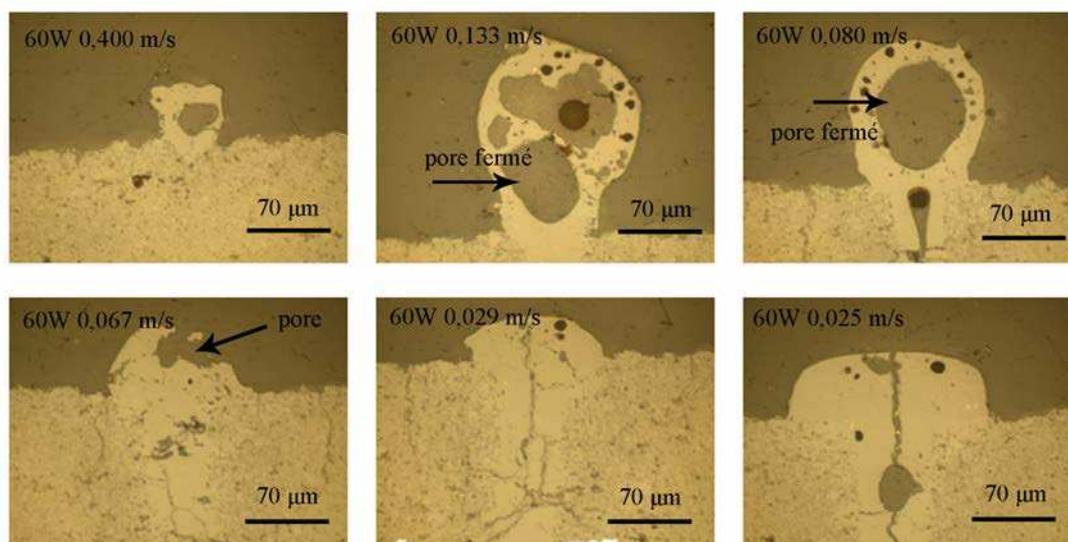


Figure III.41. Microstructure de la section d'un cordon fait à 60 W avec différentes vitesses de balayage

De nombreux pores peuvent être observés à l'intérieur de la trace par l'observation de la figure III.41, parce que l'air interne ne peut pas être évacué pendant la fusion de la céramique. Dans ce cas, les pores sont le défaut principal, et la fissure n'apparaît pas encore. Lorsque la vitesse de balayage diminue, les grands pores vont

progressivement éclater, et un cordon dense sera obtenu. Mais quand l'énergie continue d'augmenter, en raison de la distribution d'énergie de la tache laser conformément à la distribution gaussienne, l'énergie de la zone centrale est plus élevée que celle de la frontière. Lors du processus de refroidissement, la vitesse de refroidissement dans la zone fondue n'est pas la même ; le centre se refroidit moins rapidement que le bord. La solidification se passe d'abord au bord, avec une contraction de volume ; la zone centrale est donc soumise à une force de traction, comme le montre la figure III.42. Ensuite, la région centrale ne peut résister à la tension mécanique : une fissure verticale apparaît dans la région centrale.

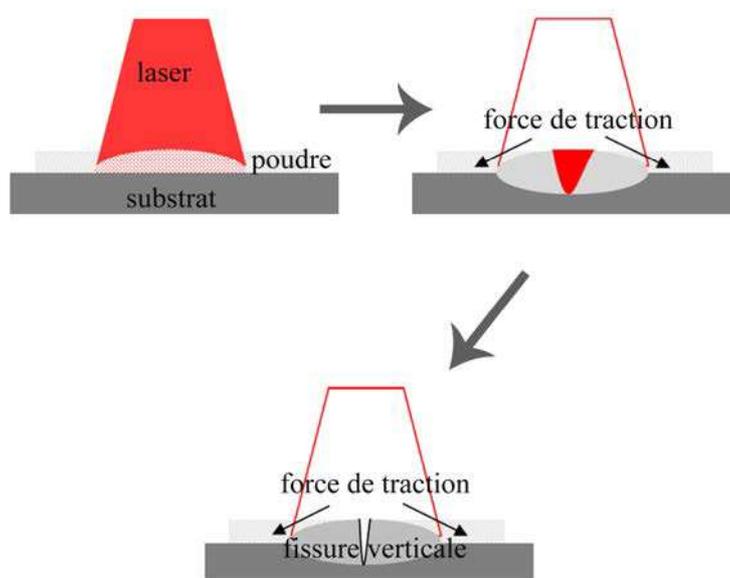


Figure III.42. Schéma de la génération de fissure pendant le refroidissement

La figure III.43 montre le schéma de génération de fissure traversant, parce que les trajectoires de balayage sont dans la même position des différentes couches adjacentes paires ou impaires. Par conséquent, les fissures courtes ordonnées sont facilement reliées entre elles, donc une fissure traversante est observée dans la section verticale de l'échantillon.

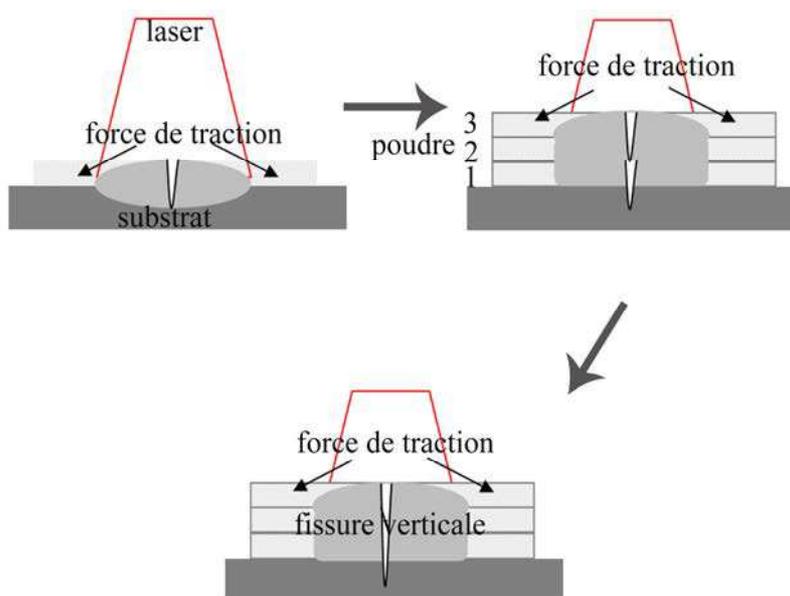


Figure III.43. Schéma de la génération de fissure traversante

III.8 Bilan

Grâce à la recherche sur les différents types de poudre, on a choisi la poudre YSZ comme objet principal d'étude, et engagé les expériences avec des paramètres différents. La poudre YSZ peut être frittée ou fondue sélectivement par le laser. Les principales conclusions sont les suivantes :

- 1, La poudre de céramique YSZ peut être fusionnée par le laser avec une longueur d'onde de $1\ \mu\text{m}$. L'absorption du laser par la poudre est suffisamment élevée pour réaliser une fusion complète de la poudre de céramique.
- 2, La poudre plus fine $22,5\text{-}45\ \mu\text{m}$ permet d'augmenter la densité et la précision de la forme. Les particules plus petites sont plus facilement fondues par le laser. Les pores irréguliers dans l'échantillon seront réduits, et la densité peut effectivement s'améliorer. Enfin, les particules incomplètement fondues collent à la frontière. Ceci affecte directement la précision, et il est clair que les petites particules aident à améliorer la précision.
- 3, Lorsque la puissance du laser est inférieure à $30\ \text{W}$, il ne peut pas fritter la poudre en bloc. Comme la vitesse de diffusion de la chaleur est beaucoup plus grande que la

vitesse d'absorption de l'énergie du laser, la température de la poudre céramique ne peut pas être augmentée à la température de fusion.

4, La fusion et la déformation de l'échantillon est plus sensible à la puissance du laser, avec la même densité d'énergie théorique du laser. Il est plus facile d'optimiser les paramètres de numérisation lorsque la puissance du laser est plus faible.

5, Les pores irréguliers et les fissures verticales/horizontales sont les principales raisons de la réduction de la densité de l'échantillon. Comme le temps de refroidissement est très court, l'air dans les interstices de la poudre céramique ne peut pas complètement s'échapper, ce qui conduit à de petits pores dans l'échantillon. Ensuite, la déformation de la surface de fabrication cause des fissures horizontales. En raison de la non-uniformité de la vitesse de refroidissement, la fissure verticale est conduite facilement dans la zone centrale du passage du laser.

6, La transformation du cristal monoclinique et cubique en cristal tétragonal s'est produite pendant le processus de fabrication.

7, La température de préchauffage de 250 °C peut améliorer la densité relative jusqu'à 88 %, et cela peut réduire efficacement la déformation de l'échantillon.

8, La densité surfacique des fissures augmente lentement pendant la réduction de la vitesse de balayage, puis les fissures dans la section verticale deviennent ordonnées sur la direction verticale.

9, Les paramètres optimisés sont 30 W-0,020 m/s, 60 W- 0,036 m/s et 90W-0,090 m/s avec un point distance de 40 µm, un écart des traces de 40 µm et un préchauffage à 250 °C.

Références bibliographiques du chapitre III:

1. Li, J., H. Liao, and L. Hermansson, Sintering of partially-stabilized zirconia and partially-stabilized zirconia-hydroxyapatite composites by hot isostatic pressing and pressureless sintering. *Biomaterials*, 1996. 17(18): p. 1787-1790.
2. Tang, Y., et al., Direct laser sintering of a silica sand. *Materials and Design*, 2003. 24(8): p. 623-629.
3. Regenfuß, P., R. Ebert, and H. Exner, Laser Micro Sintering-a Versatile Instrument for the Generation of Microparts. *Laser Technik Journal*, 2007. 4(1): p. 26-31.
4. Bertrand, P., et al., Ceramic components manufacturing by selective laser sintering. *Applied Surface Science*, 2007. 254(4): p. 989-992.
5. Shishkovsky, I., et al., Alumina-zirconium ceramics synthesis by selective laser sintering/melting. *Applied Surface Science*, 2007. 254(4): p. 966-970.
6. Yves-Christian, H., et al., Net shaped high performance oxide ceramic parts by selective laser melting. *Physics Procedia*, 2010. 5, Part B(0): p. 587-594.
7. Hagedorn, Y., et al., Additive Manufacturing of Ceramic Parts by Selective Laser Melting, in *Additive Manufacturing International Conference 2010*. 2010: Loughborough.
8. Yilbas, B.S., S.S. Akhtar, and C. Karatas, Laser controlled melting of pre-treated zirconia surface. *Applied Surface Science*, 2011. 257(15): p. 6912-6918.
9. COLOMBAN, P., *Imagerie Raman de matériaux et dispositifs hétérogènes*. *Techniques de l'ingénieur*, 2002: p. 2865.
10. Piconi, C. and G. Maccauro, Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*, 1999. 20(1): p. 1-25.

CHAPITRE IV

Préchauffage à haute température et analyse de fissure

CHAPITRE IV Préchauffage à haute température et analyse de fissure

Afin d'améliorer encore la densité et de réduire la génération de fissures, on tente d'augmenter encore la température de préchauffage du lit de poudre jusqu'à 1500 °C, 2000 °C et 2500 °C. Le chauffage du lit de poudre est réalisé par un autre laser, Nd-YAG CHEVAL, de puissance forte. Le diamètre de la zone de préchauffage est d'environ 10 mm et le procédé SLM doit être effectué dans cette région, car une température si élevée limite la taille de la région de fabrication. En même temps, on a choisi une poudre de céramique plus fine. Cette poudre est un mélange de deux poudres. Les tailles des particules des deux poudres sont 9-22,5 μm (20% en masse) et 22,5-45 μm (80% en masse).

IV.1. Paramètres d'essai

Afin d'améliorer le processus d'étalement de la poudre, on a utilisé un mélange de deux poudres des tailles différentes, en profitant de la meilleure absorption du laser par la poudre fine et de la meilleure coulabilité de la grosse poudre. Après quelques essais préliminaires d'étalement de la poudre, un mélange de poudres aux particules de diamètre de 9 à 22,5 μm (20% en masse) et de 22,5 à 45 μm (80% en masse) a été respectivement choisi. En raison de l'attraction électrostatique, les poudres plus fines adhèrent au dispositif de raclage, donc elles ne peuvent pas être étalées sur le support. On a essayé d'améliorer la fluidité de la poudre en mélangeant la grosse poudre avec un rapport différent. Lorsque le pourcentage de poudre fine est supérieur à 20 %, la coulabilité devient très pauvre pour descendre depuis la trémie de poudre. D'autre part, la poudre fine dans le mélange de poudre peut réduire la taille moyenne des particules et remplir des vides entre grandes particules. Théoriquement, cela peut augmenter la densité apparente du mélange de poudre, qui est propice à améliorer la densité d'échantillon.

Tableau IV.1. Principaux paramètres expérimentaux

Paramètre	
Laser	proche IR Fibre Laser
Puissance (W)	30, 60, 90
Composition	zircone 93% +yttrine 7%
Diamètre du spot laser (μm)	34
Point distance (μm)	20
Écart de numérisation (μm)	20
Épaisseur de la couche de poudre (μm)	150
Diamètre des particules (μm)	9-45
Environnement	air
Température du substrat ($^{\circ}\text{C}$)	1500-2500
Substrat	Plaque de céramique

Tableau IV.2. Principaux paramètres du laser Nd-YAG CHEVAL

Paramètre	
Laser	Laser Nd-YAG CHEVAL
Puissance moyenne maximale (W)	1100
Longueur d'onde (nm)	1060-1100
Fréquence laser (Hz)	< 200
Durée des impulsions (ms)	2 (0,5-10)
Puissance lumineuse d'une impulsion (W)	500-20000
Énergie d'une impulsion (J)	120
Puissance crête maximale (KW)	20
Diamètre du spot laser (mm)	10

En raison de la haute température de préchauffage du lit de poudre, le substrat de

revêtement en céramique YSZ est incapable de résister à la température élevée de 2500 °C, donc une plaque en céramique mullite a été utilisée comme substrat. Les principaux paramètres des expériences figurent dans le tableau IV.1 et le tableau IV.2.

IV.2 Méthode de préchauffage par laser Nd-YAG CHEVAL à haute puissance

Afin d'obtenir une température localement élevée jusqu'à 2500 °C, après raclage mécanique, le laser Nd-YAG CHEVAL de haute puissance a été utilisé en tant que procédé de préchauffage. Lors du chauffage, une caméra thermique est utilisée pour suivre en temps réel la température. Lorsque la température de la poudre atteint 2500 °C, laser SLM balaie et fusionne la poudre. Quand le balayage se termine, les deux faisceaux laser s'arrêtent au même moment, et une nouvelle couche de poudre est appliquée sur la couche précédente. La figure IV.1 présente le schéma du préchauffage à haute température par le laser CHEVAL. Pendant la fabrication, la température de l'échantillon est surveillée par la caméra thermique ThermoCAM SC 3000. La camera est un système haute vitesse QWIP d'imagerie thermique pour analyses thermiques de pointe. La figure IV.2 montre tous les équipements du procédé. La trémie de poudre traverse le faisceau laser de préchauffage pendant le raclage de la poudre, et afin d'éviter le chauffage de la trémie, il est nécessaire d'arrêter les deux faisceaux laser. Le processus SLM et préchauffage est commandé manuellement pour intercaler l'étalement de la poudre et le préchauffage/fusion laser.

La figure IV.2 montre la configuration de préchauffage par le laser Nd-YAG CHEVAL de grande puissance. Il comprend trois unités de commande : cf. figure IV.2 (a), contrôleur de laser Nd-YAG CHEVAL, contrôleur de machine SLM et de caméra thermique. La figure IV.2 (b) montre la camera thermique dans la cabine de fabrication qui a été utilisée pour la surveillance en temps réel de la température de surface pendant la fabrication.

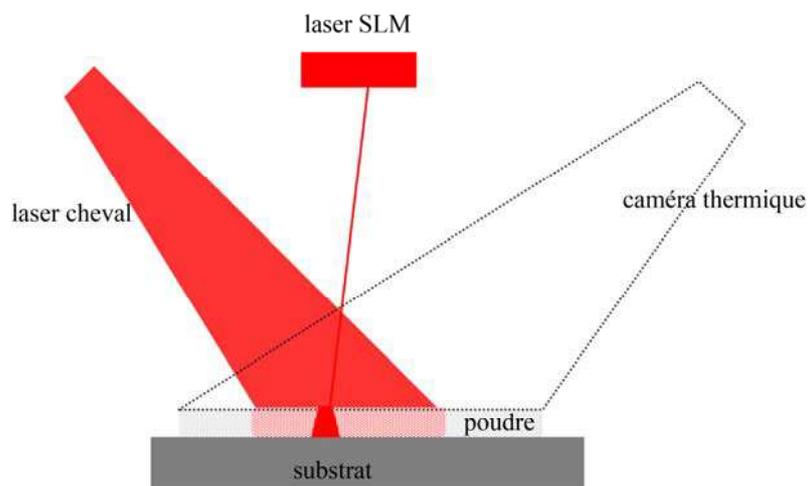


Figure IV. 1. Schéma du préchauffage par laser CHEVAL



Figure IV.2. Processus de préchauffage par laser Nd-YAG CHEVAL de grande puissance, (a) l'unité de commande, (b) et (d) l'atelier de fabrication, (c) laser Nd-YAG CHEVAL

Lorsque la température de préchauffage atteint la température réglée, le laser SLM va lancer la numérisation. La figure IV.2 (c) présente la source d'émission du laser Nd-YAG CHEVAL, la lumière laser transmise par la fibre à la zone de travail. La figure IV.2 (d) montre la tête laser de préchauffage ; la distance entre le point focal et la tête laser est d'environ 25 cm, l'angle d'incidence est 60 degrés.

IV.3 Evolution de la température de l'échantillon au cours de fabrication

IV.3.1 Température de surface de l'échantillon sans préchauffage

Pour faciliter la compréhension de l'effet de chauffage, une étude de la température dans la zone de fabrication en fonction des conditions du laser SLM a été effectuée. La courbe de la figure IV.3 montre la température de la zone de fabrication avec un laser SLM de 60 W sans préchauffage, en fonction du temps. Le temps de fusion d'une couche de poudre par le laser est d'environ 6 s. La température de la surface peut être augmentée jusqu'à 1000 °C, et la poudre est complètement fondue aussi. La mesure de la température était sur la surface entière d'échantillon pendant la fabrication, mais le diamètre du point focal laser de SLM n'est que de 40 μm , la température mesurée dans cette condition est la moyenne de cette zone, elle ne représente pas donc la température réelle du point focal laser. Lorsque la numérisation du laser est terminée, le temps de refroidissement n'est que 4 s. Le processus d'augmentation de la température jusqu'à 1000 °C (la zone verte dans la figure IV.3) prend seulement 2 s, ensuite la température se stabilise. Donc, l'état de fusion dans les deux premières secondes est relativement mauvais. La densité relative à la région frontière initiale est plus faible que celle d'autres régions. En outre, le procédé de chauffage affecte directement la précision de forme et la morphologie sectionnelles. Le préchauffage de la poudre peut raccourcir ce processus, parce que la température initiale n'est pas la température ambiante, et la température peut être portée au point

de fusion plus rapidement avec la même vitesse de balayage.

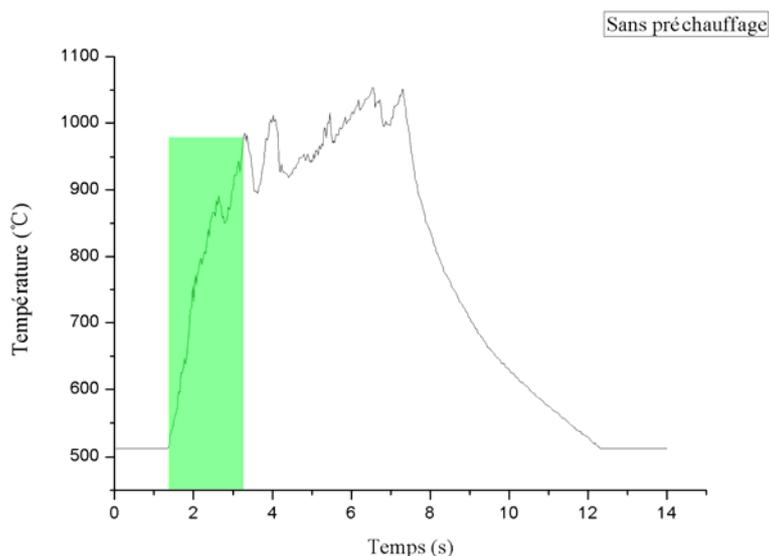


Figure IV.3. Température de la surface de l'échantillon en fonction de temps pendant le processus de numérisation sans préchauffage

La figure IV.4 (a) présente les températures moyennes d'échantillons fabriqués sans préchauffage avec les différentes puissances du laser SLM (30W, 60W et 90W) en fonction de la densité d'énergie. Le point distance et l'écart de numérisation sont de 20 μm , et les autres paramètres restent inchangés. La température de l'échantillon augmente avec la densité d'énergie du laser. Ensuite, par comparaison des résultats obtenus à différentes puissances de laser, lorsque la puissance du laser est relativement plus grande dans les mêmes densités d'énergie théorique, la température de l'échantillon sera plus élevée. Cela montre que la grande puissance du laser est propice à l'augmentation de la température. La température mesurée par la caméra thermique est la valeur moyenne de la surface, la grande puissance peut raccourcir le temps de fabrication et réduire le processus de refroidissement, donc l'influence du refroidissement sur la température moyenne est faible et la température atteint la valeur la plus élevée. Par exemple, lorsque la puissance du laser est de 30 W et la densité d'énergie est de $6,0 \times 10^7 \text{ J/m}^2$, le temps de balayage pour chaque couche est d'environ 50 s, ce qui est plus long que le temps de fabrication de l'échantillon avec la puissance 60 W et 90 W.

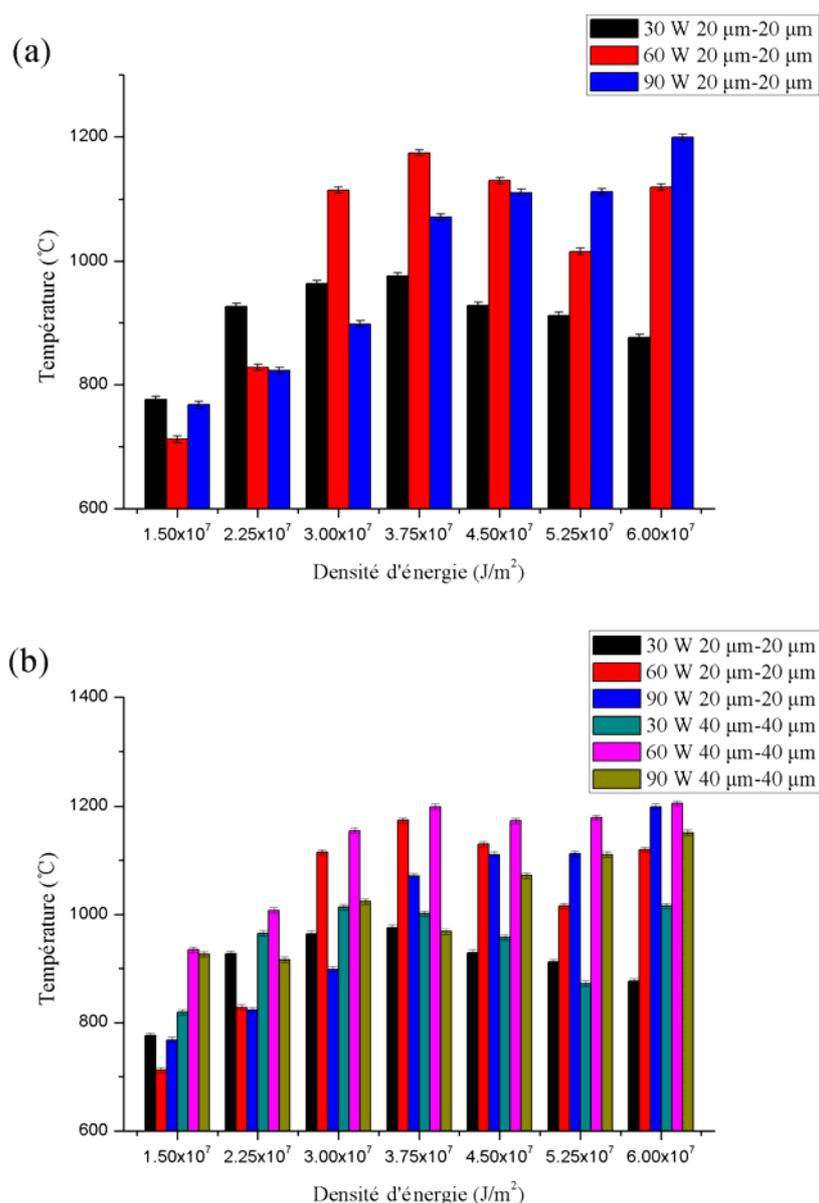


Figure IV.4. Relation entre la température de l'échantillon sans préchauffage et la densité d'énergie, (a) puissances (30 W, 60 W et 90 W), (b) points distance et écarts de numérisation (20 µm-20 µm, 40 µm-40 µm) différents

Notamment, pendant la fabrication avec la puissance 30 W/60 W, la figure IV.4 (a) montre que la température atteint la valeur maximale constante lorsque la densité d'énergie est supérieure à 3×10^7 - $3,75 \times 10^7$ J/m²/ $3,75 \times 10^7$ - $4,50 \times 10^7$ J/m². Alors, la température ne continue pas à augmenter avec l'augmentation de la densité d'énergie. Car l'augmentation du temps de refroidissement accroît la perte de chaleur,

ensuite, si l'apport de chaleur est égal à la vitesse de refroidissement, la température atteint une valeur maximale constante.

La figure IV.4 (b) présente la relation entre la température et la densité d'énergie avec des puissances (30 W, 60 W et 90 W), points distance (20 μm et 40 μm) et écart de numérisation (20 μm et 40 μm) différents. En comparant les résultats d'échantillon avec différents points distance, avec la même densité d'énergie, un grand point distance et une vitesse de balayage lente contribuent à améliorer la température. Cela montre qu'une durée d'exposition longue est propice à l'augmentation de la température. Dans le cas de la même densité d'énergie théorique, une grande puissance du laser et un long temps d'exposition peuvent réduire l'effet de refroidissement, et la température mesurée sera légèrement plus élevée.

IV.3.2 Température de surface d'échantillon avec préchauffage à différentes hautes températures

La figure IV.5 montre la température de surface de l'échantillon en fonction du temps avec le préchauffage des différentes températures (a) 1500 °C, (b) 2000 °C et (c) 2500 °C. La courbe dans la figure IV.5 (a) comprend trois processus répétés. Les zones jaunes indiquent le processus de préchauffage du laser Nd-YAG CHEVAL. Selon les paramètres du laser, la température peut atteindre la valeur prédéterminée après environ 17 à 27 s. La zone rouge est le processus de fusion de la poudre par laser SLM. Les autres zones représentent le raclage de la nouvelle poudre. Dans le processus de refroidissement, les deux lasers sont arrêtés en même temps. La température de la surface de l'échantillon passe en dessous de 600 °C après 20 à 30 s.

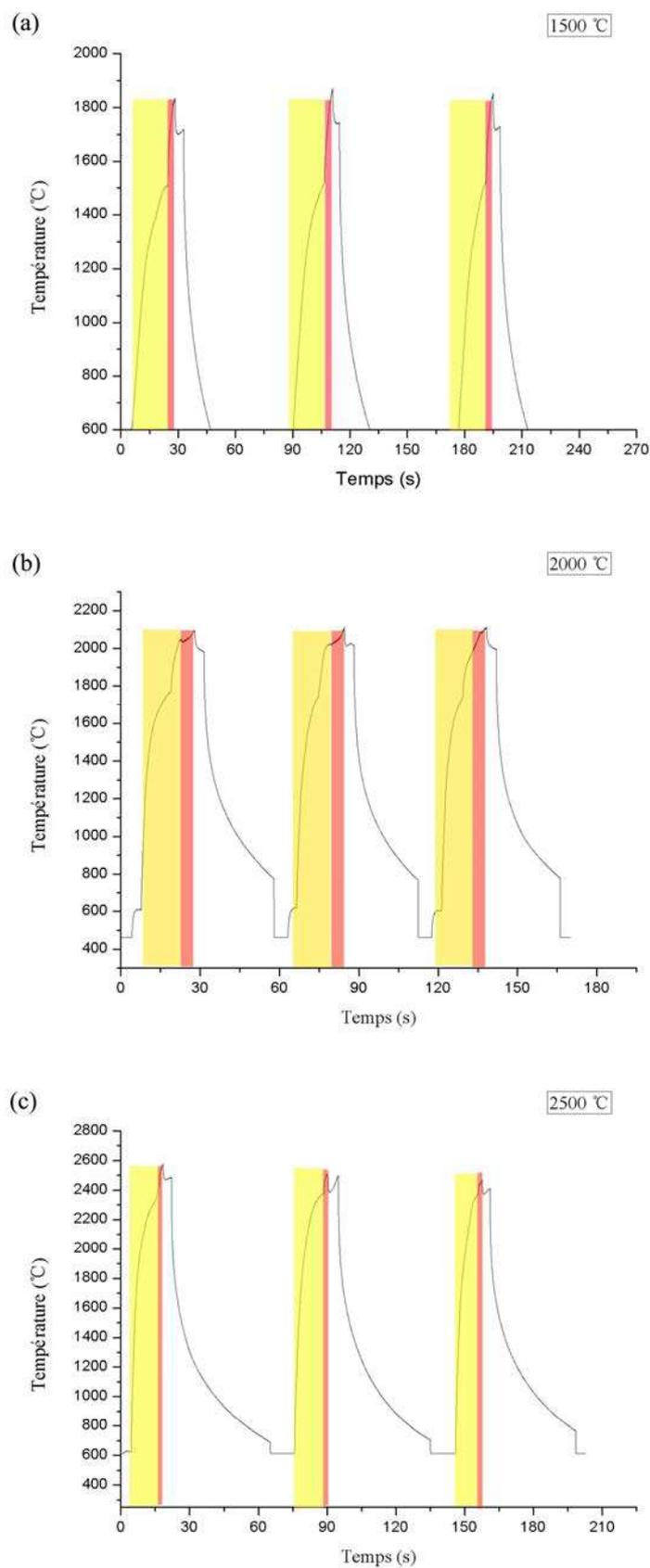


Figure IV.5. Température de surface de l'échantillon en fonction du temps avec différentes températures de préchauffage (a) 1500 °C (b) 2000 °C et (c) 2500 °C

Pendant le processus de balayage par laser indiqué sur la zone rouge de la figure IV.5 (a), la température de l'échantillon augmente rapidement jusqu'à 1800 °C à partir de la température de préchauffage de 1500 °C indiquée dans la zone jaune. Mais dans ce cas, la poudre est déjà complètement fondue, parce qu'il s'agit de la température moyenne de la surface de l'échantillon. Selon l'état de fusion de la poudre, la température de la poudre a déjà atteint le point de fusion dans la zone de fabrication. Pour le préchauffage à 2000 °C et 2500 °C, le balayage du laser SLM augmente seulement la température de l'échantillon d'environ 100 °C, car le préchauffage à température plus haute réduit considérablement l'apport d'énergie du laser SLM.

Le tableau IV.3 montre la relation entre la température de préchauffage et la puissance du laser Nd-YAG CHEVAL. Le processus de préchauffage du laser prend 17 à 27 s. La distribution d'énergie gaussienne de la tache laser conduit au choix d'une relativement faible puissance du laser, car les poudres dans le centre focal du laser risquent d'être fusionnées par le laser de préchauffage. Par exemple, après la procédure de préchauffage de 30 s avec une puissance du laser de 510 W, la poudre dans la zone centrale de la tache laser a été fondue, mais la température de la poudre à la frontière n'a pas atteint le point de fusion. Par conséquent, après 30 s de préchauffage, la température maximale de la poudre ne doit pas dépasser la température de consigne ou de point de fusion.

Tableau IV.3. La relation entre la température et la puissance de sortie

Température de préchauffage (°C)	1500	2000	2500
Puissance moyenne mesurée (W)	277	406	510

IV.4 Morphologies d'échantillons fabriqués avec le préchauffage des hautes températures

La figure IV.6 montre les photos des échantillons faits à 60 W avec les différentes températures de préchauffage : 1500 °C, 2000 °C et 2500 °C. La figure IV.6 (a) (c) (e) présente des échantillons en cours de fabrication, le substrat céramique est fixé à la plateforme. La poudre autour de l'échantillon est faiblement frittée ensemble à la température de préchauffage 1500 °C. Après la fabrication, la poudre entourant la zone peut être facilement enlevée. L'échantillon cubique est au centre de la zone de préchauffage. Sa forme est en très bon état, et la surface est lisse. L'avantage le plus évident est ce qu'il n'y a plus de petites taches noires par rapport aux échantillons fabriqués sans préchauffage.

La poudre à la zone de préchauffage de 2500 °C est collée facilement à la frontière de l'échantillon. La figure IV.6 (e) indique que les particules sont préfrittées ensemble par le préchauffage à haute température. La figure IV.6 (b) (d) (f) montre que la poudre est fondue complètement et la surface est lisse, et les particules sphéroïdales observées en l'absence de préchauffage ne sont pas constatées à la surface ; cela est propice au raclage de la poudre. La nouvelle couche de poudre peut être distribuée uniformément dans la zone de travail, ce qui permet d'éviter une hausse trop élevée de la température localement et de réduire la déformation. Pour le substrat en céramique, sa surface n'est pas fondue ni endommagée pendant le préchauffage.

Cette méthode de fabrication contient deux étapes : 1, le préchauffage de la poudre céramique à haute température. Dans cette étape, la poudre est légèrement frittée. Lors du balayage par laser SLM, l'effet de frittage de la poudre évite le soufflage de la poudre près de le point focal par le plasma formé, dû au laser SLM. En même temps, cela permet de réduire efficacement la densité d'énergie apportée par le laser SLM, ce qui contribue à réduire la possibilité de formation du plasma. 2, le processus de numérisation par laser SLM à faible densité d'énergie. La poudre est facilement fondue par le laser SLM, puisqu'elle a été préchauffée à une température proche du

point de fusion.

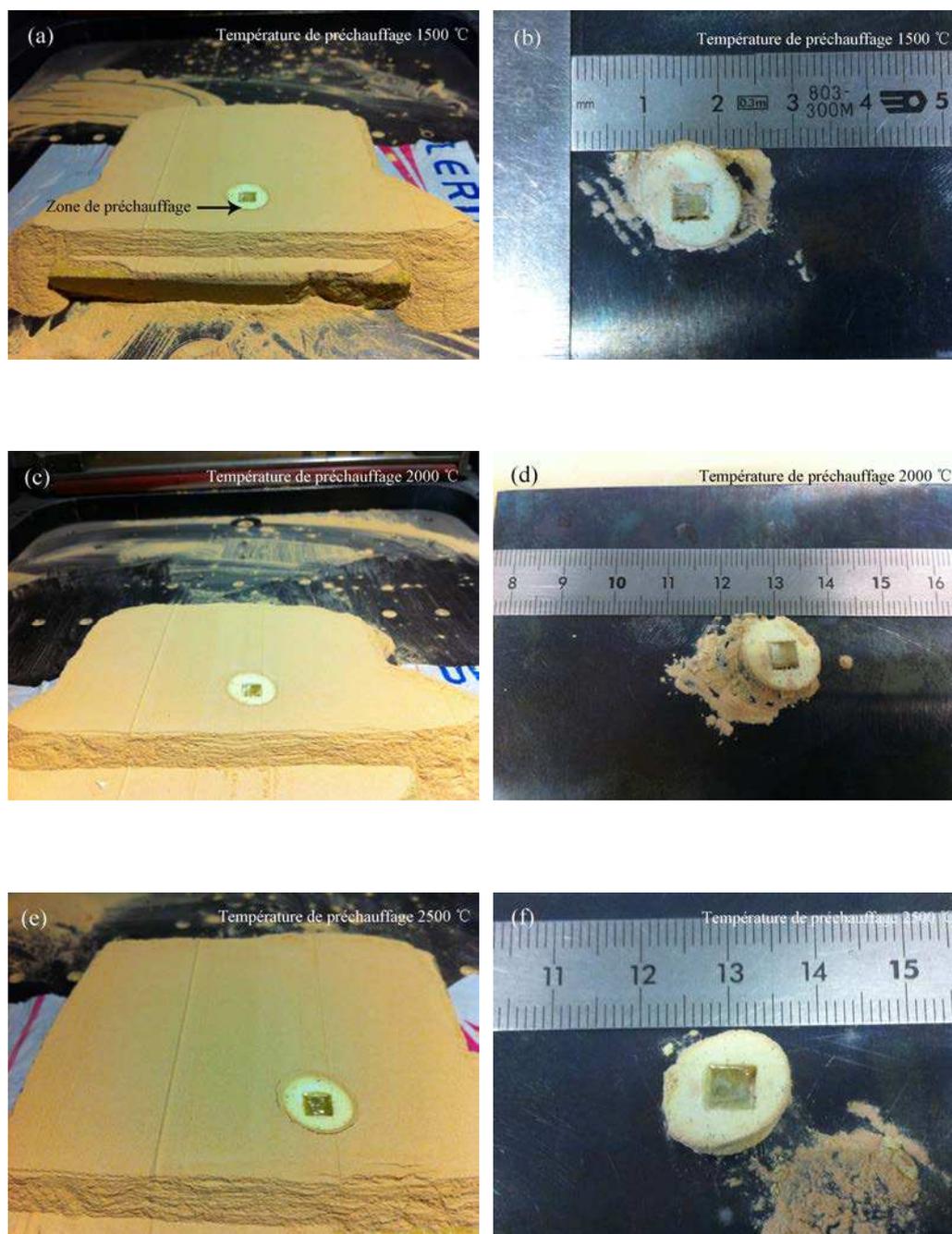


Figure IV.6. Photos des échantillons faits à 60 W avec les différentes températures de préchauffage : (a) (b) 1500 °C, (c) (d) 2000 °C et (e) (f) 2500 °C

La figure IV.7 montre des échantillons fabriqués selon les différentes puissances (30 W, 60 W et 90 W) et températures de préchauffage (1500 °C, 2000 °C, 2500 °C). Ils présentent une bonne précision de forme. L'échantillon (60 W-2500 °C et 90

W-2500 °C) fusionné excessivement est présent dans la figure IV.7 (h) (i), et des traces de balayage évidentes sont observées sur la surface rugueuse. Le préchauffage à une température de 2500 °C provoque un collage de la poudre sur le côté vertical, comme montré sur la figure IV.7 (i), qui a affecté la précision de la forme.

Du fait de la limite de la gamme de températures de la caméra thermique ThermoCAM SC 3000, une température inférieure à 600 °C ne peut pas être mesurée. Bien que la température réduite à partir du point de fusion jusque au 600 °C, cela n'a pas conduit à une grande déformation de l'échantillon, parce que la température de l'échantillon et celle de la poudre l'entourant sont simultanément diminuées. Donc il n'y a pas de grande différence de température entre la zone de fusion et la zone de préchauffage. Ainsi, le préchauffage à haute température peut réduire la déformation de l'échantillon.

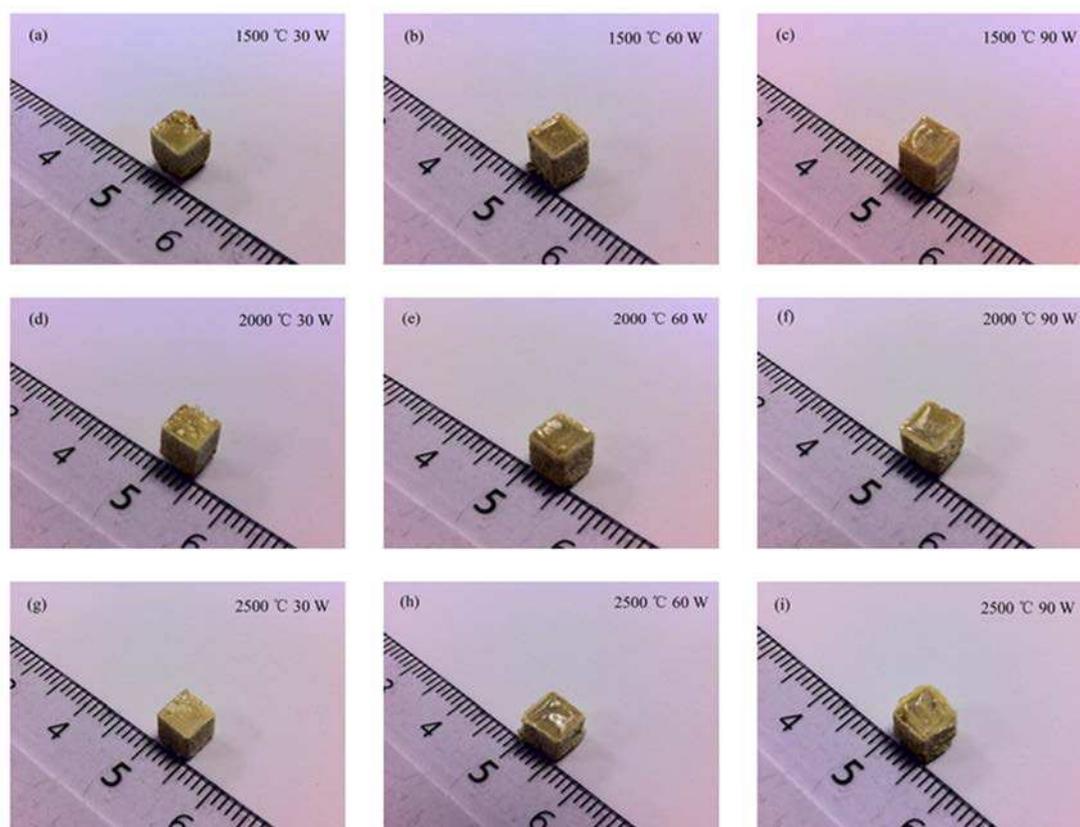


Figure IV.7. Echantillon cubique avec différentes températures de préchauffage (1500 °C, 2000 °C et 2500 °C) et puissance de laser (30 W, 60 W et 90 W)

IV.5 Analyse de microstructure

La figure IV.8 présente les microstructures d'échantillons faits à 60 W avec différentes températures de préchauffage. Un grand nombre de fissures existent toujours dans la section des échantillons. Lorsque la température de préchauffage augmente, le changement le plus évident est la distribution et la morphologie de fissure. Les fissures verticales deviennent désordonnées et courtes, parce que la densité d'énergie du laser SLM est plus faible avec une haute température de préchauffage ; la faible densité de l'énergie laser peut favoriser une distribution d'énergie plus uniforme. La transmission du laser se réduira aussi si l'apport d'énergie est relativement faible. Et puis parce que les fissures ne se propagent pas entre les couches dans cette condition, les fissures verticales deviennent donc désordonnées et courtes.

Le laser avec une haute énergie provoque de génération des fissures ordonnées. Lorsque la température de préchauffage est beaucoup plus faible que le point de fusion de la céramique, la plupart de l'énergie nécessaire pour la fusion de la poudre céramique provient du laser SLM. Dans ce cas, la différence de température entre la zone fusionnée et le substrat/la poudre entourant augmente, et le refroidissement dans la zone fusionnée ne sera plus homogène. Comme le montre la figure III.42, elle conduira à la formation de fissures. Ensuite, l'augmentation de la puissance et la durée d'exposition conduit à accroître la non-uniformité de la distribution d'énergie dans une tache laser. Le laser réchauffe également la céramique solidifiée dans la couche précédente. Ensuite les fissures verticales sont reliées entre deux couches, comme l'indique la figure III.43 ; les fissures ordonnées sont donc observées dans la section. Inversement, si la température de préchauffage est très proche du point de fusion de la céramique, l'énergie nécessaire pour la fusion de la poudre devient plus faible, et la plupart de l'énergie est absorbée par la surface de céramique. En outre, le préchauffage à haute température promeut l'homogénéité de refroidissement de la zone fusionnée et la réduction la possibilité de la connexion de fissures verticales ordonnées.

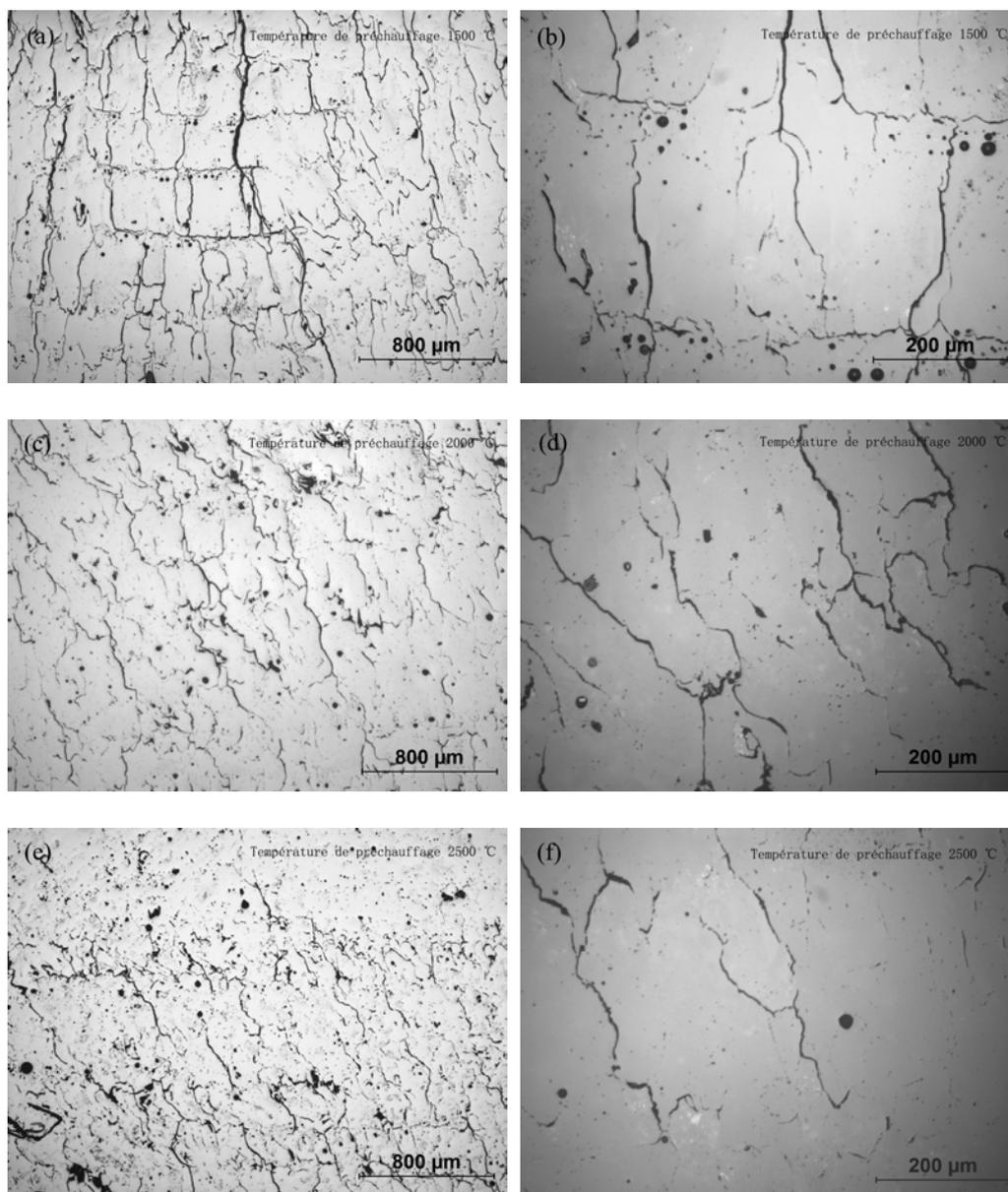


Figure IV.8. Microstructure d'échantillon fait à 60 W avec le préchauffage des différentes températures, (a) (b) 1500 °C, (c) (d) 2000 °C, (e) (f) 2500 °C

La figure IV.9 montre la poudre préchauffée à 2000 °C. Certaines parties des particules ont été frittées ensemble faiblement, mais la forme des particules n'a pas changé. L'échantillon est intégré dans la zone préchauffée. Il existe plusieurs pores circulaires dans la zone de frontière, le diamètre des pores est de 20-100 μm. La vitesse de refroidissement rapide dans la frontière empêche l'échappement de l'air dans le bain de fusion et ceci provoque des pores ronds. La largeur de cette région est

d'environ 100-200 μm . Grâce à la température de préchauffage de 1500-2500 $^{\circ}\text{C}$, l'apport d'énergie du laser SLM faible implique un faible gradient de température entre la zone fondue et la région de la poudre. La diffusion de chaleur sera donc relativement faible.

Selon l'étude récente du laboratoire de l'Institut Fraunhofer pour la technologie laser ILT en Allemagne, la rugosité de l'échantillon de $\text{ZrO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ fabriqué par SLM est d'environ 150 μm . et la rugosité de l'échantillon céramique fabriqué par la méthode traditionnelle est 50 μm . Dans notre étude, la surface de l'échantillon est lisse. Après la mesure par profilomètre 3D, la rugosité de la surface d'échantillon et de côté s'élève à environ 55 μm et 154 μm .

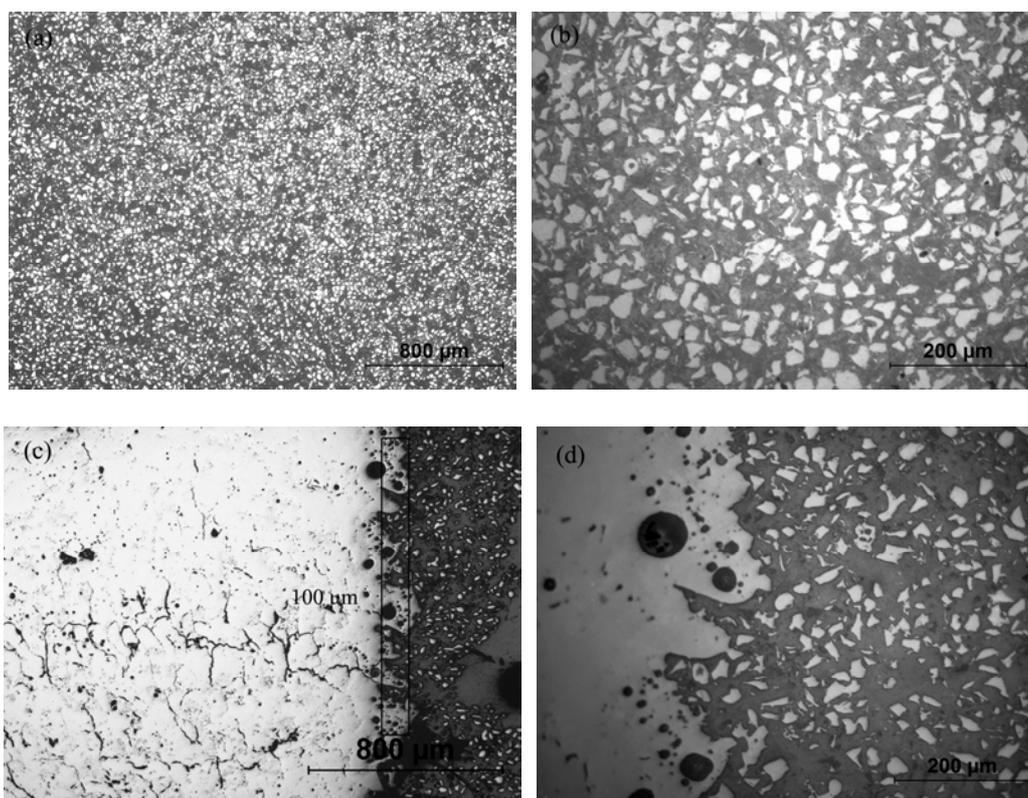


Figure IV.9. (a) (b) microstructure de la poudre préchauffée à 2000 $^{\circ}\text{C}$, (e) (f) frontière de l'échantillon

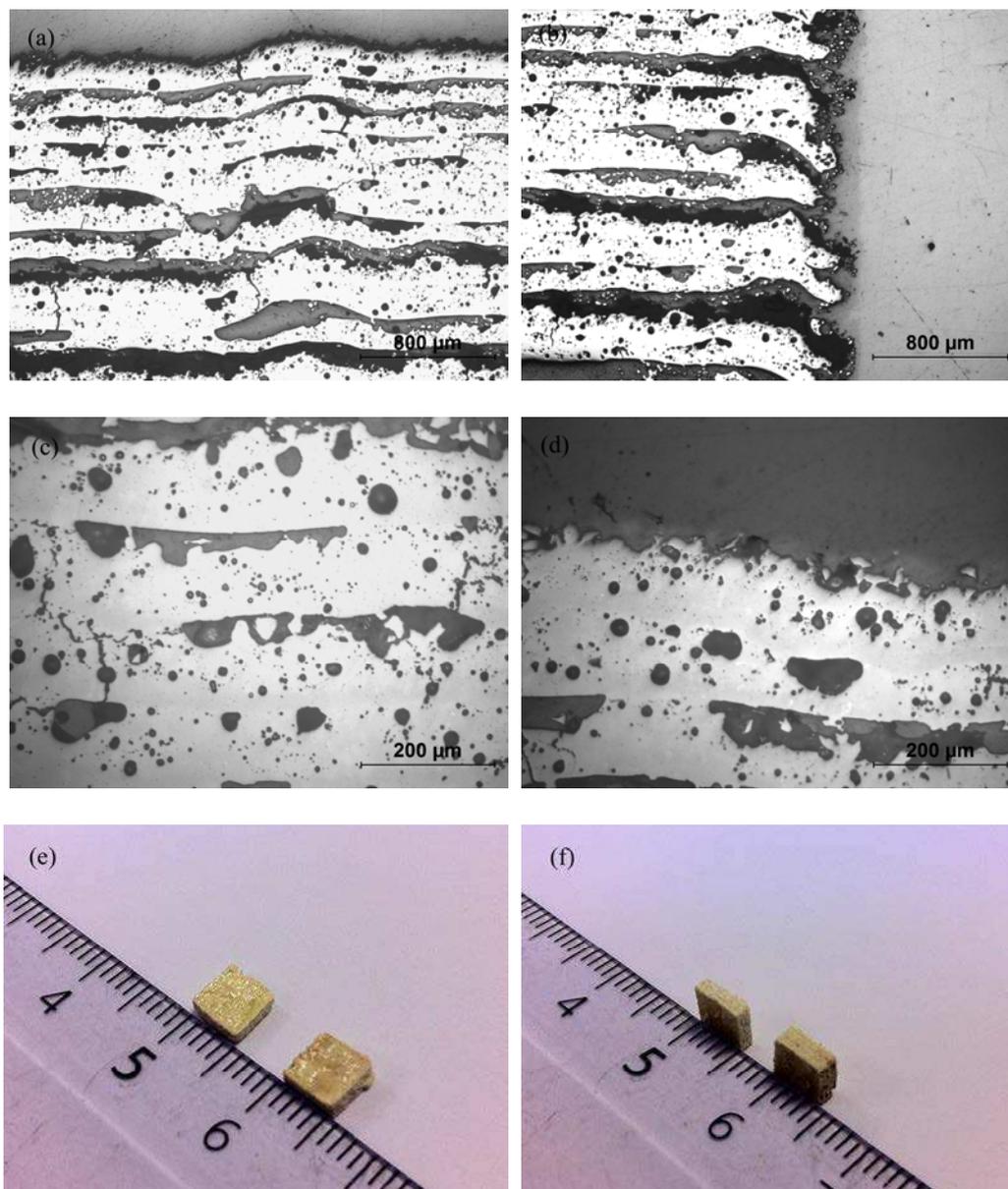


Figure IV.10. (a) (b) (c) (d) : microstructures sectionnelles d'échantillon fabriqué par laser de densité d'énergie faible (puissance 30 W et vitesse de balayage 4 m/s) avec préchauffage à 2500 °C, (e) (f) : photo de la surface et du côté de l'échantillon fait à 30 W et la vitesse de balayage 4 m/s, avec préchauffage à 2500 °C

Si la vitesse de balayage du laser SLM est relativement rapide, par exemple avec un échantillon fait à 30 W et une vitesse de balayage à 4 m/s tel que montré dans la figure IV.10, l'adhérence entre les couches est faible, il existe de grands pores entre les couches et la surface d'échantillon est rugueuse. Mais la précision de forme est relativement bonne. La fissure ordonnée verticalement n'existe plus dans ce cas. De

nombreux trous ronds existent dans chaque couche. Cette microstructure indique que le laser a fusionné une seule couche de poudre, et que les couches adjacentes ne collent pas ensemble.

Pendant la fusion de la poudre céramique YSZ, premièrement, la plupart de l'énergie du laser est absorbée par la couche extérieure. Deuxièmement, en raison de la gravité, la poudre fondue est collée à la couche précédente. Mais si la vitesse est très rapide, la poudre non fondue sera observée facilement entre les couches adjacentes, et ces zones sont susceptibles de former des pores et des grandes fissures. La réduction de la durée d'exposition et la puissance du laser peut donc réduire les fissures verticales à l'intérieur de l'échantillon. Mais il existera un grand nombre de pores entre les couches, et la densité relative et la résistance mécanique seront réduites.

IV.6 Double balayage du laser SLM sur chaque couche avec le préchauffage à 2500 °C

Une nouvelle stratégie de balayage pour réduire encore l'apport d'énergie à chaque balayage a été testée ; le laser SLM de 30 W balaye deux fois dans chaque couche avec le préchauffage à 2500 °C. La figure IV.11 montre la microstructure de l'échantillon. On peut constater que de minuscules fissures et des pores ronds sont présents dans la section, et que le diamètre des pores est inférieur à 40 μm . La densité relative de l'échantillon atteint 96 %. Cependant, la pièce fabriquée est légèrement déformée, et l'épaisseur de la pièce est un peu limitée. Néanmoins, cette structure de l'échantillon peut être utilisable pour certaines applications pratiques. Par conséquent, la faible énergie du laser SLM et le préchauffage à haute température (2500 °C) sont propices à la réduction de la fissure. Dans les études futures, l'optimisation du mode de balayage sera l'objet de la recherche principale. Les pores arrondis indiquent aussi que la céramique conserve un état liquide longtemps pendant le balayage.

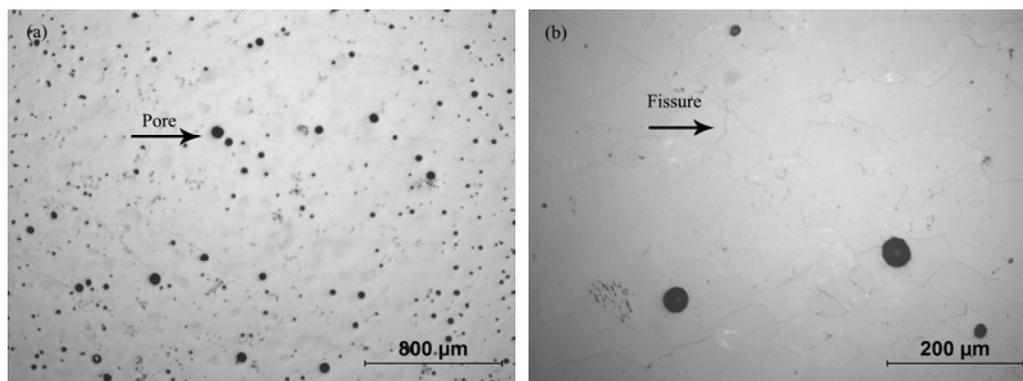


Figure IV.11. Microstructure d'échantillon fabriqué par la nouvelle méthode de double balayage dans chaque couche avec préchauffage à 2500 °C

IV.7 Analyse de la distribution des fissures

La figure IV.12 montre la distribution de l'angle d'inclinaison des fissures. L'axe Y est la densité surfacique de fissure, qui se réfère à la longueur totale des fissures divisée par l'aire de la zone. L'axe X représente l'angle de la fissure. En comparant la distribution des fissures sur la figure IV.12, lorsque la température de préchauffage est supérieure à 2000 °C, les fissures verticales ordonnées deviennent désordonnées. La densité surfacique de fissure est d'environ $1,5-2,1 \text{ mm}^{-1}$, ce qui est inférieur à celle de l'échantillon fabriqué avec préchauffage à la température de base de 250 °C. Bien entendu, l'échantillon fabriqué avec double balayage n'a pas été pris en compte pour l'analyse de la distribution de fissure.

La figure IV.13 montre la relation entre la densité surfacique de fissure et les paramètres différents de fabrication. Le préchauffage à haute température réduit évidemment la densité surfacique de fissure. La haute température de préchauffage réduit l'apport d'énergie du laser SLM, et affaiblit la concentration des contraintes résiduelles. L'augmentation de la vitesse de balayage réduit la formation des fissures verticales et la connexion des fissures. Par ailleurs, si le laser balaie doublement chaque couche, la densité surfacique de fissure est encore réduite.

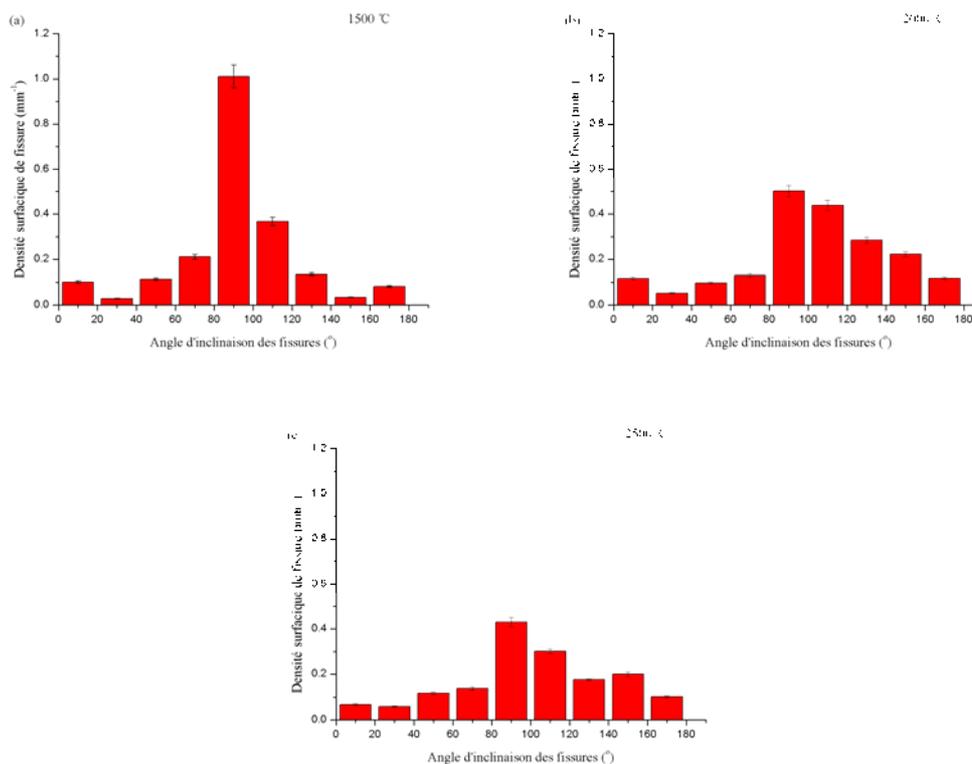


Figure IV.12. Distribution des fissures dans la section verticale d'échantillon avec préchauffage à différentes températures: (a) 1500 °C, (b) 2000 °C et (c) 2500 °C

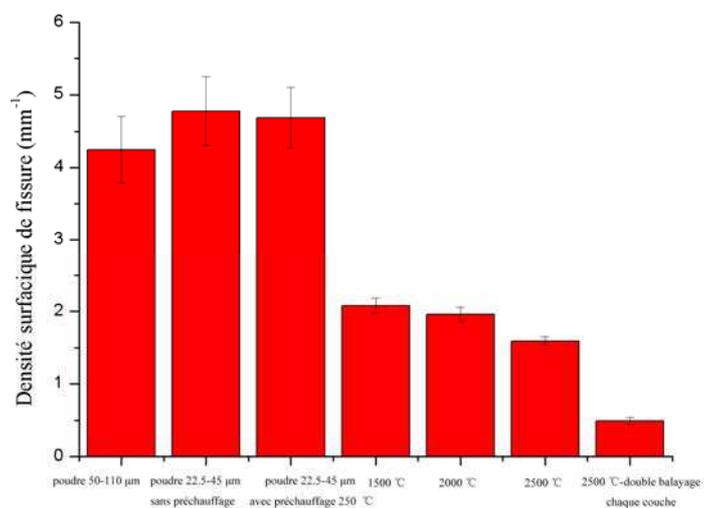


Figure IV.13. Comparaison de la densité surfacique de la fissure en fonction des paramètres de fabrication

refroidissement : la zone pré-fondue est à l'état liquide, donc elle peut être déformée librement, et affaiblir de génération de fortes contraintes. La figure IV.14 explique la cause de la disparition de la fissure. La couche de pré-fusion, formée lors de première balayage de laser SLM, peut maintenir une haute température et affaiblir le gradient de température lors du second balayage. Par conséquent, elle réduit les contraintes mécaniques et conduit à la disparition de la fissure.

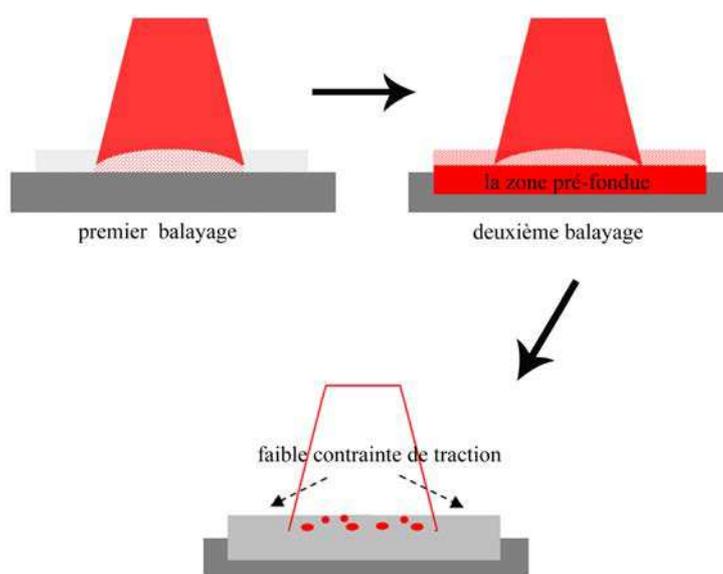


Figure IV.14. Schéma expliquant la cause de la disparition de la fissure

IV.8 Analyse de la densité relative et de la précision de forme

La figure IV.15 montre la relation entre la densité relative, la puissance du laser et la température de préchauffage. Les barres blanches, vertes, jaunes et rouges indiquent les résultats obtenus à 250 °C, 1500 °C, 2000 °C et 2500 °C. La densité relative d'échantillon avec préchauffage de la température à 1500 °C, 2000 °C et 2500 °C augmente en moyenne de 2-3 % par rapport à celle de l'échantillon fait avec préchauffage à 250 °C ; la plus haute densité relative peut atteindre 91 %. Après analyse des fissures, on constate que le préchauffage à haute température peut réduire la densité surfacique de la fissure, et améliorer la distribution et la morphologie des

fissures. Lorsque la puissance du laser est relativement faible, les échantillons contiennent un certain nombre de pores. L'augmentation de la température de préchauffage peut effectivement réduire le nombre de pores. L'effet de préchauffage pour la puissance 30 W est plus évident que celui pour 90 W.

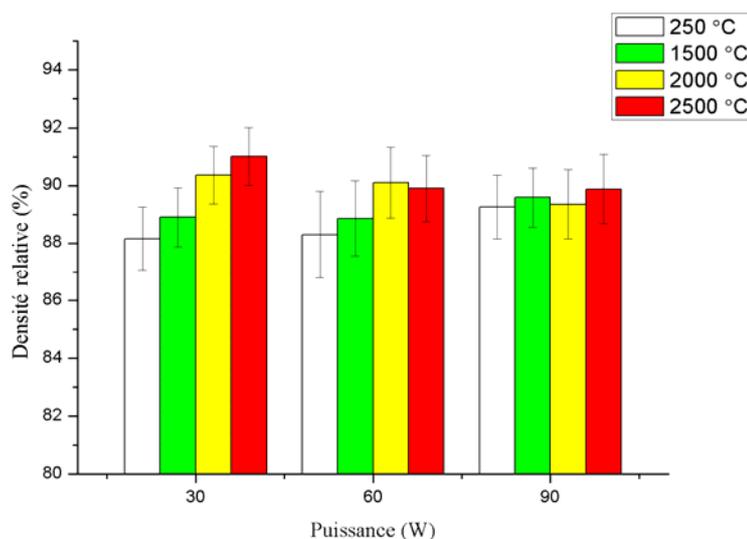


Figure IV.15. Relation entre la densité relative, la puissance du laser et la température de préchauffage.

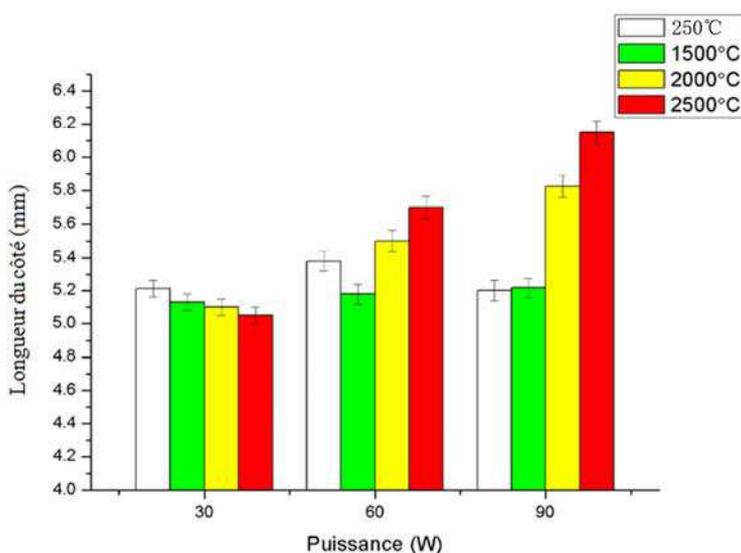


Figure IV.16. Longueur moyenne de côté de l'échantillon le plus dense.

La figure IV.16 montre la longueur moyenne du côté de l'échantillon le plus dense. Normalement, la longueur conçue est de 5 mm. Une variation signifie une déformation. Le préchauffage peut réduire la longueur de côté de 0,1 à 0,2 mm. Mais la préchauffage à 2000-2500 °C conduit un grand nombre de particules de poudre frittée à adhérer à la frontière, et il est difficile de les détacher naturellement de la frontière. La longueur du côté augmente, mais ce n'est pas causé par des fissures. Par conséquent, la densité ne diminue pas évidemment.

La figure IV.17 montre la relation entre la densité relative et les paramètres de fabrication. La densité relative d'échantillon peut atteindre 96 % au maximum. La réduction de la fissure peut évidemment augmenter la densité relative. Un petit échantillon dense et sans fissure ordonnée peut être obtenu par le mode double balayage. Notamment, le mode double balayage sur chaque couche est plus propice à la réduction de la fissure ordonnée. Selon les photos de microstructure d'échantillon, les pores résiduels sont le défaut majeur : comme le processus de fabrication est dans un environnement de gaz de protection, la présence de pores ne peut être évitée.

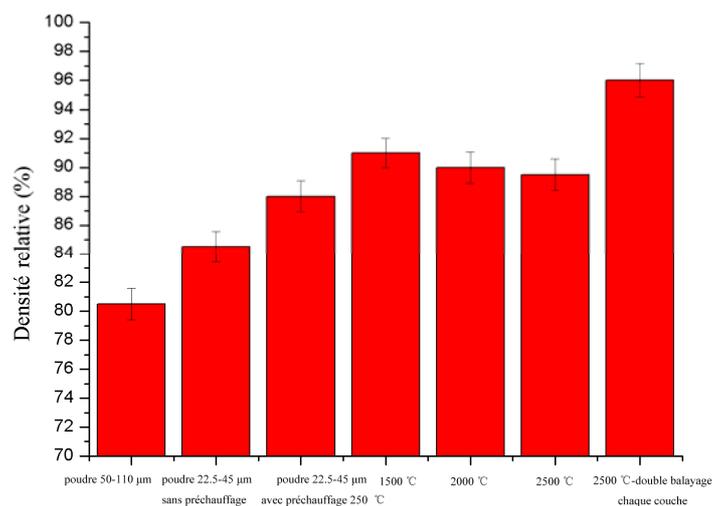


Figure IV.17 Comparaison de densité relative en fonction des paramètres de fabrication

différentes puissances de laser et les températures de préchauffage, les paramètres optimaux sont indiqués dans le tableau IV.4. Le point distance et l'écart de numérisation sont de 20 μm , et l'épaisseur de couche est de 150 μm . En comparant les vitesses de balayage, on constate que la vitesse de numérisation avec le préchauffage à 2500 $^{\circ}\text{C}$ est 10 à 20 fois plus rapide que celle avec préchauffage à 250 $^{\circ}\text{C}$. Cela permet de réduire fortement le temps de fabrication.

Tableau IV.4. Distribution des paramètres optimisés avec laser des différentes puissances et préchauffage des différentes températures

Vitesse de numérisation (m/s)		Température de préchauffage ($^{\circ}\text{C}$)			
		250	1500	2000	2500
Puissance (W)	30	0,04	0,10-0,20	0,20-0,33	0,67-1,00
	60	0,08	0,20-0,25	0,40-0,67	1,00-2,00
	90	0,20	0,33-0,50	0,67-1,33	2,00-4,00

IV.9 Effet de la haute température de préchauffage sur la structure cristalline

La figure IV.18 est le diagramme de phase d'échantillons faits à différentes températures de préchauffage (250 $^{\circ}\text{C}$, 1500 $^{\circ}\text{C}$, 2000 $^{\circ}\text{C}$ et 2500 $^{\circ}\text{C}$) et de la poudre YSZ. En comparant la courbe de diffraction, la structure cristalline des échantillons fondus est cristal tétragonal. L'augmentation du préchauffage à 1500 $^{\circ}\text{C}$, 2000 $^{\circ}\text{C}$ et 2500 $^{\circ}\text{C}$ ne change pas la structure cristalline. Cependant, les pics de diffraction du cristal tétragonal deviennent plus apparents avec l'augmentation de la température de préchauffage. Cela montre que le préchauffage est plus propice à la formation du cristal tétragonal, et que les structures cristallines monocliniques et cubiques se transforment en cristal tétragonal.

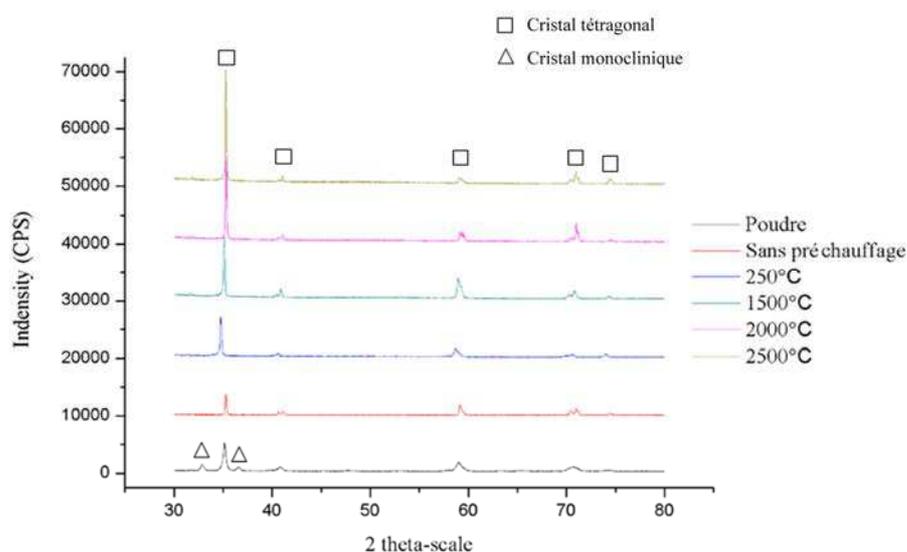


Figure IV.18. Diagramme de diffraction de rayons X de la poudre YSZ et des échantillons faits à différentes température de préchauffage : 250 °C, 1500 °C, 2000 °C et 2500 °C

IV.10 Bilan

Dans ce chapitre, l'influence du préchauffage aux températures de 1500 °C, 2000 °C et 2500 °C sur la distribution de fissure et la densité relative a été analysée. Les principales conclusions sont :

- 1, Lorsque la température de préchauffage est supérieure au niveau de 2000 °C, les fissures verticales ordonnées deviennent désordonnées. La densité surfacique de fissure est d'environ $1,5-2,1 \text{ mm}^{-1}$, ce qui est inférieur à celle de l'échantillon fabriqué avec préchauffage à la température de base de 250 °C.
- 2, La densité relative de l'échantillon fabriqué avec le mélange de poudres plus fines 9-22,5 μm (20% en masse) et 22,5-45 μm (80% en masse) avec préchauffage à 1500 °C, 2000 °C et 2500 °C est augmentée de 2-3 % ; la plus haute densité relative peut atteindre 91 %.
- 3, La densité relative peut atteindre 96 % avec le mode de double balayage sur chaque couche, préchauffage à 2500 °C et une puissance laser de 30 W. La zone de pré-fusion,

après le premier balayage, peut maintenir une haute température, ce qui affaiblit le gradient de température lors du second balayage. La faible contrainte résiduelle conduit à la disparition de la fissure.

4, L'augmentation de la température du préchauffage à 1500 °C, 2000 °C et 2500 °C est plus propice à la formation de cristal tétragonal.

5, Dans le cas de la même densité d'énergie théorique, une grande puissance du laser et un long temps d'exposition peuvent réduire l'effet de refroidissement, et la température mesurée sera légèrement plus élevée.

Conclusions générales et perspectives

Conclusions générales et perspectives

Cette étude doctorale avait pour l'objectif d'étudier la faisabilité de la fabrication rapide à partir de matériau céramique YSZ avec la méthode de fusion sélective par laser. Les travaux effectués nous ont amené aux conclusions suivantes :

1, A travers les travaux de cette thèse, on peut constater qu'il est possible de fusionner la poudre zircone stabilisée par yttrine avec un laser à fibre de longueur d'onde d'environ 1 μm . La poudre de céramique peut être fondue complètement par le laser, et le taux d'absorption est suffisamment élevée pour répondre à l'exigence de la fabrication rapide.

2, Parmi les trois poudres testées, c'est la poudre la plus fine qui fusionne le plus facilement et le plus complètement ; les pores irréguliers dans l'échantillon sont réduits, et la densité relative de l'échantillon augmente. La poudre plus fine permet d'augmenter la précision de forme également, car en réduisant la taille des particules, les grosses particules sphéroïdisées n'existent plus à la frontière. En raison de l'attraction électrostatique, la poudre mélangée de 9-22,5 μm (20% en masse) et de 22,5-45 μm (80% en masse) est très adaptée pour ce procédé.

3, Des fissures peuvent être observées dans la plupart des échantillons en raison de contraintes mécaniques dues au retrait non homogène, à cause du refroidissement hétérogène de la zone fusionnée. Les pores irréguliers et les fissures verticales/horizontales sont les principales raisons de la réduction de la densité de l'échantillon. Comme le temps de refroidissement est très court, l'air dans les interstices de la poudre céramique ne peut pas complètement s'échapper, ce qui conduit à de petits pores dans le centre de l'échantillon. Ensuite, il y a une grande différence de température entre la zone fusionnée centrale et la frontière, et la vitesse

de refroidissement n'est pas la même. La déformation de la surface de fabrication provoque des fissures horizontales. En raison des contraintes de traction, la fissure verticale est conduite facilement dans la zone centrale de la trajectoire de balayage. Les fissures verticales peuvent se propager verticalement par effet thermique et former des fissures continues et ordonnées.

4, Le préchauffage est une méthode pour améliorer la qualité de la pièce fabriquée grâce à l'uniformité de température de la zone de travail. Un préchauffage de 250 °C réduit légèrement la densité surfacique de la fissure, et augmente la densité relative de 84 % à 88 %, mais l'effet de préchauffage n'est pas très marquant car le point de fusion de YSZ est trop élevé par rapport à un préchauffage à 250 °C.

Au contraire, avec un préchauffage à très haute température, la densité surfacique de la fissure peut être diminuée de 4,7 mm⁻¹ (sans préchauffage) à 1,5-2,1 mm⁻¹ (préchauffage à 1500°C, 2000°C et 2500°C). En même temps, le préchauffage à haute température modifie le mode de génération et de propagation de fissures : les fissures verticales continues n'existent plus, on n'observe que des fissures désordonnées et courtes. En raison de la réduction des fissures et des pores, la densité relative de la pièce fabriquée peut augmenter de 84 % (sans préchauffage) jusqu'à 90-91 % (préchauffage à 1500°C, 2000°C et 2500°C). De plus, le préchauffage à haute température peut réduire efficacement la déformation de l'échantillon.

5, En combinant le préchauffage à très haute température (2500°C) et le mode de double balayage sur chaque couche avec une puissance de laser 30 W, la densité relative de la pièce fabriquée peut atteindre 96 %, et la fissure visible a quasiment disparu. Néanmoins, il existe des pores arrondis, mais ceci influera très peu sur les propriétés mécaniques. Les pores arrondis indiquent aussi que la céramique conserve un état liquide longtemps pendant le balayage. La zone de pré-fusion, après le premier balayage, peut maintenir une haute température, ce qui affaiblit le gradient de température lors du second balayage, réduit les contraintes mécaniques, par conséquent, conduit à la disparition de la fissure.

6, La densité de l'échantillon est plus sensible à la puissance du laser. Par conséquent, l'optimisation de la vitesse de balayage est plus facile si la puissance du laser est relativement faible.

7, La transformation de la structure monoclinique et cubique en structure tétragonale s'est produite pendant le processus de fusion et de refroidissement, et l'augmentation de la température de préchauffage à 1500°C, 2000°C et 2500°C est plus propice à la formation de cristal tétragonal.

Comme on a vu à travers de cette thèse, il est possible de fusionner complètement la zircone yttrée par un laser de longueur d'onde vers 1 μm sans générer trop de fissure grâce à un préchauffage de très haute température. Néanmoins, il y aura encore beaucoup à faire pour continuer sur cette voie.

Actuellement, les méthodes les plus efficaces pour réduire les fissures sont le mode de balayage multiple sur chaque couche, le préchauffage à haute température de la poudre céramique et le maintien de la haute température pendant la fabrication. Les résultats expérimentaux avec le préchauffage à haute température sont très prometteurs : des fissures ordonnées ont été transformées en petites fissures désordonnées, et la densité augmente significativement, surtout avec le mode de balayage multiple sur chaque couche. Mais dans notre étude, le processus de préchauffage n'est pas continu, donc la température n'est pas suffisamment élevée dans la zone solidifiée précédente, ce qui peut provoquer des déformations.

Dans les études futures, les travaux principaux pourront donc comprendre trois aspects : 1. optimisation du procédé SLM ; 2. analyse du mécanisme de fusion par laser pour le matériau céramique ; 3. modélisation de la distribution de la température et de la fissuration.

Premièrement, il est nécessaire de préchauffer la zone en continu par un laser à haute puissance et d'optimiser le mode de balayage multiple sur chaque couche. Pendant l'étalement de la poudre, le laser à haute puissance pour le chauffage de la poudre à

haute température ne s'arrêtera pas ; un nouveau dispositif sera mise en place afin d'éviter de chauffer la trémie. Une autre solution parallèle devra être testée : un plateau chauffant avec la dimension réduite, qui peut chauffer et maintenir la pièce à une assez haute température. Dans ce cas, le processus de fabrication sera toujours dans un environnement à haute température, et la formation de fissures sera réduite pendant le refroidissement.

Deuxièmement, pour la compréhension du chauffage par laser, l'étude du mécanisme d'interaction entre le laser et la poudre céramique est nécessaire. Nous allons étudier la relation entre les conditions de fabrication et les performances de l'échantillon. Pendant le préchauffage à haute température, le taux d'absorption de l'énergie doit être mesuré et qualifié pour analyser l'efficacité de chauffage par le laser.

Troisièmement, la simulation numérique de la formation des fissures et de la distribution de la température dans la zone de fabrication doivent être réalisée afin de mieux comprendre les phénomènes et d'optimiser les conditions de fabrication.