



HAL
open science

Impact du conditionnement de poudres de Ti6Al4V sur le procédé de fusion sélective laser

Matthieu Regniere

► **To cite this version:**

Matthieu Regniere. Impact du conditionnement de poudres de Ti6Al4V sur le procédé de fusion sélective laser. Autre. Université de Lyon, 2017. Français. NNT : 2017LYSEM038 . tel-01851914

HAL Id: tel-01851914

<https://theses.hal.science/tel-01851914>

Submitted on 31 Jul 2018

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



THÈSE DE DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE LYON

opérée au sein de

l'Ecole des Mines de Saint-Etienne

École Doctorale N°488

Sciences, Ingénierie, Santé

Spécialité : Science et Génie des Matériaux

présentée par

Matthieu RÉGNIÈRE

Impact du conditionnement de poudres de Ti6Al4V sur le procédé de fusion sélective laser

Soutenue publiquement à Saint-Etienne, le 27 Novembre 2017

Devant le jury composé de :

| | | |
|----------------------|---|-----------------------|
| Roland Logé | Professeur, EPFL, Lausanne | Président |
| Guillaume Racineux | Professeur, École Central de Nantes, Nantes | Rapporteur |
| Patrice Peyre | Dir. de recherche, ENSAM, Paris | Rapporteur |
| Sophie Le Gallet | Maître de conférence, ICB, Bourgogne | Examinatrice |
| Christophe Desrayaud | Professeur, Mines Saint-Étienne | Directeur de thèse |
| Philippe Bertrand | Professeur, ENISE, Saint-Étienne | Co-directeur de thèse |
| Sébastien Saunier | Maître de conférence, Mines Saint-Étienne | Co-encadrant de thèse |

Spécialités doctorales
 SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX
 MECANIQUE ET INGENIERIE
 GENIE DES PROCEDES
 SCIENCES DE LA TERRE
 SCIENCES ET GENIE DE L'ENVIRONNEMENT

Responsables :
 K. Wolski Directeur de recherche
 S. Drapier, professeur
 F. Gruy, Maître de recherche
 B. Guy, Directeur de recherche
 D. Graillot, Directeur de recherche

Spécialités doctorales
 MATHEMATIQUES APPLIQUEES
 INFORMATIQUE
 SCIENCES DES IMAGES ET DES FORMES
 GENIE INDUSTRIEL
 MICROELECTRONIQUE

Responsables
 O. Roustant, Maître-assistant
 O. Boissier, Professeur
 JC. Pinoli, Professeur
 X. Delorme, Maître assistant
 Ph. Lalevée, Professeur

EMSE : Enseignants-chercheurs et chercheurs autorisés à diriger des thèses de doctorat (titulaires d'un doctorat d'État ou d'une HDR)

| | | | | |
|----------------|---------------|------------------------|--------------------------------------|-------|
| ABSI | Nabil | CR | Génie industriel | CMP |
| AUGUSTO | Vincent | CR | Image, Vision, Signal | CIS |
| AVRIL | Stéphane | PR2 | Mécanique et ingénierie | CIS |
| BADEL | Pierre | MA(MDC) | Mécanique et ingénierie | CIS |
| BALBO | Flavien | PR2 | Informatique | FAYOL |
| BASSEREAU | Jean-François | PR | Sciences et génie des matériaux | SMS |
| BATTON-HUBERT | Mireille | PR2 | Sciences et génie de l'environnement | FAYOL |
| BEIGBEDER | Michel | MA(MDC) | Informatique | FAYOL |
| BLAYAC | Sylvain | MA(MDC) | Microélectronique | CMP |
| BOISSIER | Olivier | PR1 | Informatique | FAYOL |
| BONNEFOY | Olivier | MA(MDC) | Génie des Procédés | SPIN |
| BORBELY | Andras | MR(DR2) | Sciences et génie des matériaux | SMS |
| BOUCHER | Xavier | PR2 | Génie Industriel | FAYOL |
| BRODHAG | Christian | DR | Sciences et génie de l'environnement | FAYOL |
| BRUCHON | Julien | MA(MDC) | Mécanique et ingénierie | SMS |
| CAMEIRAO | Ana | MA(MDC) | Génie des Procédés | SPIN |
| CHRISTIEN | Frédéric | PR | Science et génie des matériaux | SMS |
| DAUZERE-PERES | Stéphane | PR1 | Génie Industriel | CMP |
| DEBAYLE | Johan | MR | Sciences des Images et des Formes | SPIN |
| DEGEORGE | Jean-Michel | MA(MDC) | Génie industriel | Fayol |
| DELAFOSSÉ | David | PR0 | Sciences et génie des matériaux | SMS |
| DELORME | Xavier | MA(MDC) | Génie industriel | FAYOL |
| DESRAYAUD | Christophe | PR1 | Mécanique et ingénierie | SMS |
| DJENIZIAN | Thierry | PR | Science et génie des matériaux | CMP |
| DOUCE | Sandrine | PR2 | Sciences de gestion | FAYOL |
| DRAPIER | Sylvain | PR1 | Mécanique et ingénierie | SMS |
| FAUCHEU | Jenny | MA(MDC) | Sciences et génie des matériaux | SMS |
| FAVERGEON | Loïc | CR | Génie des Procédés | SPIN |
| FEILLET | Dominique | PR1 | Génie Industriel | CMP |
| FOREST | Valérie | MA(MDC) | Génie des Procédés | CIS |
| FRACZKIEWICZ | Anna | DR | Sciences et génie des matériaux | SMS |
| GARCIA | Daniel | MR(DR2) | Sciences de la Terre | SPIN |
| GAVET | Yann | MA(MDC) | Sciences des Images et des Formes | SPIN |
| GERINGER | Jean | MA(MDC) | Sciences et génie des matériaux | CIS |
| GOEURLOT | Dominique | DR | Sciences et génie des matériaux | SMS |
| GONDRAN | Natacha | MA(MDC) | Sciences et génie de l'environnement | FAYOL |
| GONZALEZ FELIU | Jesus | MA(MDC) | Sciences économiques | FAYOL |
| GRAILLOT | Didier | DR | Sciences et génie de l'environnement | SPIN |
| GROSSEAU | Philippe | DR | Génie des Procédés | SPIN |
| GRUY | Frédéric | PR1 | Génie des Procédés | SPIN |
| GUY | Bernard | DR | Sciences de la Terre | SPIN |
| HAN | Woo-Suck | MR | Mécanique et ingénierie | SMS |
| HERRI | Jean Michel | PR1 | Génie des Procédés | SPIN |
| KERMOUCHE | Guillaume | PR2 | Mécanique et Ingénierie | SMS |
| KLOCKER | Helmut | DR | Sciences et génie des matériaux | SMS |
| LAFORÉST | Valérie | MR(DR2) | Sciences et génie de l'environnement | FAYOL |
| LERICHE | Rodolphe | CR | Mécanique et ingénierie | FAYOL |
| MALLIARAS | Georges | PR1 | Microélectronique | CMP |
| MOLIMARD | Jérôme | PR2 | Mécanique et ingénierie | CIS |
| MOUTTE | Jacques | CR | Génie des Procédés | SPIN |
| NEUBERT | Gilles | | | FAYOL |
| NIKOLOVSKI | Jean-Pierre | Ingénieur de recherche | Mécanique et ingénierie | CMP |
| NORTIER | Patrice | PR1 | Génie des Procédés | SPIN |
| O CONNOR | Rodney Philip | MA(MDC) | Microélectronique | CMP |
| OWENS | Rosin | MA(MDC) | Microélectronique | CMP |
| PERES | Véronique | MR | Génie des Procédés | SPIN |
| PICARD | Gauthier | MA(MDC) | Informatique | FAYOL |
| PIJOLAT | Christophe | PR0 | Génie des Procédés | SPIN |
| PINOLI | Jean Charles | PR0 | Sciences des Images et des Formes | SPIN |
| POURCHEZ | Jérémy | MR | Génie des Procédés | CIS |
| ROUSSY | Agnès | MA(MDC) | Microélectronique | CMP |
| ROUSTANT | Olivier | MA(MDC) | Mathématiques appliquées | FAYOL |
| SANAUR | Sébastien | MA(MDC) | Microélectronique | CMP |
| STOLARZ | Jacques | CR | Sciences et génie des matériaux | SMS |
| TRIA | Assia | Ingénieur de recherche | Microélectronique | CMP |
| VALDIVIESO | François | PR2 | Sciences et génie des matériaux | SMS |
| VIRICELLE | Jean Paul | DR | Génie des Procédés | SPIN |
| WOLSKI | Krzysztof | DR | Sciences et génie des matériaux | SMS |
| XIE | Xiaolan | PR0 | Génie industriel | CIS |
| YUGMA | Gallian | CR | Génie industriel | CMP |

Remerciements

Je ne saurais présenter ce travail sans exprimer ma gratitude aux membres du jury Sophie Le Gallet, Roland Logé, Guillaume Racineux et Patrice Peyre pour avoir accepté d'évaluer mes travaux.

Je commencerai par remercier mon directeur de thèse Christophe Desrayaud qui m'a accordé toute sa confiance quant à la gestion de ce projet. Bien que très occupé, tu as toujours été disponible sur un plan humain, et trouvé le temps de m'aiguiller.

Merci à mon sous-directeur de thèse Philippe Bertrand pour son encadrement, et son implication dans ce projet.

Je tiens également à remercier mon co-encadrent Sébastien Saunier qui a su mettre en valeur des qualités, chez moi, que je pensais factices, et qui m'a également tendu la main dans l'après-thèse. Merci également pour le temps que tu as passé à améliorer mes présentations.

Je souhaite naturellement remercier toutes les personnes qui ont activement participé à ce projet. Merci aux gars de l'atelier, notamment Gilles, Marc, Bernard et Albert pour la confection des échantillons, des prototypes, et ce malgré des alliages peu engageants. Un grand merci à Gilles Blanc pour son enseignement de la métallographie et le temps qu'il a passé à me former. Merci à Max et Yoan pour leur disponibilité, leur bonne humeur et la joie de manipuler les lasers, et à Huguette et Natalie pour les analyses DRX. Merci à Pauline « la petite femme », star du petit écran, pour son amitié et sa joie de vivre. Merci également à Claire et Séverine pour leur aide précieuse aux essais mécaniques, ainsi qu'à Laetitia qui a dû sacrifier quelques capteurs mais a toujours gardé son sourire. Enfin, merci à Maryline et à Sergio pour les nombreux coups de main en microscopie électronique.

Si pour la plus part des gens, une thèse est synonyme de six mois de prétendue bibliographie, deux ans de pseudos expériences et 6 mois de galères (dans le meilleur des cas), elle se ponctue surtout par de (plus ou moins) belles rencontres. Je dédie donc ces lignes à toutes les personnes qui ont fait de mon quotidien une aventure. Et pour plagier un grand homme, sachez que : « je ne connais pas la moitié d'entre vous à moitié autant que je le voudrais ; et j'aime moins que la moitié d'entre vous à moitié aussi bien que vous le méritez ! »

Je commencerai donc par les plus jeunes qui se sont très bien intégrés et avec qui j'aurais aimé passer plus de temps. Un grand merci au bureau des filles : Jihane pour nos combats de regards et bien plus, Zineb pour ton parfum (qui me sauve souvent la vie crois-moi), et Ayoub que j'adore et qui m'excusera pour son émasculatation. Merci également à Cindy dont les jupes font tourner bien des têtes.

Merci aussi à ceux qui ont intégré mon bureau et se sont bien adaptés à moi : Micha qui meuble si parfaitement la conversation et qui m'excusera pour mon physique ingrat, et mon fidèle Séb qui fait monter les gens au septième ciel à coup de boules. Ta technique de la poche à douille restera gravée dans nos mémoires

Camille ma stagiaire préférée (et unique) qui a aiguillé mes journées de labeurs. Partager de bons éclats de rire avec toi me manquera. Tu nous as quitté trop top, si seulement tu n'avais pas mis ta main dans la cuve à ultra son.

Antonis, tu as su donner un réel sens à l'expression « mon petit doigt m'a dit » ; Hao sans qui je n'aurais jamais eu le plaisir de découvrir le goût subtil du Durian ; Elia pour qui les nunchakus n'ont aucun secret ; Michal dont le cactus se dressera, nous l'espérons, pour des années encore ; Joris pour tous les repas que nous avons partagés, avec et sans ton consentement ; Aladjji qui m'aura supporté jusqu'à CBP ; « Sir Elrond » pour son habile dextérité et ses fameuses chaussures noires et Marianne dont les éclats de rire en font chavirer plus d'un.

Il est évident que le K4 n'aurait jamais connu ses heures de gloire sans vous trois. JG qui n'a malheureusement pu détrôner Jason Burne et dont la descendance en sera à jamais entachée, Ernesto dont l'égo n'a d'égal que sa bouche, ton cri résonnera à jamais entre ces murs, et David pour ta patience avec ces deux-là.

Une mention spéciale à mes deux premiers co-bureaux : Etienne, mon hirsute adoré pour ton calme et sang-froid même pour les plus petits détails, j'espère sincèrement te revoir en montagne, où tu pourras enfin parfaire mon initiation du rabotage ; et Robin qui a su redonner son blason au méthane. J'espère que ce cap, que dis-je, cette péninsule, se tournera de temps en temps vers ma prochaine destination.

Romain, si la technologie et les jeux abrutissants ont tendance à isoler les gens, certains sont plus que fédérateurs. Merci pour toutes nos heures de « chasse » et sport qui m'ont vraiment fait passer la rédaction en douceur, et le goût du chômage. . .

Il y a également de ces personnes, ceux qui font partie des raisons pour lesquelles vous vous levez impatient d'attaquer la journée qui s'offre à vous, et qui vous marqueront...

Quentin, si tes récits rocambolesques me manqueront, c'est surtout nos parties de jeux, nos passions partagées et notre galère commune qui ont fait de toi une personne importante à mon histoire.

Je n’imagine bien entendu pas cette page de ma vie sans une touche féminine voir maternelle. Si votre gentillesse et votre douceur n’est plus à décrire ma gratitude pour votre amitié et ces années passées avec vous est immense, merci à vous deux Lisa et Julia.

Clément, plus qu’un humour douteux, tu as partagé avec moi une amitié que je chérirais aux travers (de porc) de mes années à venir. Et espère ne pas te perdre. Je te souhaite le meilleur, et qu’importe les rabat-joie ou accusation de harcèlement que tu trouveras, ne change rien.

Jérémy je ne sais même pas par où commencer pour te remercier de tout ce que tu m’as fait vivre. Que ce soit la découverte des Parcs Américains, les fantastiques diners chez toi ou les bains... Je te remercie du fond du cœur. Je n’oublie bien sûr pas Alex, mais n’ayant malheureusement pas participé au bain je ne pouvais déceimment pas la remercier autant que toi...

Dutto mon cher homologue, si les mots n’ont que peu d’importance pour toi, notre bromance n’en est pas moins forte. Ton grand cœur te perdra ! Mais je suis ravi d’avoir rencontré une personne aussi entière que toi, et de pouvoir partager notre projet commun (à tous les trois).

Merci également à Yoan, Guillaume et Lucas, bien que vous ne soyez pas présent physiquement, votre soutien, votre amitié, et tout ce qui fait que vous êtes vous m’ont permis d’y arriver. Merci mes amis.

Je terminerai ce tour de table par celui qui m’a recueilli quand j’étais au plus mal, celui qui m’aura fait pleurer des larmes de joie, celui que j’admire à bien des égards et dont, malgré ses origines simiesques, je suis extrêmement fier d’être l’ami depuis toutes ces années, Guillaume.

Ces quelques lignes sont pour toi Szilvia. Tu me soutiens (et me supportes) et ce, qu’importe la distance. Je te remercie pour tout ce que tu fais par amour pour moi, et d’être avec moi pour la prochaine étape de cette aventure.

Enfin, et comme le souhaite la coutume, je tiens à remercier ceux sans qui rien ne serait arrivé. Il semble évident que je ne vous le dis pas assez, mais je vous remercie, mes parents, ma famille, pour votre soutien, votre confiance, votre humour moisi, et pour m’avoir aidé à me construire.

Nomenclature

| | Propriétés | Unités |
|-----------------|--|--------------|
| A | Allongement à la rupture | % |
| a_d | Diffusivité thermique maximale | $m^2.s^{-1}$ |
| α | Phase cristallographique α | - |
| α_b | Coefficient d'absorption | - |
| α_p | Phase cristallographique α nodulaire | - |
| α_s | Phase cristallographique α secondaire | - |
| α_w | Phase cristallographique α Widmanstätten primaire | - |
| α_{wgb} | Phase cristallographique α Widmanstätten gb | - |
| α' | Phase cristallographique α martensitique hexagonale | - |
| α'' | Phase cristallographique α martensitique orthorhombique | - |
| B^β | Matrice d'orientation de la phase parente β | - |
| β | Phase cristallographique β | - |
| β_e | Coefficient d'extinction optique | - |
| β_m | Phase cristallographique β_m | - |
| β_s | Phase cristallographique β_s | - |
| β_t | Phase cristallographique β_t | - |
| $C_{l,f}$ | Chaleur spécifique de la phase solide | $J/kg/K$ |
| $C_{ps,f}$ | Capacité thermique massique (20 °C) | $J/kg/K$ |
| $C_{pl,f}$ | Capacité thermique massique (T_f) | $J/kg/K$ |
| $C_{s,f}$ | Chaleur spécifique de la phase liquide | $J/kg/K$ |
| D | Matrice de rotation décrivant les relations de Burgers | - |
| D_α | Coefficient de diffusion de la phase α | m^2/s |
| D_r | Diamètre du rouleau | m |
| D_s | Diffusivité thermique | $m^2.s^{-1}$ |
| dEs | Densité d'énergie surfacique | $J.mm^{-2}$ |
| δ_i | Fonction dirac Delta | - |
| ΔH_f | Chaleur latente de fusion | J/g |
| ΔH_s | Chaleur de sublimation (20 °C) | J/g |
| ΔH_{tr} | Chaleur latente transition | J/g |
| ΔH_v | Chaleur de vaporisation | J/g |

| | Propriétés | Unités |
|---------------|---|-------------------|
| E | Module d'élasticité | GPa |
| E_i | Énergie d'ionisation | $kJ/g.mol$ |
| e_p | Épaisseur de couche de poudre | μm |
| e_s | Épaisseur de couche de poudre sacrificielle | μm |
| e_{ex} | Épaisseur de couche de poudre expérimentale | μm |
| η | Variation d'épaisseur relative | - |
| η_v | Viscosité dynamique | N/m |
| g^α | Matrice d'orientation de la phase α | - |
| γ | Angle neutre | ° |
| γ_{LV} | Tension de surface Liquide/Vapeur | $N.s/m^2$ |
| γ_{SL} | Tension de surface Solide/Liquide | $N.s/m^2$ |
| γ_{SV} | Tension de surface Solide/Vapeur | $N.s/m^2$ |
| h | Fonction de Heaviside | - |
| h_c | Coefficient de transfert de chaleur convectif forcé | $W/m^2/K$ |
| H_f | Chaleur latente de fusion | J/kg |
| h_x | Hauteur d'une tranche de poudre | μm |
| I | Intensité du flux laser | $W.m^{-1}$ |
| I_a | Distribution d'intensité angulaire | $W.m^{-1}$ |
| I_o | Intensité du flux laser maximale | $W.m^{-1}$ |
| K | Susceptibilité magnétique | $cm^3.g^{-1}$ |
| k | Conductivité thermique | $W/m/K$ |
| k_f | Conductivité thermique du fluide | $W/m/K$ |
| k_d | Conductivité thermique du matériau densifié | $W/m/K$ |
| k_p | Conductivité thermique de la poudre | $W/m/K$ |
| κ_e | Coefficient d'extinction | - |
| L | Épaisseur finale du lit de poudre | μm |
| L_c | Longueur du cordon fondu | μm |
| l_f | Demi-largeur du bain de fusion | μm |
| λ | Conductivité thermique | $W.m^{-1}.K^{-1}$ |
| Λ_a | Épaisseur optique | m |
| Λ_o | Longueur d'onde | m |
| M | Masse molaire | g/mol |
| M_a | Nombre de Marangoni | - |
| M_s | Température de début de transformation α' | °C |
| M_s | Température de fin de transformation α' | °C |
| μ_r | Coefficient de frottement poudre/rouleau | - |
| μ_p | Coefficient de friction poudre/poudre | - |
| N | Coefficient de Poisson | - |
| Ω | Direction de la radiation | - |
| ω | Albedo | - |
| ω_r | Vitesse angulaire du rouleau | rad/s |
| Ω_s | Résistivité électrique (20 °C) | $\Omega.m$ |
| Ω_l | Résistivité électrique (T_f) | $\Omega.m$ |

| | Propriétés | Unités |
|-----------------------|--|---------------|
| P | Puissance laser | W |
| P_x | Contraintes algébriques normales au rouleau d'application | MPa |
| $P(\Omega' - \Omega)$ | Probabilité qu'une radiation se propageant dans la direction Ω' soit dispersée dans la direction Ω | - |
| q | Densité d'énergie du flux radiatif net adimensionnelle | - |
| Q | Densité de flux d'énergie radiative nette | Ns/m |
| Q_+ | Densité de puissance transmise | Ns/m |
| Q_- | Densité de puissance réfléchie | Ns/m |
| R | Rayon du spot laser | m |
| rc | Rayon de covalence | Å |
| R_m | Résistance maximale à la rupture | MPa |
| $Rp_{0,2}$ | Limite d'élasticité à 0,2% de déformation | MPa |
| ρ_{ac} | Masse volumique apparente | $g.cm^{-3}$ |
| ρ_l | Masse volumique (T_f) | $g.cm^{-3}$ |
| ρ_r | Reflectance hémisphérique d'une particule | - |
| ρ_s | Masse volumique (20 °C) | $g.cm^{-3}$ |
| S | Opérateur de symétrie | - |
| S_f | Épaisseur d'une tranche de poudre fictive | μm |
| S_e | Surface équivalente locale par unité de volume solide | m^{-1} |
| S_a | Surface spécifique par unité de volume de pores | m^{-1} |
| $S_{spé}$ | Surface spécifique | $m^2.g^{-1}$ |
| σ | Coefficient de dispersion | - |
| σ_x | Contraintes longitudinales | MPa |
| t | Variable de temps | s |
| T_β | Température transus | $^\circ C$ |
| T_{eb} | Température d'ébullition | $^\circ C$ |
| T_f | Température de fusion | $^\circ C$ |
| t_x | Contraintes algébriques tangentielles au rouleau d'application | MPa |
| Θ | Porosité locale de la tranche de poudre fictive | - |
| U | Chaleur volumique due à l'absorption radiative | $N.s/m^2$ |
| v | Vitesse de translation du rouleau | mm/s |
| v_{bal} | Vitesse de balayage laser | mm/s |
| w | Rayon caractéristique laser | m |
| W | Puissance nominale du laser | W |
| X_i | Fraction de phase i | - |
| Z | Numéro atomique | - |

Table des matières

| | | |
|----------|---|----------|
| 1 | Étude bibliographique | 5 |
| 1.1 | Introduction | 6 |
| 1.2 | Métallurgie du titane et des alliages de titane | 6 |
| 1.2.1 | Le titane | 6 |
| 1.2.1.1 | Structure cristallographique | 6 |
| 1.2.1.2 | Mécanisme de transition | 7 |
| 1.2.1.3 | Propriétés physiques | 9 |
| 1.2.2 | Les alliages de titane | 12 |
| 1.2.2.1 | Éléments d’alliage | 12 |
| 1.2.2.2 | Différents types d’alliages | 15 |
| 1.2.2.3 | Les phases présentes | 15 |
| 1.2.3 | Le <i>Ti6Al4V</i> | 17 |
| 1.2.3.1 | Cinétique de transformation du <i>Ti6Al4V</i> | 18 |
| 1.2.3.2 | Microstructures du <i>Ti6Al4V</i> | 19 |
| 1.2.3.3 | Propriétés du <i>Ti6Al4V</i> | 22 |
| 1.2.4 | Synthèse bibliographique | 24 |
| 1.3 | Fabrication additive directe par fusion de poudre | 25 |
| 1.3.1 | Contexte | 25 |
| 1.3.1.1 | Histoire | 25 |
| 1.3.1.2 | Économie | 26 |
| 1.3.1.3 | Réseaux et projets | 28 |
| 1.3.2 | Technique de fusion sélective laser (SLM) | 29 |
| 1.3.2.1 | Cycle de fabrication | 29 |
| 1.3.2.2 | Système laser | 31 |
| 1.3.2.3 | Paramètre du procédé SLM | 33 |
| 1.3.3 | Étude et impact des paramètres sur le matériau | 35 |
| 1.3.3.1 | Interaction laser/matière | 35 |
| 1.3.3.2 | Comportement de la poudre lors du procédé de <i>SLM</i> | 40 |
| 1.4 | Conclusion et objectifs de thèse | 42 |

| | | |
|----------|--|-----------|
| 2 | Méthodes expérimentales | 43 |
| 2.1 | Introduction | 44 |
| 2.2 | Poudre de TA6V | 44 |
| 2.2.1 | Paramètres intrinsèques | 44 |
| 2.2.1.1 | Morphologie de la poudre de TA6V | 44 |
| 2.2.1.2 | Analyse DR-X | 45 |
| 2.2.2 | Répartition statistique | 46 |
| 2.2.2.1 | Granulométrie de la poudre de TA6V | 46 |
| 2.2.2.2 | Masse volumique apparente | 46 |
| 2.2.2.3 | Surface spécifique (BET) | 48 |
| 2.3 | Conception des échantillons | 48 |
| 2.3.1 | Système d'étude du conditionnement de la poudre | 48 |
| 2.3.2 | Irradiation laser | 50 |
| 2.4 | Caractérisations microstructurale et morphologique | 51 |
| 2.4.1 | Préparation métallographique | 51 |
| 2.4.2 | Microscopie | 51 |
| 2.4.2.1 | Analyse morphologique | 51 |
| 2.4.2.2 | Analyse cristallographique | 54 |
| 2.5 | Conclusion | 57 |
| 3 | Procédé de mise en couche | 59 |
| 3.1 | Introduction | 60 |
| 3.2 | Impact du rouleau sur le procédé de mise en couche | 60 |
| 3.2.1 | Paramètres et mécanismes mis en jeu | 60 |
| 3.2.2 | Procédé de compaction sacrificielle | 66 |
| 3.2.3 | Procédé de compactations multiples | 68 |
| 3.3 | Modèle prédictif de la densité relative | 70 |
| 3.3.1 | Modèle de Katashinski et Shtern | 70 |
| 3.3.2 | Adaptation du modèle | 73 |
| 3.3.3 | Résultats et interprétation | 75 |
| 3.4 | Représentation mathématique du lit de poudre | 81 |
| 3.4.1 | Définition du modèle | 81 |
| 3.4.2 | Impact des dimensions de mailles | 84 |
| 3.4.3 | Paramètres intrinsèques locaux | 87 |
| 3.5 | Conclusion | 87 |
| 4 | Procédé de fusion laser | 89 |
| 4.1 | Introduction | 90 |
| 4.2 | Évolution morphologique des cordons unitaires | 90 |
| 4.2.1 | Impact de la densité énergétique | 90 |

Table des matières

| | | |
|----------|---|------------|
| 4.2.2 | Impact du lit de poudre | 94 |
| 4.3 | Évolution microstructurale des cordons unitaires | 96 |
| 4.3.1 | Analyse de la zone thermiquement impactée | 97 |
| 4.3.2 | Analyse de la phase martensitique | 99 |
| 4.3.2.1 | Impact de la densité énergétique | 100 |
| 4.3.2.2 | Impact de la densité de lit de poudre | 103 |
| 4.4 | Évolution des grains β antérieurs | 104 |
| 4.4.1 | Identification des variants héréditaires | 104 |
| 4.4.1.1 | Analyse des anciens grains β | 104 |
| 4.4.1.2 | Prise en compte des relations de Burgers à la trans- formation β | 105 |
| 4.4.1.3 | Identification des variants apparentés | 107 |
| 4.4.2 | Analyse des anciens grains β | 110 |
| 4.4.2.1 | Impact de la densité énergétique | 110 |
| 4.4.2.2 | Impact du lit de poudre | 111 |
| 4.5 | Conclusion | 113 |
| 5 | Modélisation thermique et microstructurale | 115 |
| 5.1 | Introduction | 116 |
| 5.2 | Modèle thermique | 116 |
| 5.2.1 | Modèle radiatif | 116 |
| 5.2.1.1 | Propriété du corps radiatif dans une poudre métal- lique | 116 |
| 5.2.1.2 | Théorie du modèle radiatif | 119 |
| 5.2.2 | Adaptation du modèle | 123 |
| 5.2.2.1 | Paramètres physiques | 123 |
| 5.2.2.2 | Résolution de l'équation de la chaleur | 125 |
| 5.2.2.3 | Routine de retrait | 127 |
| 5.3 | Résultats modélisés | 128 |
| 5.3.1 | Évolution de la température | 128 |
| 5.3.1.1 | Stabilité du cordon | 129 |
| 5.3.1.2 | Évolution thermique | 130 |
| 5.3.1.3 | Impact des paramètres du procédé SLM | 132 |
| 5.3.2 | Évolution morphologique | 135 |
| 5.3.2.1 | Impact de la densité énergétique | 136 |
| 5.3.2.2 | Impact de la densité du lit de poudre | 139 |
| 5.4 | Modèle microstructural | 141 |
| 5.4.1 | Généralité sur les modèles microstructuraux | 141 |
| 5.4.1.1 | Choix du modèle | 141 |
| 5.4.1.2 | Modèle utilisé | 142 |

| | | |
|------------------------------------|---|------------|
| 5.4.2 | Modèle de transformation de phase appliqué | 144 |
| 5.4.2.1 | Composition de phase à l'équilibre | 144 |
| 5.4.2.2 | Transformation diffusive de β en α | 145 |
| 5.4.2.3 | Transformation martensitique | 148 |
| 5.4.2.4 | Composition chimique initiale | 148 |
| 5.4.3 | Résultats modélisés | 149 |
| 5.4.3.1 | Impact de la composition chimique | 149 |
| 5.4.3.2 | Impact énergétique | 153 |
| 5.4.3.3 | Impact de la densité du lit de poudre | 156 |
| 5.5 | Conclusion | 157 |
| Conclusions et Perspectives | | 159 |
| Bibliographie | | 165 |

Introduction

Le procédé de fusion sélective laser (SLM) donne lieu à l'élaboration de pièces métalliques 3D à partir de la forme numérique souhaitée. Ce procédé « near net shape » permet de limiter les pertes par usinage et de créer des géométries complexes. D'aucun y voit alors une opportunité d'utiliser des alliages coûteux pour des applications peu adaptées à l'utilisation d'alliages massifs.

D'un point de vue académique, il est possible d'imaginer que l'utilisation de particules de très petites tailles comme approvisionnement pourrait permettre un affinement de la microstructure des pièces édifiées. Pour le titane notamment, cet affinement de la structure impose, dans les produits massifs, l'application de traitements thermomécaniques très coûteux. Dans ce contexte, le procédé SLM offrirait donc la possibilité de générer des structures de grains bétas très fins, laissant envisager des caractéristiques mécaniques potentiellement intéressantes.

La demande en poudre métallique subit une croissance notable due au développement exponentiel de production par fabrication additive. Il a été prouvé que toutes les poudres ne sont pas égales face à cette technologie. La diversité des techniques de production de poudres des fournisseurs industriels met parfaitement l'accent sur la grande variété de compositions et de caractéristiques physiques des poudres vendues.

Avec l'industrialisation de la technique de fusion laser, de nombreuses recherches ont été menées afin d'identifier les caractéristiques physiques optimales des poudres en termes de tailles, formes et distributions granulométriques. A ce jour le critère principal de sélection demeure l'optimisation de la compacité du lit de poudre. Pour ce faire, une poudre sphérique, de distribution gaussienne, voir bimodale, permet une meilleure fluidification lors de l'étalement de la poudre en diminuant les frictions interparticulaires et en augmentant leur mobilité. La compacité finale du lit de poudre est alors considérée comme maximale.

S'il semble évident qu'une faible compacité du lit de poudre engendre des porosités au sein du matériau édifié par fusion laser, de nombreux critères ne sont pas pris en compte afin d'optimiser le choix de la poudre. Si l'utilisation de petites particules permet une amélioration des caractéristiques du lit de poudre, de par leur surface

spécifique conséquente, elles sont également la source d'une augmentation du taux d'oxydes au sein du matériau final. Une hétérogénéité des particules peut également induire une distribution non uniforme de l'énergie laser, et provoquer l'apparition de zones non fondues. Le procédé de fusion laser reposant principalement sur la superposition de cordons unitaires, la forme de ces derniers est déterminante quant à l'apparition de porosités ou encore la cohésion de chaque cordon avec la couche précédente. Là encore, le critère de compacité maximal du lit de poudre s'embles ne s'appliquer qu'à de fines épaisseurs de lits de poudre (environ 30 μm). D'un point de vue industriel, la diminution du nombre de couches, bien que limitée par la résolution de la machine, est des plus bénéfiques quant au temps de fabrication et au coût de la pièce.

Il est à noter que si l'impact des caractéristiques physiques de la poudre sur la compacité finale du lit de poudre obtenu est très référencé, à ce jour presque aucun suivi de la compacité du lit de poudre n'a été fait lors du procédé de fusion laser. Cette absence de résultats, et de méthodes d'analyses peut donc remettre en cause la corrélation entre la compacité du lit de poudre souhaitée, et celle expérimentalement obtenue lors du procédé industriel. De plus, si l'optimisation de la compacité du lit de poudre semble un objectif cohérent avec la pièce finale souhaitée, la méconnaissance de son impact sur le mécanisme de fusion demeure totale, dans les conditions opératoires. Toutes ces observations, couplées à une volonté du consommateur de s'affranchir des poudres spécifiques à une machine sont à la base de notre démarche d'analyse de l'impact concret du conditionnement du lit de poudre sur le procédé de fusion laser.

En outre, le procédé SLM nécessite une maîtrise rigoureuse des paramètres permettant de limiter au maximum les défauts classiques d'édification tels que les porosités, fissurations... On se fixe donc pour objectif de comprendre les mécanismes inhérents au procédé SLM, appliqué à l'alliage de Ti6Al4V en particulier, en étant capable de donner une relation entre la microstructure, l'intégrité du matériau, et les conditions opératoires d'édification à l'échelle du cordon unitaire. Les paramètres d'édification devront donc être clairement identifiés, et leurs influences croisées évaluées.

Nous nous intéressons alors aux deux étapes du procédé, à savoir : La mise en forme du lit de poudre, et l'étape de lasage lors de la conception d'un cordon unitaire. L'optimisation de ces deux étapes a pour but de fiabiliser l'édification de pièces, tout en respectant les caractéristiques spécifiées. Ces deux étapes ont clairement un rôle dans le bon déroulement de la construction, et dépendent de la technologie employée. Dans le cadre de cette étude, nous travaillons sur une machine de fabrication 3D

Systems[®] qui intègre un rouleau de mise en forme avec une cinématique spécifique. Les larges cinématiques offertes par cette technologie sont investiguées en détail. Conformément au contexte décrit, cette étude a pour but : (a) la compréhension et la maîtrise des mécanismes de mise en couche par rouleau, propres aux machines SLM Phenix[™] de 3D Systems[®]; (b) l'analyse et la quantification des évolutions morphologiques et microstructurales de cordons de fusion en fonction des paramètres du procédé SLM et des paramètres du lit de poudre; (c) l'élaboration d'un modèle thermique et microstructural représentatif de l'édification de cordons unitaires par le procédé SLM. Une transposition en 2D et 3D constituera la perspective majeure de ce travail. Pour ce faire, le travail de thèse est divisé en 5 chapitres :

- **Chapitre 1** : dans un premier temps, les propriétés physiques et les évolutions microstructurales de l'alliage de Ti6Al4V sont présentées dans ce chapitre. Les évolutions microstructurales et chimiques locales dues aux variations de température sont notamment discutées. Dans une seconde partie, les étapes, les mécanismes et les technologies du procédé de fusion laser sélective sont présentés. Un soin particulier est apporté à la compréhension et à la stabilité des paramètres permettant la fiabilité de l'édification.
- **Chapitre 2** : l'analyse de la poudre de Ti6Al4V utilisée lors de ces travaux, ainsi que les propriétés inhérentes à ce matériau sont répertoriées dans ce deuxième chapitre. Les protocoles de conception des différents types d'échantillons y sont également explicités pour les étapes de mise en couche, et de fusion. Une attention particulière est apportée à l'explication des démarches expérimentales usitées pour la préparation des échantillons en vue de leur analyse. Enfin, les méthodes de caractérisations, et les paramètres définis lors des caractérisations microstructurales y sont détaillés.
- **Chapitre 3** : ce chapitre est axé sur le procédé de mise en couche, c'est-à-dire la partie prè-fusion du procédé. Les différents mécanismes d'étalement et de compaction de la poudre via le rouleau d'application sont investigués dans le but d'avoir accès à un panel de lits de poudre aux propriétés intrinsèques diverses et maîtrisées. Par la suite, un modèle prédictif de la densité relative du lit de poudre en fonction des paramètres de mise en couche, basé sur la théorie des tranches, est mis en place. L'adéquation du modèle avec les résultats expérimentaux sera discutée. La densité relative définie pourra alors être convertie en paramètre d'entrée destiné à une représentation mathématique du lit de poudre obtenu. Cette modélisation permet in fine de prévoir les paramètres intrinsèques locaux des lits étudiés.
- **Chapitre 4** : une fois les mécanismes de mise en couche stabilisés et modé-

lisés, le mécanisme de fusion peut être analysé. Plus précisément, l'impact de la densité énergétique et du lit de poudre sur la morphologie des cordons de fusion obtenus est investiguée. Ce chapitre se focalise ensuite sur l'évolution microstructurale de l'alliage. Les différentes zones fondues et thermiquement impactées sont considérées. Enfin, afin d'éprouver les analyses microstructurales du bain de fusion, une reconstitution des anciens grains bétas est réalisée.

- **Chapitre 5** : le mécanisme de fusion ayant été analysé, une modélisation de ce dernier est proposée dans ce dernier chapitre. Le modèle se base sur une représentation radiative du flux de chaleur volumique apporté par le laser au sein du lit de poudre, dépendant des paramètres évoqués. Le modèle défini dans ce chapitre intègre également un redimensionnement du bain de fusion. Les résultats modélisés sont alors comparés avec les évolutions morphologiques observées dans le chapitre 4. Enfin, un modèle de prédiction microstructurale est couplé à l'évolution thermique, et les résultats générés sont interprétés et comparés aux résultats expérimentaux du chapitre 4.

On gardera à l'esprit les objectifs détaillés dans cette introduction pour les interprétations des résultats. Sachant que ce travail est une contribution à l'échelle de l'édification du cordon unitaire, qu'il s'agira ensuite d'intégrer dans le procédé complet de fabrication de couches par juxtaposition de cordons, puis de volume, par superposition de couches.

Chapitre 1

Étude bibliographique

Sommaire

| | | |
|------------|--|-----------|
| 1.1 | Introduction | 6 |
| 1.2 | Métallurgie du titane et des alliages de titane | 6 |
| 1.2.1 | Le titane | 6 |
| 1.2.2 | Les alliages de titane | 12 |
| 1.2.3 | Le <i>Ti6Al4V</i> | 17 |
| 1.2.4 | Synthèse bibliographique | 24 |
| 1.3 | Fabrication additive directe par fusion de poudre | 25 |
| 1.3.1 | Contexte | 25 |
| 1.3.2 | Technique de fusion sélective laser (SLM) | 29 |
| 1.3.3 | Étude et impact des paramètres sur le matériau | 35 |
| 1.4 | Conclusion et objectifs de thèse | 42 |

1.1 Introduction

La diversité et complexité des évolutions microstructurales du titane et de ses alliages imposent une veille bibliographique des plus conséquente. Nous faisons donc le choix, dans ce premier chapitre, de ne présenter que les propriétés physiques du titane, et en particulier de l'alliage de Ti6Al4V. Ainsi, les différents mécanismes physiques contrôlant l'évolution microstructurale, de même que les phases présentes, sont synthétisés dans une première partie. L'impact de la température, et de la composition chimique, sur la microstructure développée y est notamment discuté. De même, la variation des propriétés physiques de l'alliage en fonction de la température et de la composition chimique fait l'objet d'un intérêt particulier dans le cadre de la modélisation du procédé de fusion laser. Le détail de ce dernier, dans son contexte actuel, fait l'objet d'une deuxième partie. Les étapes, les mécanismes ainsi que les différentes technologies, inhérentes au procédé, y sont étayés, de même qu'une explication succincte du fonctionnement du laser. Enfin, l'intérêt est porté sur les paramètres régissant la fusion laser, en tant que témoins de la maîtrise et de la stabilité de l'édification.

1.2 Métallurgie du titane et des alliages de titane

La compréhension de l'évolution microstructurale de l'alliage de Ti6Al4V couplée à l'impact de la mise en couche lors du procédé de fusion sélective laser demeure l'objectif principal de cette étude. Ainsi, la mise en évidence du potentiel de ce procédé nécessite de contextualiser les évolutions microstructurales des alliages de titane ainsi que l'interaction laser-matière issue du procédé de fusion sélective laser. Ces dernières seront répertoriées dans cette partie.

1.2.1 Le titane

1.2.1.1 Structure cristallographique

Le titane non allié subit, aux alentours de 882 °C, une transformation allotropique lui conférant alors deux formes distinctes (figure 1.1):

- La phase α , stabilisée à basse température, a une structure cristallographique hexagonale pseudo-compacte ($a=0,295$ nm ; $c=0,468$ nm ; $c/a=1,587$ nm). Son rapport c/a est d'ailleurs sensiblement inférieur à 1,633 (valeur théorique de compacité des structures hexagonales compactes d'après la conjecture de Kepler [1]). Le plan de base n'est plus considéré comme le plan atomique de plus haute densité au profit des faces du prisme ou des plans pyramidaux. La grande ductilité des alliages de titane, comparée à d'autres systèmes hexago-

1.2 Métallurgie du titane et des alliages de titane

naux, tels que le zinc ($c/a=1,86$) ou le magnésium ($c/a=1,624$), résulte donc de la multiplication des plans de glissement ou de maillage [2] [3].

- La phase β , stabilisée à haute température, a une structure cristallographique cubique centrée de paramètre de maille $a=0,331$ nm, et est stable jusqu'à la température de fusion vers 1670 °C.

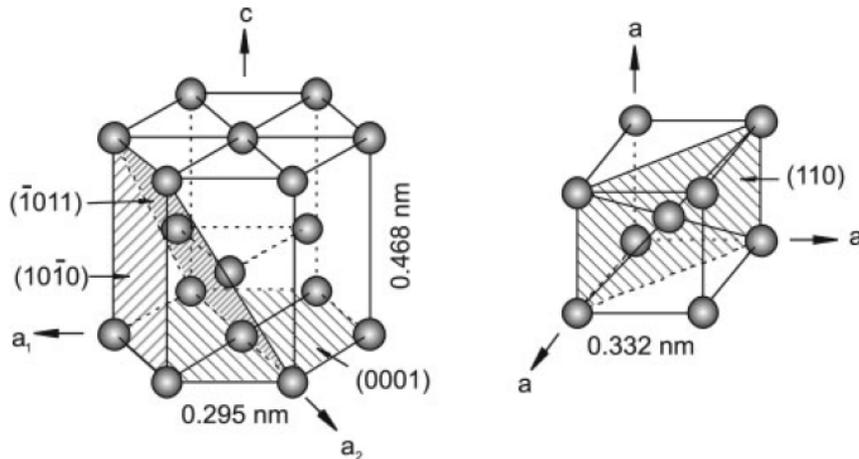


Figure 1.1 – Formes allotropiques du titane, phase α (gauche), phase β (droite) [4]

1.2.1.2 Mécanisme de transition

La température de transition est connue sous le nom de Transus β , ou plus simplement T_β . Cette dernière a tendance à varier selon les éléments d'additions. De type martensitique, le mécanisme de transition s'effectue sans diffusion [5] par un faible déplacement dû au réarrangement de quelques atomes selon le mécanisme proposé par Burgers pour le zirconium [6]. Ainsi, lors du refroidissement de la phase β , les plans de haute densité de la structure cc $\{110\}$ se transforment en plans de base $\{0001\}_{hcp}$ (figure 1.2). Pour ce faire, Burgers considère une égalité des angles définis par les directions $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$ et $\langle 111 \rangle_\beta$. Il fait par la suite coïncider l'une des diagonales $\langle 111 \rangle_\beta$ avec un des axes du domaine hexagonal par rotation de $5,26^\circ$. Enfin, l'ajustement des angles de bases prismatiques sont obtenus par un mécanisme de cisaillement.

La légère augmentation de distance entre les plans de base de la structure hpc, par rapport aux plans $\{110\}$ entraîne une légère distorsion atomique. Il en résulte une contraction de l'axe c, faisant par là même diminuer le ratio c/a . Il est donc possible d'observer une dilatation volumique lors du passage de β à α [4] communément appelée « distorsion de Bain » (figure 1.3).

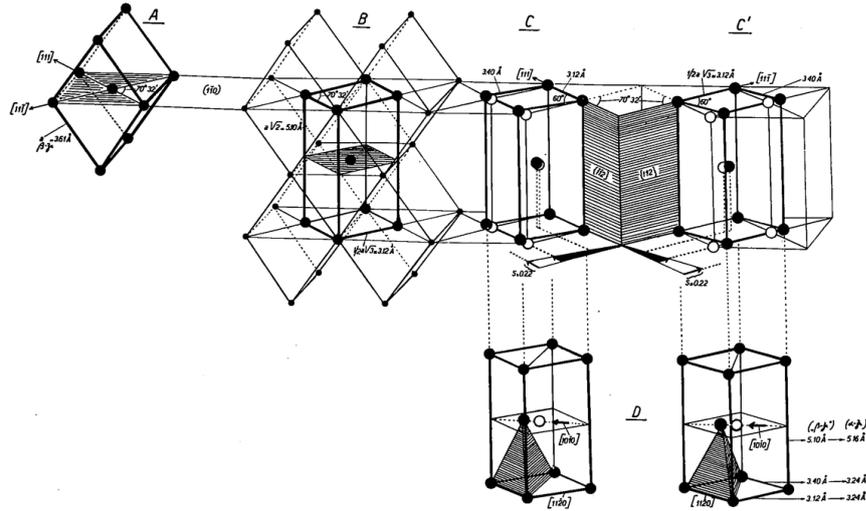


Figure 1.2 – Scéma de transformation du plan de haute densité $\{110\}_{cc}$ en plan de base $\{0001\}_{hcp}$ [6].

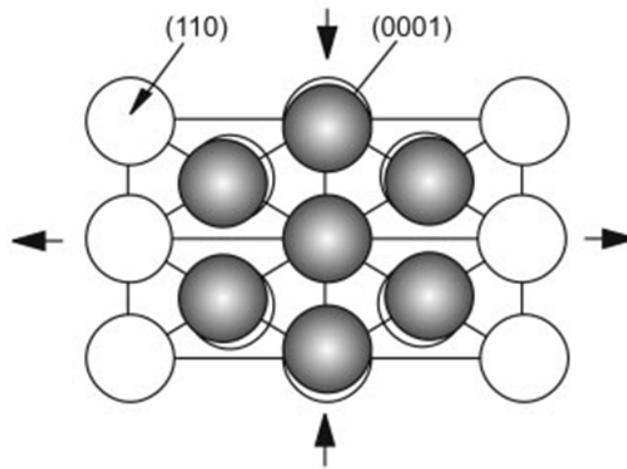


Figure 1.3 – distortion atomique responsable du mécanisme de changement de phase α/β [4].

La correspondance respective entre les plans et directions de glissement β/α peut être représentée par les relations suivantes [7]:

$$\text{Plan } \{110\}_{\beta} // \{0001\}_{\alpha} \quad (1.1)$$

$$\text{Directions } \{111\}_{\beta} // \{11\bar{2}0\}_{\alpha} \quad (1.2)$$

Cette transformation implique un cisaillement avec germination athermique de la phase initiale. Deux cristaux α , de même axe c , désorientés de $10,53^\circ$ (en c) peuvent être obtenus pour chaque plan $\{110\}_{\beta}$ par une maille cubique, un maximum de douze variants d'orientation de la phase α sont théoriquement observables pour un unique grain β (figure 1.4) [8] [9].

1.2 Métallurgie du titane et des alliages de titane

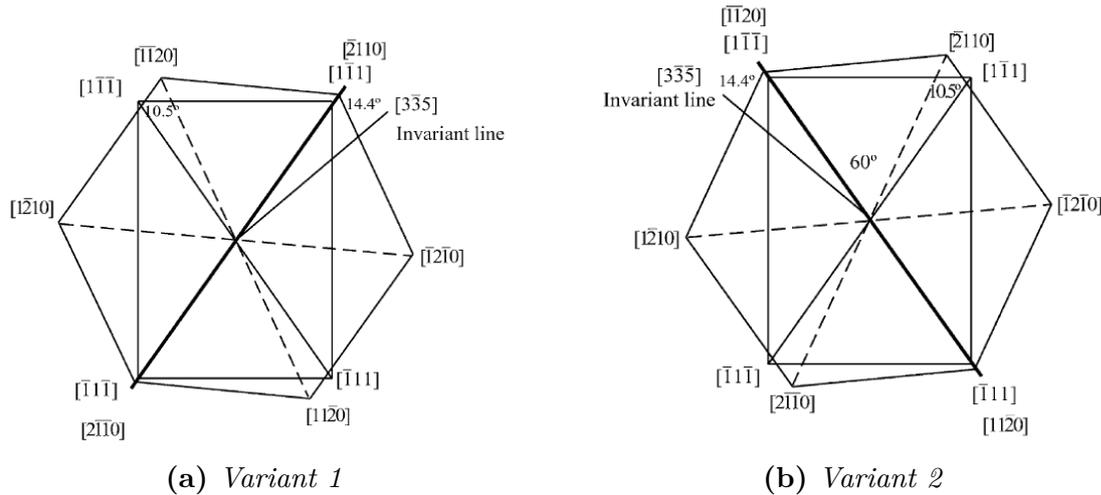


Figure 1.4 – Relation géométrique entre deux variants de même plan basal
[10]

Au sein d'un même grain β , il est donc possible d'obtenir 66 paires de variants. En appliquant les différentes symétries hexagonales, d'aucn peut définir un jeu de 5 relations de désorientations minimales (tableau 1.1) définissant ces 66 paires [11] [12] [13] [14].

Tableau 1.1 – Relation de désorientations minimales entre deux variants provenant d'un même grain β

| Valeur numérique (°) | Valeur analytique | Axe de zone |
|----------------------|--|--|
| 10,525 | $2[\frac{\pi}{3} - \cos^{-1}(\frac{1}{\sqrt{3}})]$ | [0001] |
| 60 | $\pi/3$ | [11 $\bar{2}$ 0] |
| 60,832 | $\cos^{-1}(\frac{2\sqrt{6}-1}{8})$ | d_1 à 80,97 ° de c dans le plan (d_3, c) |
| 63.252 | $\cos^{-1}(\frac{4\sqrt{6}+1}{24})$ | d_2 à 17,56 ° de a dans le plan (a, c) |
| 90 | $\pi/2$ | d_3 à 5,26 ° de a dans le plan basal |

1.2.1.3 Propriétés physiques

Propriétés des phases cristallographiques

Il est avéré que la déformation plastique est facilitée par le passage de l'hexagonal pseudo-compact (hpc) à une matrice cubique centrée (cc), et d'autant plus à une matrice cubique face centrée (cfc). Ceci explique majoritairement l'évolution de la limite de plasticité du titane de structure α et du titane de structure β [4](figure 1.5). En effet, le nombre de systèmes de glissement, soit le nombre de glissements de dislocations, est de 3 pour un hpc contre 12 pour un cc. Ces plans sont par ailleurs énergétiquement favorables à la déformation plastique. En d'autres termes,

plus les plans de glissement sont denses (remplis d'atomes), plus la mobilité de la dislocation est favorisée. Il serait donc logique que les plans de dislocation du système hpc avec une densité de 91 % soient favorisés en termes de déformabilité plastique vis-à-vis des plans cc avec 83% de densité. Cependant, l'énergie nécessaire à la déformation plastique est dépendante de la taille minimale du chemin de glissement, soit $b_{min} = 1.a$ pour hpc et $b_{min} = 0,87.a$ pour un cc. La structure cc est donc bien énergétiquement favorable à la déformation plastique [4].

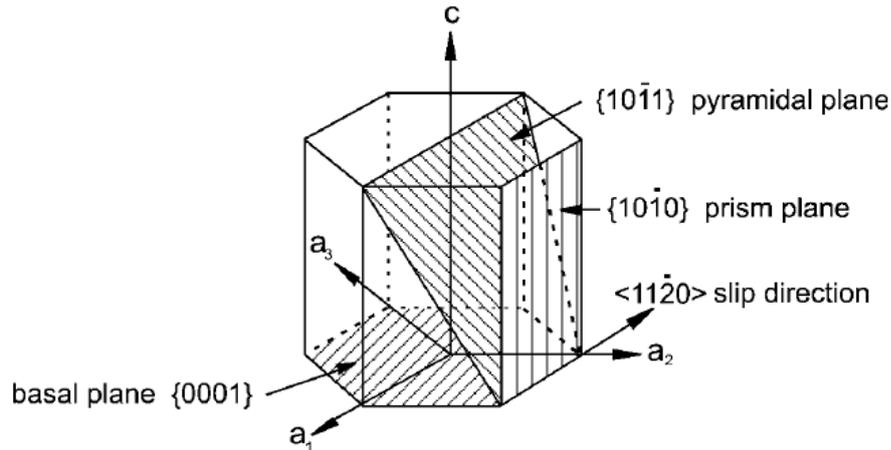


Figure 1.5 – Représentation schématique des plans de glissement potentiels [4].

La densité supérieure de la structure α engendre une diffusion amoindrie comparativement à la structure β . La comparaison entre les coefficients de diffusion et les chemins de diffusion des deux structures à différentes températures en sont un bon exemple [4](1.2).

Tableau 1.2 – Evolution des coefficients de diffusion des espèces en fonction des conditions externes [4]

| | | | |
|----------|--|-----------|-------------------------------|
| 500 °C | $D_{\alpha}=10^{-19} \text{ m}^2/\text{s}$ | Après 50h | $d = 0,8 \text{ }\mu\text{m}$ |
| | $D_{\beta}=10^{-18} \text{ m}^2/\text{s}$ | | $d = 0,9 \text{ }\mu\text{m}$ |
| 1 000 °C | $D_{\alpha}=10^{-15} \text{ m}^2/\text{s}$ | Après 50h | $d = 4 \text{ }\mu\text{m}$ |
| | $D_{\beta}=10^{-13} \text{ m}^2/\text{s}$ | | $d = 40 \text{ }\mu\text{m}$ |

Propriétés du titane

Cette différenciation microstructurale induit des comportements mécaniques et physiques distincts : performance en fluage, déformation à chaud ou encore superplasticité résumés dans le tableau 1.3 [4].

Très réactif à l'oxygène, le titane se passive en créant une couche de TiO_2 le rendant, par là même, réfractaire au chlorure, à la piqûration et à la corrosion

1.2 Métallurgie du titane et des alliages de titane

Tableau 1.3 – Propriétés physiques du titane [4]

| | Propriétés | Unités | Valeurs analytiques |
|-----------------|---|-------------------|---------------------|
| | Type de structure | - | Mg |
| | Symbole de Pearson | - | hP2 |
| | Groupe d'espace | - | $P6_3/mmc$ |
| Z | Numéro atomique | - | 22 |
| M | Masse molaire | g/mol | 47,9 |
| rc | Rayon de covalence | Å | 1,32 |
| ρ_s | Masse volumique (20 °C) | $g.cm^{-3}$ | 4,507 |
| ρ_l | Masse volumique (T_f) | $g.cm^{-3}$ | 4,111 |
| E_i | Énergie d'ionisation | $kJ/g.mol$ | 661 |
| T_β | Température transus | °C | 882 |
| T_f | Température de fusion | °C | 1670 |
| T_{eb} | Température d'ébullition | °C | 3260-3285 |
| ΔH_s | Chaleur de sublimation (20 °C) | J/g | 9800 |
| ΔH_v | Chaleur de vaporisation | J/g | 8890 |
| ΔH_f | Chaleur latente de fusion | J/g | 440 |
| ΔH_{tr} | Chaleur latente transition | J/g | 89 |
| C_{psf} | Capacité thermique massique (20 °C) | $J.kg.K^{-1}$ | 522,5 |
| C_{plf} | Capacité thermique massique (T_f) | $J.kg.K^{-1}$ | 786 |
| λ | Conductivité thermique | $W.m^{-1}.K^{-1}$ | 16,7 |
| α | Coefficient de dilatation thermique (20 °C) | K^{-1} | $8,9.10^{-6}$ |
| γ_{lv} | Tension de surface liquide (T_f) | $N.s/m^2$ | $5,2.10^{-3}$ |
| η | Viscosité dynamique du liquide (T_f) | N/m | 1,65 |
| Ω_s | Résistivité électrique (20 °C) | $\Omega.m$ | $47,8.10^{-8}$ |
| Ω_l | Résistivité électrique (T_f) | $\Omega.m$ | 172.10^{-8} |
| D_s | Diffusivité thermique | $m^2.s^{-1}$ | $7,7.10^{-3}$ |
| K | Susceptibilité magnétique | $cm^3.g^{-1}$ | $3,2.10^{-6}$ |
| E | Module d'élasticité | GPa | 115 |
| $Rp_{0,2}$ | Limite d'élasticité à 0,2% de déformation | MPa | 260 |
| R_m | Résistance maximale à la rupture | MPa | 350 |
| $A\%$ | Allongement à la rupture | % | 40 |
| N | Coefficient de Poisson | - | 0,33 |

caverneuse. Sa chimie non toxique en fait donc un matériau privilégié pour les applications biomédicales [15]. Sa faible densité et son excellente tenue mécanique à chaud le rendent très compétitif avec les aciers malgré un prix plus élevé. Il est cependant important de noter que ces propriétés sont fortement impactées par l'affinité du titane avec les éléments de types interstitiels. Ainsi, une quantité d'oxygène équivalente est définie par [16] :

$$\%O_{2eq} = \%O_2 + 2 \times \%N_2 + 0,67 \times \%C \quad (1.3)$$

À titre d'exemple, la résistance mécanique peut être majorée de $123MPa$ pour une

augmentation de 0,1% O_{2eq} [16] [17]. Les caractéristiques mécaniques sont définies dans le tableau 1.4.

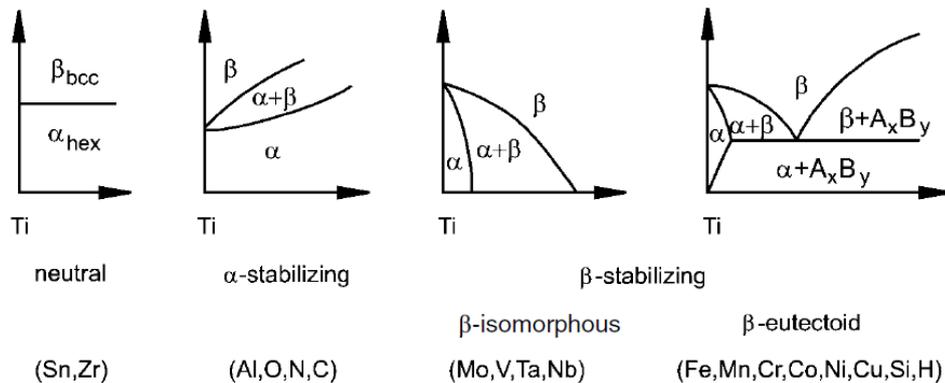
Tableau 1.4 – Propriétés physiques du titane [4]

| % Eléments | Grades | | | | |
|-----------------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| | 1(T35) | 2(T40) | 5(TA6V) | 6 | 7 |
| Azote <i>max.</i> | 0,03 | 0,03 | 0,05 | 0,05 | 0,03 |
| Carbone <i>max.</i> | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 | 0,1 |
| Hydrogène <i>max.</i> | 0,015 | 0,015 | 0,015 | 0,02 | 0,015 |
| Fer <i>max.</i> | 0,2 | 0,3 | 0,4 | 0,5 | 0,3 |
| Oxygène <i>max.</i> | 0,18 | 0,25 | 0,2 | 0,2 | 0,25 |
| Aluminium | - | - | 5,5 à 6,75 | 4 à 6 | - |
| Vanadium | - | - | 3,5 à 4,75 | - | - |
| Zinc | - | - | - | 2 à 3 | - |
| Palladium | - | - | - | - | 0,15 à 0,25 |
| Autre <i>max.</i> | 0,3 total |
| $Rp_{0,2}$ (MPa) | 172 - 310 | 276 - 414 | 840 <i>min</i> | 805 <i>min</i> | 280 - 455 |
| Rm (MPa) | 241 <i>min</i> | 345 <i>min</i> | 910 <i>min</i> | 840 <i>min</i> | 350 <i>min</i> |
| $A\%$ <i>min</i> | 24 | 20 | 10 | 10 | 20 |
| Dureté (Hv) | 120 | 160 | 350 | - | 120 |

1.2.2 Les alliages de titane

1.2.2.1 Éléments d'alliage

Les éléments d'addition ainsi que l'arrangement des phases sont susceptibles d'influencer les propriétés intrinsèques du titane [18]. Ainsi, les propriétés mécaniques peuvent être modifiées par le biais de la solution solide, ou en altérant la morphologie de la microstructure. Les éléments à fort rayon atomique forment préférentiellement une solution solide de substitution, tandis que les petits éléments (C,B,O,H,N) s'insèrent au sein du réseau.



1.2 Métallurgie du titane et des alliages de titane

Les éléments tels que le vanadium ou l'aluminium, majoritaires dans les alliages de titane, favoriseront donc la substitution. De même, la chimie de surface influencera la résistance à la corrosion. Trois types d'éléments d'addition peuvent être distingués selon la phase qu'ils stabilisent. Il s'agit des éléments α -gène, β -gène et neutre (Figure 1.6).

Eléments α -gènes

Les éléments α -gènes préférentiellement insérés ou substitués au réseau cristallin, auront pour effets d'augmenter la T_β . Le Bore, le Gallium et le Germanium en sont des exemples. L'Aluminium, fortement soluble dans les phases α et β reste privilégié. Il permet notamment une amélioration de la résistance mécanique et une diminution de la ductilité par gain du rapport c/a [19]. La composition en Aluminium est d'ordinaire bornée à 6% wt afin de ne pas précipiter Ti_3Al (α_2) fragilisante [20] (figure 1.7).

L'Azote, le Carbone et l'Oxygène, également α -gènes, ont des propriétés similaires, mais sont directement insérés dans les sites octaédriques hcp. Solubles à faible quantité, ils ont respectivement tendance à favoriser la précipitation de nitrures, carbures et Ti_3Al [21].

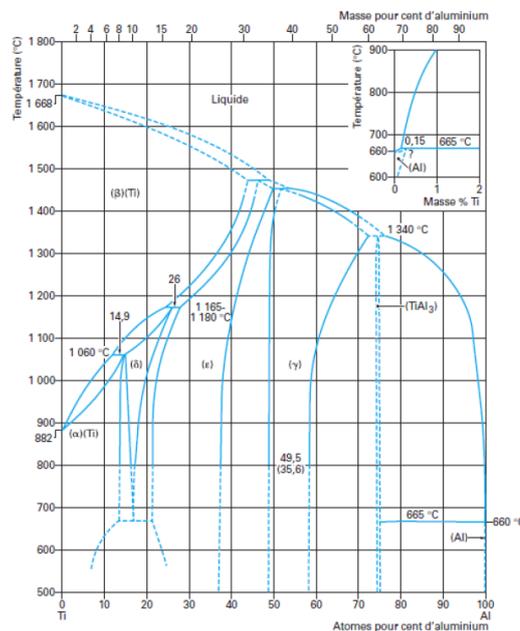


Figure 1.7 – Diagramme de phases des alliages de titane en fonction du taux d'aluminium [4].

La concentration en α -gènes, définie sur la comparaison des pouvoirs durcissants en solution des différents éléments α -gènes est définie par [2] :

$$\%Al_{eq} = \%Al + 10 \times \%O + \frac{\%Sn}{3} + \frac{\%Zr}{6} \quad (1.4)$$

Éléments β -gènes

Les éléments β -gènes peuvent être dissociés en deux sous-catégories :

- Les éléments β -gènes isomorphes, qui sont miscibles en toutes proportions dans la phase β . On y retrouve l’hydrogène, le molybdène, le vanadium et le niobium.

Le Vanadium prévient notamment la fragilisation induite par l’Aluminium en réduisant le rapport c/a dans la phase cc , mais diminue la tenue à l’oxygène. Enfin, la composition en Vanadium est restreinte à un maximum de 20% pour ne pas stabiliser la phase β à température ambiante (figure 1.8).

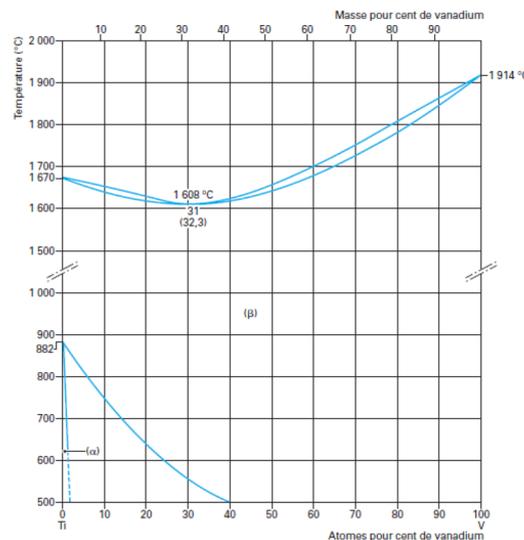


Figure 1.8 – Diagramme de phases des alliages de titane en fonction du taux de vanadium [4].

- Les éléments β eutectoïdes, peuvent former des précipités ; on distingue le fer, le chrome et le silicium pour les éléments couramment utilisés en industrie, le nickel, le cuivre, le manganèse, par exemple, pour des applications plus spécifiques.

La rationalisation des équivalents β -gènes, ou équivalent en Molybdène, peut être définie par la composition pseudo binaire nécessaire à la stabilisation de β métastable après trempe [2] :

$$\%Mo_{eq} = \%Mo + \frac{\%V}{1.5} + \frac{\%Cr}{0.6} + \frac{\%Fe}{0.35} + \frac{\%Cu}{1.3} + \frac{\%Nb}{3.6} \quad (1.5)$$

Éléments neutres

Le zirconium ne formant pas d’intermétallique et n’agissant pas sur la T_β est qualifié d’élément neutre et isomorphe [5]. Avec une forte solubilité dans les phases

1.2 Métallurgie du titane et des alliages de titane

α et β , il permet une amélioration notable de la résistance mécanique et de la ductilité dans les alliages $\alpha + \beta$.

L'étain est un élément neutre eutectoïde soluble en phase α , n'affectant pas la T_β . Couplé à l'aluminium, il agit comme un élément α -gène.

1.2.2.2 Différents types d'alliages

Les alliages obtenus peuvent alors être classés en fonction de la nature des phases présentes à température ambiante. Cette classification peut être mise en évidence par le rapport des concentrations en équivalents Mo_{eq}/Al_{eq} [5] [22]:

- **Classe α** : constitués à 100% de phase α (*TA5E (IMI 317)*). On retrouve ces alliages principalement dans l'industrie chimique pour leurs caractéristiques mécaniques en déformation ainsi que pour leur bonne résistance à la corrosion [4].
- **Classe quasi- α** : avec une faible teneur en β ($\% \beta < 5$) (*IMI 829; TA8DV* ou *Ti6242*).
- **Classe $\alpha + \beta$** : avec une proportion de β comprise entre 5 et 20% (*TA6V; Ti6246*).
- **Classe β riche** : apte à retenir une phase métastable à température ambiante grâce à une trempe (α' ou β_m) qui après traitement thermique se retransforme en phases α et β tout en gardant une proportion de β comprise entre 20 et 25%.
- **Classe β métastable** : apte à retenir la phase β métastable à température ambiante après un refroidissement à vitesse moyenne. Cette phase se retransformera alors en phase $\alpha + \beta$ stable avec une proportion de β comprise entre 25 et 30% (β -cez; *Ti17*).

1.2.2.3 Les phases présentes

La microstructure des alliages de titane dépend du chemin thermique effectué par l'alliage, on parle « de mémoire structurale ». Le mode de refroidissement et la température d'arrêt sont donc les facteurs clés de stabilisation des phases présentes à température ambiante [5] [23] [24].

Les phases β

La phase primaire β est cubique centrée. Il s'agit de la phase stabilisée pour une température supérieure à T_β . De microstructure équiaxe, c'est la température qui induit la taille des grains.

La phase metastable β_m est une phase métastable retenue à l'ambiante avec sa composition chimique à haute température. Elle aura tendance à se transformer en phase α secondaire à haute température ou en phase ω à basse température [2].

La phase stable β_s retenue à l'ambiante, est stabilisée et impossible à retransformer [2], cette dernière est obtenue lors d'un refroidissement lent avec une teneur en vanadium supérieure à 15% [25].

La phase β_t est biphasée, transformée en $\alpha + \beta_m$ lamellaire [2]. Elle provient de la transformation d'un grain β_p en β_m contenant des lattes α .

Les phases α

La phase α_{GB} primaire aux joints de grains se forme aux joints de grains β , par refroidissement faible. Elle se caractérise sous forme de liseré le long du joint de l'ancien grain β .

La phase α_{WGB} primaire de Widmanstätten aux joints de grains se forme également aux joints de l'ancien grain β . Cependant, sa croissance s'effectue de manière intragranulaire. Sa structure en lattes parallèles est propice à la diffusion des éléments α -gènes et β -gènes. Formant ainsi une matrice stabilisante, assurée par les éléments β -gènes tout autour des lattes. Chaque ensemble de lattes forme donc une colonie caractérisée par une orientation propre. Il est avéré que deux colonies d'un même ex-grain β développent une désorientation de l'ordre de 60 °.

La phase α_W primaire de Widmanstätten se forme au sein de l'ex grain β . Cette phase se distingue de la précédente par une germination encrée aux dislocations et défauts de grain. À l'instar de α_{WGB} , la vitesse de refroidissement détermine la taille des lattes.

La phase α_p primaire nodulaire présente pendant le traitement thermomécanique ou thermique, à l'équilibre à haute température [2]. Elle ne subit que peu de transformations lors du traitement dans le domaine biphasé, cependant la croissance des nodules s'accélère lorsque la vitesse de refroidissement est plus lente [26].

La phase α_s secondaire est obtenue par décomposition lente de la phase β_m en phase $\alpha_s + \beta_s$ [2] lors d'un refroidissement de l'ordre de 410 °C/s [27]. Sous forme de lamelles en disposition de Widmanstätten, elle apparaît lors de la germination le long d'un ensemble préférentiel de la matrice β . Elle se caractérise par de fines lamelles α présentes dans les lamelles β .

1.2 Métallurgie du titane et des alliages de titane

La phase martensitique α' est une phase hexagonale comme α , avec la composition chimique de β . Elle s'obtient lors d'une trempe rapide de la phase β , par transformation martensitique de l'ordre de $525\text{ }^\circ\text{C}/\text{s}$ [2]. Elle se présente souvent sous forme de fines lamelles enchevêtrées. Il semble que la transformation α' soit dans un premier temps due à la migration de dislocations (parfaites ou partielles). En effet, cette transformation est accompagnée d'une relaxation des contraintes mises en évidence par un nombre important de défauts d'empilements et de dislocations [27]. L'augmentation de la concentration en éléments β -gènes diminue notablement la température de transformation martensitique (M_s), et peut ainsi empêcher la formation de cette phase. L'alliage de *TA6V* se caractérise par un M_s de l'ordre de $850\text{ }^\circ\text{C}$ et une M_f comprise entre $750\text{ }^\circ\text{C}$ et $650\text{ }^\circ\text{C}$ [17].

La phase martensitique α'' orthorhombique précipite sous contrainte dans β_m [4] [15] contenant 10% de vanadium. Elle s'obtient lors d'une trempe depuis une température avoisinant les $900\text{ }^\circ\text{C}$.

À une température en deçà de T_β , les stabilisateurs des phases α et β sont redistribués ce qui engendre une évolution du pourcentage relatif des deux phases. Le pourcentage volumique de la phase β à la température d'arrêt du cycle de recuit peut être estimé par [28]:

$$\% \beta_{(vol)} = A \cdot \exp(-a(T_\beta - T)) + (100 - A) \quad (1.6)$$

Avec $A = 92.5$; $a = 0.0085$; $T = T_{essai}$

Les phases fragilisantes

La phase ω_{ath} hexagonale formée de manière athermique dans β_m après une trempe [15] arbore des précipités nanométriques.

La phase ω_{iso} formée au cours d'un maintien isotherme à partir de β_m [2] [15] entre 200 et $300\text{ }^\circ\text{C}$ pour un alliage de composition en Vanadium supérieure à 15%.

1.2.3 Le *Ti6Al4V*

Le *Ti6Al4V*, aussi connu sous l'abréviation *TA6V*, est l'un des alliages de Titane les plus utilisés. Il est chimiquement composé à 6% en poids d'aluminium et 4% de vanadium, ainsi que quelques éléments résiduels (tableau 1.5). Il peut également être de type *ELI* (Extra Low Interstitial) lui procurant des teneurs interstitielles sensiblement plus faibles [7].

Tableau 1.5 – Composition chimique du TA6V [4]

| Éléments | Ti | Al | V | Fe | Si | C | O | N |
|----------|----|------|------|-----|------|-----|------|------|
| %w | - | 6,01 | 3,84 | 0,3 | 0,15 | 0,1 | 0,15 | 0,15 |

L'apport d'aluminium permet un durcissement de la phase α via une amélioration de la résistance mécanique et tenue en fluage, tandis que le vanadium améliore la ductilité et diminue la résistance à l'oxygène [7].

1.2.3.1 Cinétique de transformation du Ti6Al4V

La microstructure du TA6V dépend du chemin thermique effectué par l'alliage, on parle de « mémoire structurale ». Le mode de refroidissement et la température d'arrêt sont donc les facteurs clés de stabilisation des phases présentes à température ambiante [5] [2] [24] (figure 1.9).

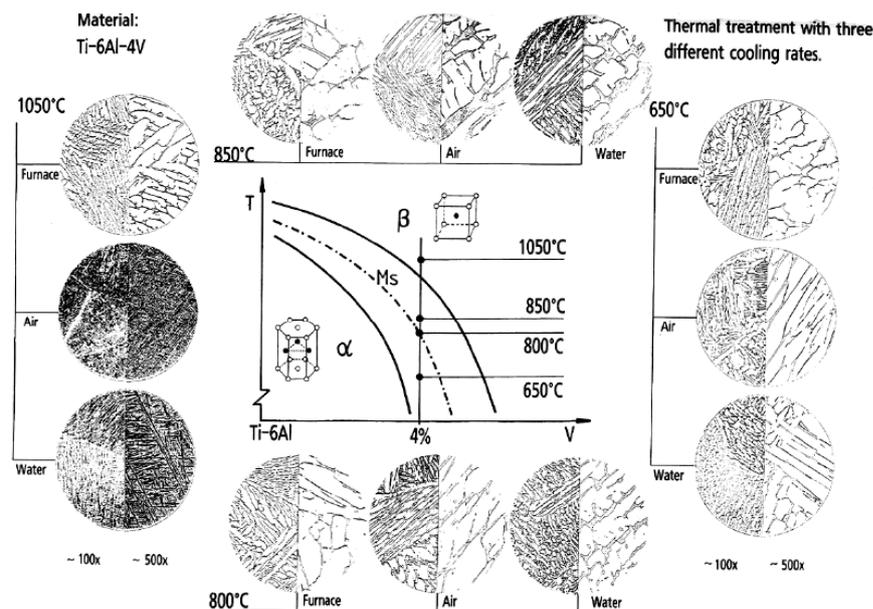


Figure 1.9 – Diagramme de phases du TA6Vx corrélé aux évolutions microstructurales associées [4].

On distingue ainsi trois types de microstructures :

- **La microstructure lamellaire** constituée de lamelles α , dont la taille dépend du palier en température et est inversement proportionnelle à la vitesse de refroidissement imposée [5] [2], enveloppées d'une matrice β .
- **La microstructure équiaxe** constituée de grains α_p dans le cas des alliages de type α , et de grains β_s dans le cas des alliages de type β .
- **La microstructure duplexe** est une combinaison des deux précédentes.

1.2 Métallurgie du titane et des alliages de titane

De manière générale, l'alliage de *TA6V* suit les mécanismes de transformations explicités pour le titane pur, et peut être synthétisé par la figure 1.10 :

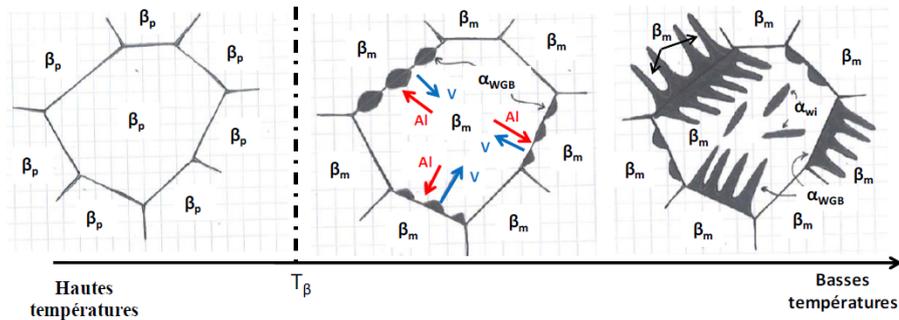


Figure 1.10 – Schématisation de la formation des lamelles α [4].

Les modèles utilisés en calcul structurel sont principalement phénoménologiques afin d'être applicables à une structure plus large [29]. Ne représentant pas de manière explicite la microstructure, ils permettent de déterminer quantitativement les fractions de phases à un point donné du volume étudié [30]. L'interdépendance Temps-Température-Transformation est représentée de manière conventionnelle par les diagrammes de transformation isothermes ou diagrammes *TTT*. Le diagramme *TTT* (figure 1.11) représente les transformations du *TA6V* pour des fractions volumiques de 1 et 50% [31] [32].

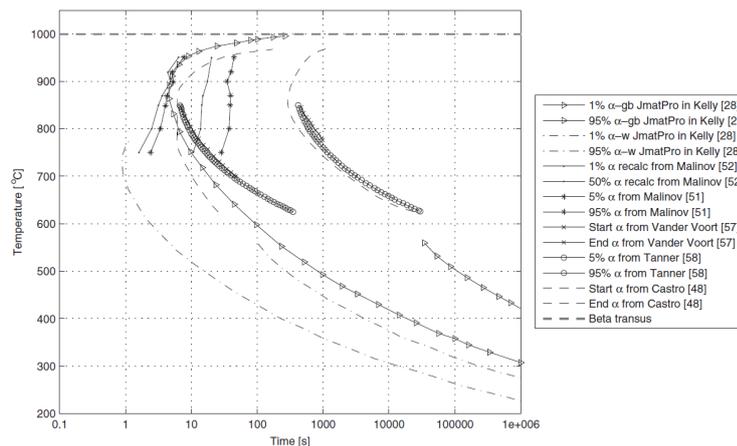
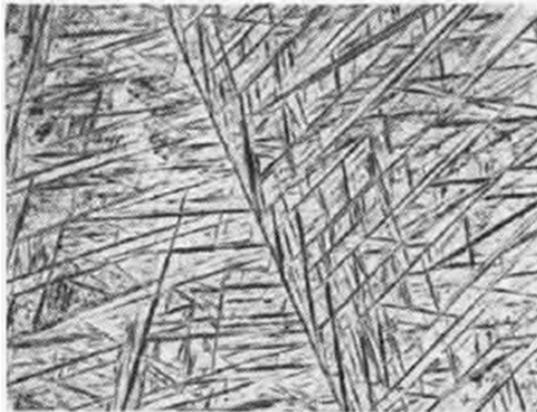


Figure 1.11 – Diagramme *TTT* du *TA6V* d'après la littérature [33].

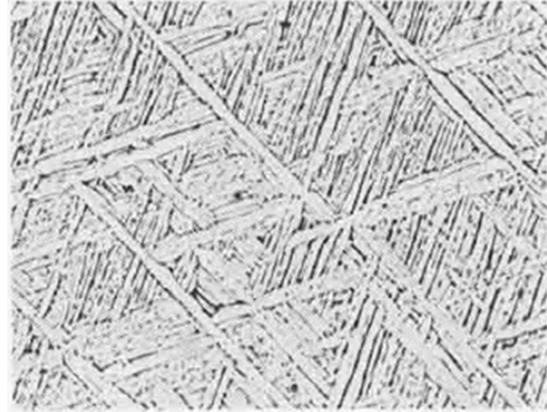
1.2.3.2 Microstructures du *Ti6Al4V*

Dans notre étude, le procédé de fusion laser du *TA6V* n'est pas couplé à un traitement mécanique. Les évolutions microstructurales observées sont donc principalement générées par les effets thermiques.

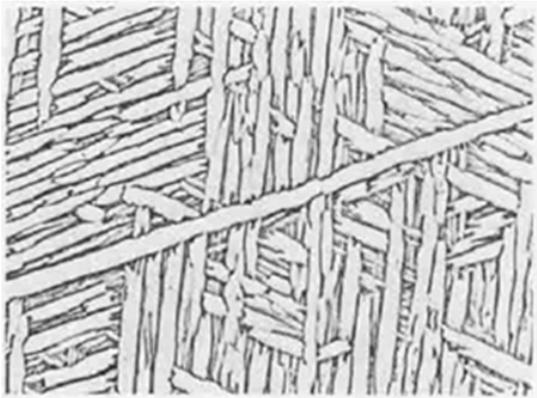
Structures obtenues à partir du domaine β



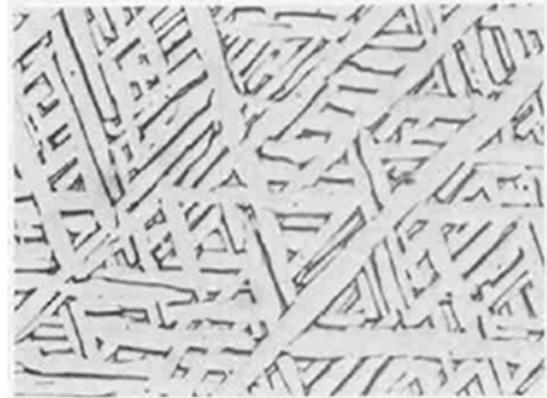
(a) microstructure α' après trempe à l'eau glacée après chauffage à 1050 °C Gr 1250 ×



(b) microstructure vannerie après trempe à l'air après chauffage à 1050 °C Gr 1100 ×



(c) microstructure aiguillée après refroidissement rapide à l'air après chauffage à 950 °C Gr 1100 ×



(d) microstructure aiguillée après refroidissement à 100 °C/min après chauffage à 950 °C Gr 1100 ×



(e) microstructure équiaxe après refroidissement rapide à l'air après chauffage à 950 °C Gr 1100 ×



(f) microstructure équiaxe après refroidissement à 100 °C/min après chauffage à 950 °C Gr 1100 ×

Figure 1.12 – Évolution de la microstructure du TA6V en fonction des traitements thermiques associés [2]

1.2 Métallurgie du titane et des alliages de titane

- Pour un domaine contenant peu d'éléments β , l'alliage subit, via une trempe, une transformation martensitique partielle. Le point M_s étant supérieur à la température ambiante, la phase α' conservera la composition chimique de la phase β , avec une structure hexagonale. Cette dernière peut être durcie par un maintien à température élevée.
- Pour un domaine plus concentré en éléments β -gènes, la phase β peut être maintenue à l'ambiante sous forme métastable (β_m) via une trempe énergétique. La température du point M_s est alors inférieure à la température ambiante. La phase β_m peut également être durcie par recuit. Pour une phase β_m plus stable, la phase α'' peut être obtenue par déformation plastique à température ambiante (martensite mécanique d'écrouissage).
- Les alliages totalement stables, sont quant à eux inaptes aux traitements thermiques [2].

Lors d'un traitement à température supérieure à T_β , les grains β augmentent avec la durée et la température du traitement. Lors d'un refroidissement, il y a tout d'abord précipitation de la phase α aux joints de grains β/β puis au sein même des grains β (figure 1.12 et 1.13).

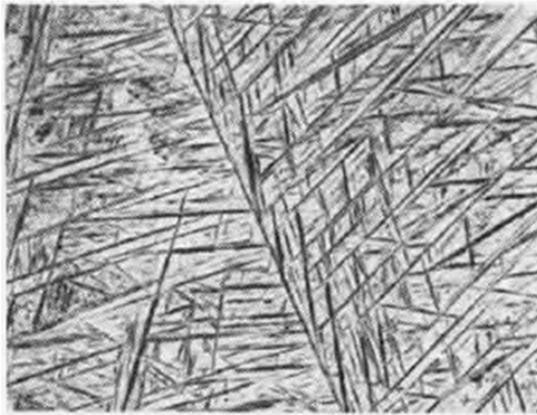
Structures obtenues à partir du domaine $\alpha + \beta$

La phase α ne subit pas de modifications mais altère le mécanisme de germination.

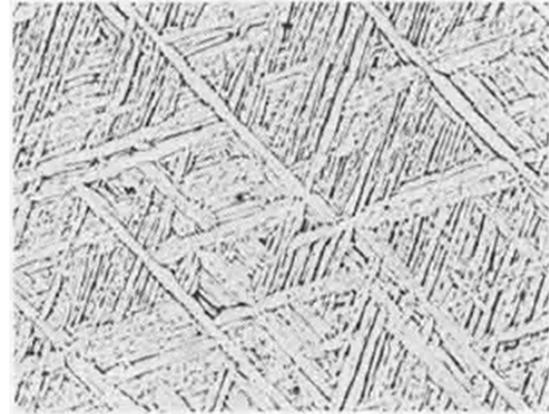
- La phase $\alpha + \alpha'$ est obtenue par trempe rapide depuis le haut du domaine $\alpha + \beta$.
- La phase $\alpha + \beta_t$ s'obtient en refroidissant légèrement moins vite que précédemment afin de permettre la décomposition de la phase β .
- Enfin, la phase $\alpha + \beta$ stable s'obtient par chauffage à basse température puis refroidissement très lent [2].

Structures obtenues à partir du domaine α

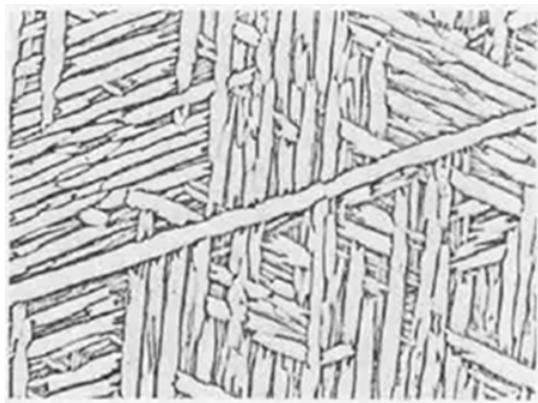
Les traitements thermiques appliqués dans ce cas ne permettent que d'effectuer un recuit afin de relaxer les contraintes ou homogénéiser la structure écrouie via une recristallisation [2]



(a) microstructure α' après trempe à l'eau glacée après chauffage à 1050 °C Gr 1250 \times



(b) microstructure vannerie après trempe à l'air après chauffage à 1050 °C Gr 1100 \times



(c) microstructure aiguillée après refroidissement rapide à l'air après chauffage à 950 °C Gr 1100 \times

Figure 1.13 – Évolution de la microstructure du $TA6V$ en fonction des traitements thermiques associés [2]

1.2.3.3 Propriétés du $Ti6Al4V$

La forte dépendance des propriétés physiques et microstructurales du $TA6V$ à la température rendent la modélisation de ce dernier des plus complexes. Le tableau 1.6 référence les principales propriétés physiques de l'alliage de $TA6V$ à température ambiante.

La méthode conventionnelle de détermination de la T_β par méthode de disparition de phase a été remplacée par des modèles calculatoires. Dans cette étude, la prédiction de T_β par intégration d'un réseau neuronal artificiel décrite par [34] [35] est considérée. T_β est ainsi définie par l'équation 5.46 avec une précision de $\pm 27\text{ °C}$.

1.2 Métallurgie du titane et des alliages de titane

Tableau 1.6 – Propriétés physiques du TA6V [4]

| | Propriétés | Unités | Valeurs analytiques |
|---------------|---|-------------------|---------------------|
| M | Masse molaire | g/mol | 46,7 |
| ρ_s | Masse volumique (20 °C) | $g.cm^{-3}$ | 4,520-4,430 |
| ρ_l | Masse volumique (T_f) | $g.cm^{-3}$ | 4,20 |
| T_β | Température transus | °C | 980-995 |
| T_f | Température de fusion | °C | 1675 |
| T_{eb} | Température d'ébullition | °C | 3285 |
| $C_{ps.f}$ | Capacité thermique massique (20 °C) | $J.kg.K^{-1}$ | 610 |
| $C_{pl.f}$ | Capacité thermique massique (T_f) | $J.kg.K^{-1}$ | 986 |
| λ | Conductivité thermique | $W.m^{-1}.K^{-1}$ | 5.8-7.1 |
| α | Coefficient de dilatation thermique (20 °C) | K^{-1} | $8,9.10^{-6}$ |
| η | Viscosité dynamique du liquide (T_f) | $N.s/m^2$ | $5,2.10^{-3}$ |
| γ_{lv} | Tension de surface liquide (T_f) | N/m | 1,38 |
| Ω_s | Résistivité électrique (20 °C) | $\Omega.m$ | $47,8.10^{-8}$ |
| Ω_l | Résistivité électrique (T_f) | $\Omega.m$ | 172.10^{-8} |
| D_s | Diffusivité thermique | $m^2.s^{-1}$ | $7,7.10^{-3}$ |
| E | Module d'élasticité | GPa | 106-114 |
| $Rp_{0,2}$ | Limite d'élasticité à 0,2% de déformation | MPa | 990-1050 |
| R_m | Résistance maximale à la rupture | MPa | 1050-1140 |
| $A\%$ | Allongement à la rupture | $\%$ | 49 |
| N | Coefficient de Poisson | - | 0,33 |

$$T_\beta = 882 + 21.1\%Al - 9.5\%Mo + 4.2\%Sn - 6.9\%Zr - 11.8\%V - 12.1\%Cr - 15.4\%Fe + 23.3\%Si + 123\%O \quad (1.7)$$

Avec les % massiques respectifs des éléments d'alliages.

L'évolution de M_s , quant à elle, également exprimée par une équation multicomposants, se base sur un modèle thermodynamique d'après [17], et peut être définie par l'équation 1.8:

$$M_s = 1156 + 15\%Al - 49\%Mo - 7\%Zr - 37\%V - 96\%Cr - 150\%Fe + 17\%Nb \quad (1.8)$$

Avec les % massiques respectifs des éléments d'alliages.

La dépendance de la capacité calorifique à la température a été considérablement étudiée pour l'alliage de *TA6V*. Un fit polynomial des données obtenues par [16] présentant un coefficient de corrélation de 0.9999 définit cette évolution par l'équation 1.9:

$$C_p = \begin{cases} 0.2226 \times T + 551, & \text{pour } T < 1600 \text{ } ^\circ\text{C} \\ 895, & \text{pour } T > 1600 \text{ } ^\circ\text{C} \end{cases} \quad (1.9)$$

Avec T la température en $^\circ\text{C}$ et C_p la capacité calorifique en $\text{J}/\text{Kg}/\text{C}^\circ$.

De même, l'évolution de la masse volumique peut être définie, avec un coefficient de corrélation de 0.9996, par l'équation 1.10:

$$\rho = \begin{cases} -0.1415 \times T + 4433, & \text{pour } T < 1600 \text{ } ^\circ\text{C} \\ 4201, & \text{pour } T > 1600 \text{ } ^\circ\text{C} \end{cases} \quad (1.10)$$

Avec T la température en $^\circ\text{C}$ et ρ la masse volumique en Kg/m^3 .

Enfin, d'après Tricot [16], l'évolution de la conductivité thermique est définie par la même méthode (équation 1.11), avec un coefficient de corrélation de 1, par

$$\lambda = \begin{cases} -4.36 \times 10^{-6} \times T^2 + 125 \times 10^{-3} \times T + 9.673, & \text{pour } T < 1200 \text{ } ^\circ \\ 18.55, & \text{pour } T > 1200 \text{ } ^\circ \end{cases} \quad (1.11)$$

Avec T la température en $^\circ\text{C}$, λ la conductivité thermique en $\text{W}/(\text{m}\cdot^\circ\text{C})$.

1.2.4 Synthèse bibliographique

Nous avons décrit, dans cette synthèse, les propriétés physiques générales du titane et de l'alliage de *TA6V* en particulier. La microstructure du *TA6V* y est particulièrement détaillée et l'interprétation des micrographies des cordons d'édification, explicité dans la section 1.2.2, reprend une grande partie de ces éléments. La thèse porte sur le procédé de SLM qui génère des sollicitations thermomécaniques extrêmes, et nous nous contentons cependant de données établies dans les conditions statiques, voire même à froid. Le manque d'adéquation entre les données disponibles et les conditions d'utilisation du matériau pendant le procédé est en somme discuté. Ces conditions d'utilisations sont détaillées dans la partie suivante.

1.3 Fabrication additive directe par fusion de poudre

Bien que très compétitif vis-à-vis des aciers, le prix élevé de l'alliage de *TA6V* limite son utilisation d'un point de vue industriel. Les pertes engendrées lors de l'usinage, couplées à l'usage des outils de découpe, sont les principaux axes de diminution des coûts [36] [37]. De nombreuses recherches se concentrent alors sur la conception « net shape » via notamment le procédé de fabrication additive [26] [38].

1.3.1 Contexte

1.3.1.1 Histoire

La fabrication directe décrit l'ensemble des procédés d'obtention de produits à partir de données numériques *3D*. Les techniques de fabrication directe pour métaux voient le jour vers 1971 avec *Ciraud* [39], considéré alors comme le précurseur des procédés *3D* de revêtement laser. Il est suivi de près en 1977 par Household qui a décrit alors les concepts de *SLS* et *SLM*. Mais l'actuelle puissance nécessaire aux ordinateurs ainsi que le prix élevé des lasers n'ont pas permis la commercialisation des procédés [40]. C'est en 1986 que Hull, grâce à l'avancée technologique des ordinateurs d'époques, dépose le brevet US4575330 [41] permettant la production de pièces *3D* via le principe de la stéréolithographie et crée la société 3D Systems Inc. De son côté, en 1987, *CarlDeckart*, étudie la possibilité de fusion des poudres par laser, à Austin, université de Texas. Il dépose, par la suite, en 1992, le brevet US5316580 [42]. Ce dernier sera accepté en 1994, date à laquelle la première machine EOS voit le jour, développée par EOS GmbH (en partenariat avec Electrolux). Il faudra attendre 2001 pour que *DTM* (conçu par *Deckart* en 1992 à Austin) soit acquis par 3D Systems Inc. et que le procédé *SLS* voit le jour [43]. Puis en 2003, TRIUMPF introduit alors deux nouvelles machines sur le marché basées sur les procédés de *SLM* et du revêtement laser *3D* [40]. Depuis, la fabrication additive est en plein essor [44], et Wohlers Associates annonce un développement de 30% annuel dans ce domaine [45](figure 1.14).

De nombreux procédés couplés à différents modèles numériques peuvent être utilisés [45]. Le concept de fabrication additive insiste sur le procédé d'apport de matière, par dépôt ou projection de poudre, qui sera consolidé pour former le produit souhaité couche par couche. Le principe de fusion sélective prend en compte les différentes réactions thermiques, ou par rayonnement, au niveau des zones spécifiques à solidifier [46] [47]. Cette technologie additive prend en compte quatre techniques de dépôt distinctes : en lit de poudre, par injection de poudre, par injection filaire et d'autres procédés. Dans notre étude, nous ne nous intéresserons qu'au procédé en lit de poudre [48].

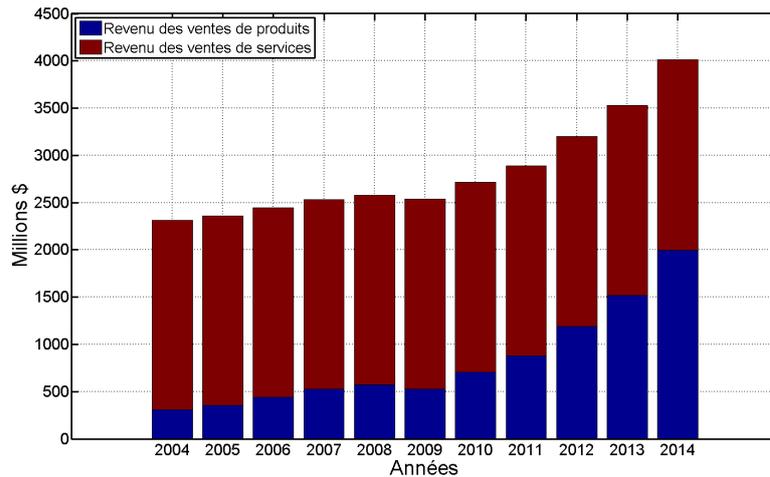


Figure 1.14 – Nombre de machines de fabrication additive vendues chaque année dans le monde [49]

1.3.1.2 Économie

La fabrication additive révèle son potentiel pour la fabrication de pièces à géométries complexes, en petite série et dans des délais courts [50] [51]. Elle s’inscrit dans une démarche de personnalisation généralisée et englobe les procédés de fabrication de produits finis à partir d’un modèle numérique, par l’intermédiaire d’une stratégie couche par couche, cordon par cordon ou encore point par point. Encore loin d’exploiter au mieux tout son potentiel (à peine 4 à 8% [52]) le procédé ne s’illustre que dans trois types d’applications :

- le prototype au sens large,
- la fabrication d’outillage,
- la fabrication de pièces mécaniques fonctionnelles,

L’une des applications phare demeure le prototypage. Sans outillage consacré, il offre quatre grandes opportunités :

La liberté de conception : la clé de ce procédé réside dans son habilité à confectionner des pièces exemptes de toutes restrictions dues aux outillages, de géométries complexes ou encore composites [53] [54]. Une optimisation fonctionnelle, économique et environnementale peut alors être envisagée [55] [56].

L’efficacité environnementale : l’utilisation d’une masse de produit (poudre) proche de la quantité finale nécessaire permet une minimisation efficace de la matière utilisée [57].

La flexibilité : sans outillage, le procédé s’adapte parfaitement aux petites séries. Cette flexibilité permet une production en flux tendu [58].

1.3 Fabrication additive directe par fusion de poudre

La personnalisation : il est possible de s'adapter au plus près des besoins du client via une liberté de conception doublée d'une production flexible.

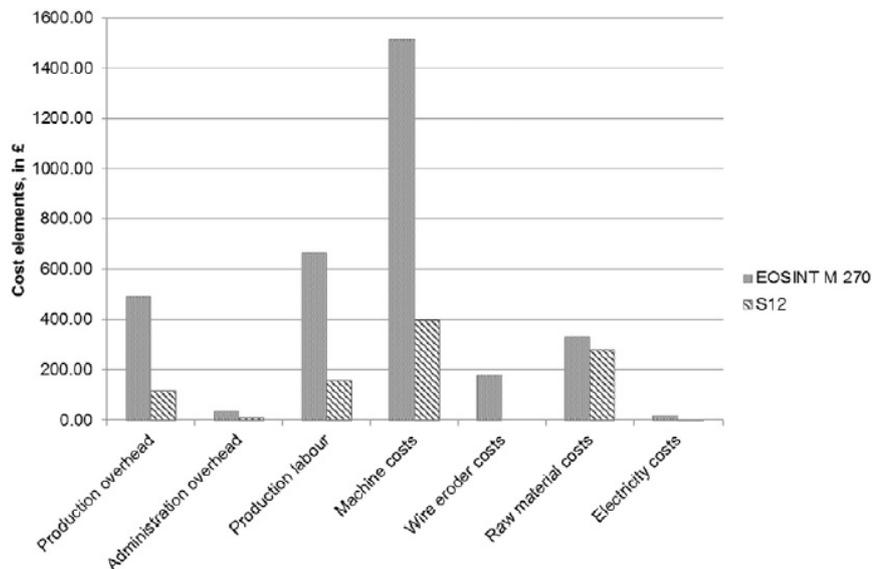


Figure 1.15 – Prix comparatifs pour les machines EBM (S12) et DMLS (EOSINT M 270) [58]

Développée depuis une quinzaine d'années pour les pièces métalliques, la technique se heurte à quelques verrous :

- Le coût de fabrication encore élevé, dû aux frais de machines et de matières premières élevés. De surcroît, même à coût élevé, l'approvisionnement en poudre spécifiée n'est pas forcément facile. La poudre utilisée pour la fabrication additive peut ne représenter qu'une partie limitée de la quantité totale atomisée par le fabricant 1.15.
- Des écarts géométriques non maîtrisés. Ce phénomène est notamment dû à un fort gradient de température qui engendre une augmentation des contraintes thermiques au sein du matériau. Par ailleurs, la solidification rapide, pouvant entraîner l'apparition de phases hors équilibre, le cas échéant, est à l'origine aussi de contraintes liées au changement de volume spécifiques entre phases [59].
- Une méconnaissance des opportunités offertes [60].
- Une définition des normes et des spécifications qui restent à stabiliser de tout point de vue : procédé, poudre, matériaux. La microstructure du TA6V, fabriquée par SLM, n'est à l'heure actuelle pas compatible avec certaines normes portant sur la morphologie des phases α et β (bimodale notamment).
- Les problèmes de texturation rencontrés dans les procédés de mise en forme massifs du TA6V (coulée, forge et laminage), persistent quand même en fabrication additive (par fusion de lit de poudre entre autres), mais à travers des

mécanismes légèrement différents, liés à la croissance épitaxiale des couches successives de poudre. Les efforts sont donc naturellement accés vers un moyen de casser la texture définie par le procédé de SLM, comparativement au forgeage.

Parmi les procédés de fabrication additive, on peut distinguer les procédés par fusion de lit de poudre, parmi lesquels on trouve le frittage sélectif laser, comprenant un frittage en phase solide ou en phase liquide, et la fusion sélective laser, comprenant un mécanisme de fusion partielle ou totale [56]. L'EBM est aussi une technique de fusion par lit de poudre moins communément employée. Parmi les autres procédés, on trouve l'impression 3D, et plus généralement les procédés de direct energy deposition, dont Direct Metal Deposition.

1.3.1.3 Réseaux et projets

Depuis 2010, l'activité de recherche en fabrication additive métallique a cru très fortement et on assiste à une structuration à l'échelle des régions, en France et en Europe, qui deviendront certainement les interlocuteurs privilégiés pour le montage de projet visant à l'industrialisation poussée de ces procédés.

Niveau international

L'intérêt croissant pour les procédés de fabrication additive peut être mis en évidence par le nombre grandissant de sociétés savantes. Nous pouvons, dans un premier temps, citer les trois grands réseaux, à savoir : *Global Alliance of Rapid Prototyping Associations* (au niveau international), *RapidManufacturingplatform* (au niveau européen), et l'association française de prototypage rapide pour la France. Quelques conférences internationales semblent également prometteuses : *VRAP* (Portugal), *iCAT* (Slovénie), *SFF* (USA), *TCT* (Grande-Bretagne) ou encore *Euromold* (Allemagne).

Niveau national

Au niveau national, un certain nombre de laboratoires français tels que : *CdM*, *STAMP*, *LERMPS*, *IRCCYM*, *PIMM*, *CEMEF* sont à la base de divers projets :

Multimat : lancé en décembre 2006 dans le cadre du pôle de compétitivité *Viameca*, le projet *Multimat* est porté par le *CETIM*, l'*ENISE*, l'*EMSE* ainsi que 12 partenaires industriels (tels que *PEP*, *PhenixSystems*, *Siemens*...). Il a pour objectif de concevoir des multi matériaux, multifonctionnels, à partir de

1.3 Fabrication additive directe par fusion de poudre

poudres métalliques, céramiques et cermets. Pour ce faire, deux techniques sont utilisées : le procédé de *SLM* ainsi que la compaction/usinage à grande vitesse.

R2C projet (Réduction des Coûts et des Cycles): débuté en 2003 via *AerospaceValley* (du pôle de compétitivité Aquitaine-Midi-Pyrénées) et *Turbomeca*, il a pour but de réduire les coûts de fabrication de prototypes fonctionnels via l'utilisation de la technique de *SLM* et de nouvelles techniques de finition.

FALAFEL (FUI9) : lancé par le Groupement des Industries Françaises de l'Aéronautique et du Spatial, le projet tente de mettre au point une filière nationale de pointe pour la fabrication additive. Ce projet de quatre ans associera les techniques de projection laser, *SLM* et *EBM* sur lit de poudre ainsi que fusion de fil par faisceau d'électrons.

1.3.2 Technique de fusion sélective laser (SLM)

1.3.2.1 Cycle de fabrication

Émergeant à la fin des années 1990, le procédé SLM (Selective Laser Melting) permet la conception de pièces finies par fusion sélective successive de couches de poudre grâce à l'interaction d'un faisceau laser. Tout d'abord, un logiciel de conception permet de créer numériquement le produit souhaité. Ces données seront alors exploitées par un logiciel de traitement qui divisera la pièce en coupes longitudinales d'épaisseur fixée et ajustera le balayage du faisceau laser. Avant l'initialisation du procédé, il est important de préremplir le (ou les) réservoir(s) d'alimentation. Ces derniers sont équipés d'un piston adapté au débit de poudre nécessaire et peuvent être chauffés par rayonnement infrarouge. Certaines machines sont également équipées de réservoirs de récupération du surplus.

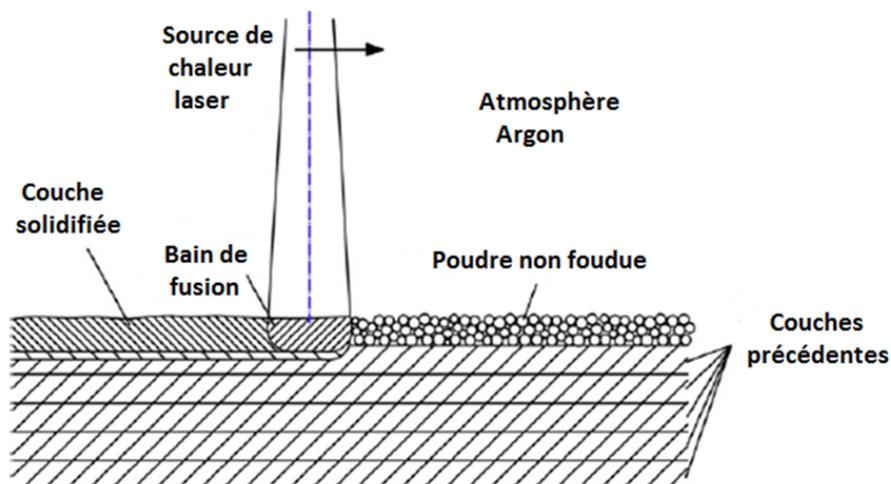


Figure 1.16 – Schéma du mécanisme de fusion d'une couche de poudre [48]

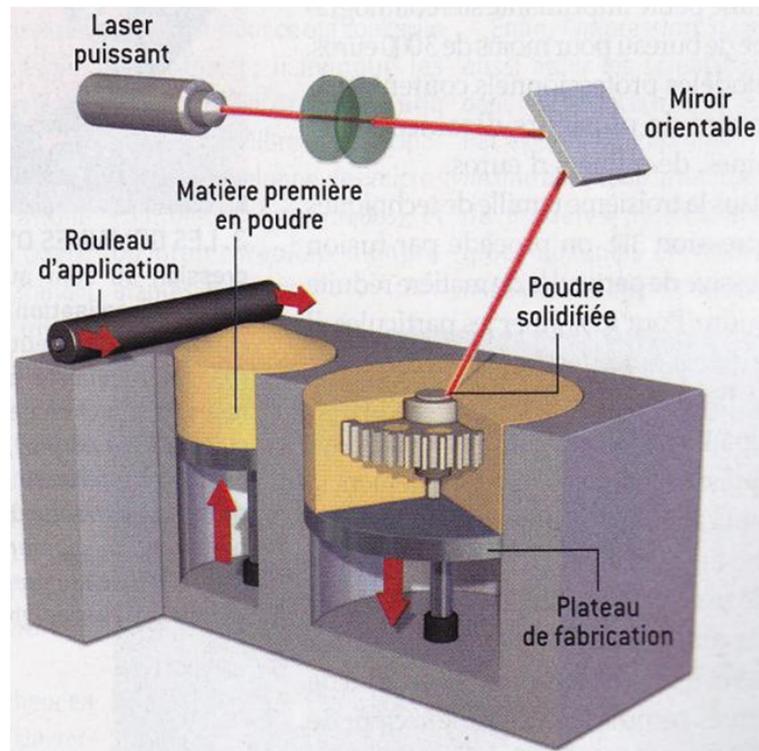


Figure 1.17 – Schéma de fonctionnement d'une machine SLM.

Lors de l'utilisation du procédé SLM appliqué à des matériaux métalliques, il est important de pomper suffisamment l'air présent pour manipuler sous atmosphère contrôlée tel que l'argon afin d'éviter toute contamination. Une fois la première couche de poudre établie, par l'intermédiaire d'un mécanisme de racle/rouleau, le laser, situé au-dessus du substrat (parfois chauffé), balaye la zone souhaitée, grâce à un jeu de miroirs, localement fondue et trempée (figure 1.16). Le substrat descend alors d'un étage (généralement 30 à 100 μm), afin de déposer une nouvelle couche de poudre qui sera elle aussi lasée, et ainsi de suite [52] (figure 1.17). Ce procédé permet d'obtenir des matériaux de densité très élevée (jusqu'à 99,9%) sans nécessiter de post-traitement. Le mécanisme est généralement équipé d'un laser *Nd:YAG* fibre, diode sous vide ou disque laser. La technique de SLM permet donc d'obtenir des produits parfaitement denses en une seule étape. Cependant, un contrôle très précis du procédé est primordial. En effet, le fort gradient de température et le ratio de densification présent lors du lasage imposent de fortes contraintes résiduelles au sein du matériau [46]. Une fois le produit obtenu, il est possible de recycler l'excédent de poudre entourant la pièce. Cette poudre est néanmoins retraitée, au minimum par tamisage, et peut évoluer au niveau de la chimie de la surface. Cette évolution de la poudre fait partie de son cycle de vie. Un des enjeux actuels est de savoir la limite envisageable du nombre de recyclages possibles pour une poudre, permettant de limiter les pertes de matières au maximum.

1.3 Fabrication additive directe par fusion de poudre

1.3.2.2 Système laser

Cavité et milieu amplificateur

Il est possible de distinguer trois éléments majeurs constituant un système laser. À savoir : la cavité, le milieu amplificateur, ainsi que la source d'énergie (pompe).

La cavité est un espace, délimité par deux miroirs en vis-à-vis, permettant la propagation des modes longitudinaux respectant la condition ci-dessous :

$$\forall n \in \mathbb{N}^*, L = n \frac{\lambda}{2} \quad (1.12)$$

Avec L la longueur de la cavité, et λ la longueur d'onde d'un mode longitudinal, ce qui peut être traduit en termes fréquentiels par :

$$\forall n \in \mathbb{N}^*, \nu = n \frac{c}{2L} \quad (1.13)$$

Avec c la vitesse de la lumière dans le vide, et ν la fréquence de vibration accessible au mode de vibration longitudinale.

De plus, en considérant ρ_i , le rayon de courbure du miroir i , la stabilité de la cavité laser est assurée sous réserve que :

$$0 < \left(1 - \frac{L}{\rho_1}\right)\left(1 - \frac{L}{\rho_2}\right) < 1 \quad (1.14)$$

Cette configuration forme un oscillateur optique. Néanmoins, les pertes énergétiques engendrées par l'absorption des miroirs imposent l'utilisation d'un amplificateur de lumière au sein de la cavité. Ce dernier se base sur le phénomène de l'émission stimulée. Dans son état excité, dû à l'absorption d'un photon, l'électron peut interagir avec un nouveau photon de même énergie et se voir contraint de libérer un Boson. En d'autres termes, le photon précédemment absorbé est émis avec une fréquence, phase, polarisation et direction de propagation identiques à celles du photon inducteur.

Il semble évident que le nombre d'atomes excités doit être supérieur au nombre d'atomes non excités pour que le phénomène ait un quelconque effet. Pour assurer cette condition, il est possible de forcer le système à effectuer des inversions de population via un pompage optique (ou électrique). Le niveau minimum d'énergie imposé aux atomes doit être de 3 afin d'éviter une égalité de population et une annulation du phénomène. Lors de ce pompage, l'énergie électrique est transformée en énergie lumineuse dont la fréquence de résonance permet d'atteindre le troisième niveau d'énergie. Enfin, il faut s'assurer que le dépeuplement du deuxième niveau d'énergie soit plus rapide que la désexcitation du niveau 3 vers le niveau 2.

Il est, entre autres, possible de moduler la largeur du spectre amplifié grâce au

milieu amplificateur qui possède une bande passante définie. Comme le démontrent les équations précédentes, en combinant l'application du milieu amplificateur adéquat avec une longueur de cavité, il est possible de sélectionner et d'amplifier une fréquence spécifique. On dit que le dispositif laser est « accordable ». Le soin accordé à la confection des cavités est d'autant plus important que la température est susceptible de faire varier ses dimensions et d'aboutir à une extinction du laser [61].

Fibres optiques

Une fibre optique est un guide d'onde comprenant un cœur, une gaine et une protection. Le choix de la fibre dépendra notamment du mode souhaité ou de la composition de la silice. Cette dernière, dotée d'un indice de réfraction supérieur à celui de la gaine, permet de réduire la propagation de la lumière au cœur par réflexion totale (figure 1.18).

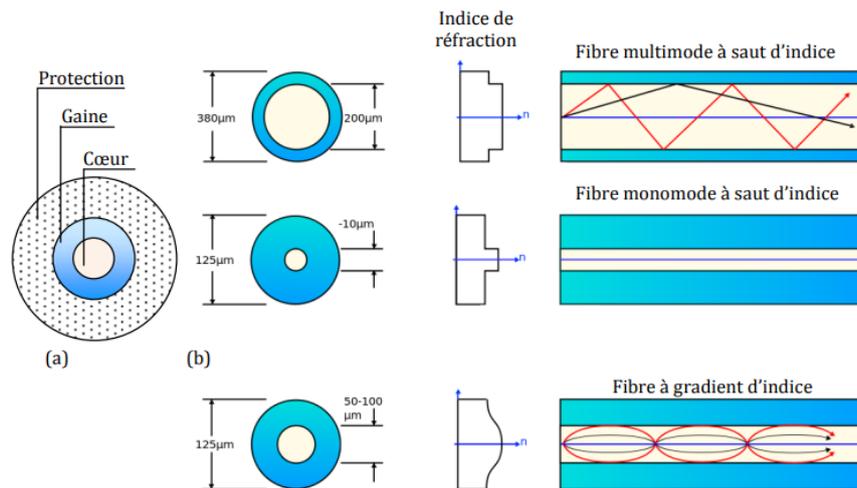


Figure 1.18 – Schéma des différents types de fibres et modulations associées [62]

C'est, entre autres, le paramètre V_m qui permet de déterminer le type (mono ou multi) de mode de la fibre :

$$V_m = \frac{2\pi}{\lambda} d_a \sqrt{n_{coeur}^2 - n_{gaine}^2} \quad (1.15)$$

Avec λ la longueur d'onde du mode TEM (Transverse Electric Magnétique), d_a le diamètre du cœur et n_i l'indice de réfraction du milieu i .

Ainsi, pour $V_m > 2,4$, la fibre est de type multimode, avec un nombre croissant de modes pour une valeur croissante de V_m . La fibre sera monomode pour $V_m < 2,4$. Dans le cas d'un laser fibre, la fibre optique fait office de milieu amplificateur dopé en ions terre-rares. Les miroirs sont alors remplacés par un réseau de Bragg aux extrémités de la fibre [61].

1.3 Fabrication additive directe par fusion de poudre

1.3.2.3 Paramètre du procédé SLM

Il est indéniable que le procédé de *SLM* fait intervenir un certain nombre de paramètres intrinsèques au matériau : la tension superficielle, la granulométrie, la conductivité thermique, la capacité calorifique, l'absorptivité au rayonnement laser, la masse volumique ou encore la composition ; et inhérents au procédé : la puissance du laser, la vitesse de balayage, la température de la poudre, la température de la zone de fusion, la distance inter-cordon, le diamètre du rayon laser, l'épaisseur des couches de poudre, le temps de passage du laser, la pression partielle d'oxygène... [53] [63] L'interaction entre ces différents paramètres reste un important domaine de recherche [64].

Choix de la machine

Tableau 1.7 – Résumé des machines SLM disponibles et paramètres associés

| Fabricant | Machine | Type de fusion | Type de poudre | Épaisseur de couche | Type et puissance laser |
|-------------------------------------|---|----------------|-----------------------|---------------------|--|
| Lit de poudre | | | | | |
| <i>MTT</i> (Grande-Bretagne) | <i>MCP</i> Realizer | Fusion totale | Matériaux métalliques | 30-100 μm | 100 W |
| <i>EOS</i> (Allemagne) | <i>EOSINTM</i> 270 | Fusion | Matériaux métalliques | 20-100 μm | laser fibre 200 W |
| <i>PhenixSystem</i> (France) | <i>PM100 PXS</i> <i>PM250 PXL</i> | Fusion | Matériaux métalliques | 30-80 μm | laser fibre 50-200 W |
| <i>GmbH</i> (Allemagne) | <i>M1 M2</i> <i>M3 linear</i> | Fusion totale | Matériaux métalliques | 20-80 μm | fibre 200 W diode 100 W |
| <i>Trumpf</i> (Allemagne) | <i>TrunaForm</i> <i>LF 250</i> | Fusion totale | Matériaux métalliques | 200-500 μm | <i>HLD</i> 251 250 W |
| Injection coaxiale de poudre | | | | | |
| <i>Trumpf</i> (Allemagne) | <i>TrunaForm</i> <i>DMD 505</i> | Fusion totale | Matériaux métalliques | 0,05-2 mm | Laser CO_2 2 000-6 000 W |
| <i>Optomec</i> (USA) | <i>LENS 850-R</i> <i>DMD 505</i> | Fusion totale | Matériaux métalliques | 0,05-2 mm | Laser fibre 2-5 kW |
| <i>Irepa</i> (France) | <i>Machine</i> <i>rechargement</i> <i>laser</i> | Fusion totale | Matériaux métalliques | | YAG 4,4 kW diode 3 kW pulsé 5,2 kW |

Un large panel de machines existe sur le marché (tableau 1.7). La tendance récente

est de libérer le consommateur du fabricant, du point de vue de la poudre, la stratégie et les paramètres, même si cette ouverture s'effectue moyennant finance. À l'heure actuelle, EOS, leaders du marché et à l'origine du système de chauffage interne, sont les plus vendus dans le monde. Phenix système, quant à eux, se distinguent en proposant un procédé de mise en couche via rouleau breveté offrant une cinétique spécifique plus large que les autres systèmes.

Dans le cadre de cette étude, nous avons utilisé la *PhénixPM100* couplée à un laser fibre *Nd:YAG* de 200W permettant notamment la conception de divers procédés de mise en couche.

Choix de la mise en couche

Le procédé de mise en couche, bien qu'encore peu étudié à ce jour, détermine en partie les propriétés futures du lit de poudre. Divers modes de dispersion de la poudre sont proposés à ce jour : par racle, par rouleau, par trémie. Dans le cas de ces travaux, seule la dispersion par rouleau est étudiée. Ce dernier, en forme de demi-lune, animé d'un mouvement de translation, peut être assimilé à une racle. Il possède également un ensemble de paramètres lui conférant des mouvements de rotation dits « positif » ou « négatif » selon que la rotation s'effectue respectivement dans le sens ou le sens inverse de la translation du rouleau.

Choix de l'épaisseur de couche

L'épaisseur de couche dépend principalement de la granulométrie, de la densité du lit de poudre ainsi que de la machine elle-même [65]. L'épaisseur varie généralement entre 20 et 50 μm et influe sur le temps de fabrication. Il semble que l'augmentation de l'épaisseur accroît les contraintes résiduelles. Ainsi, la qualité de la pièce finale dépendra notablement de l'homogénéité de la couche [46].

Atmosphère et température d'enceinte

Généralement, la fusion s'effectue sous atmosphère contrôlée afin d'éviter toute contamination (sous argon ou diazote). La chambre, quant à elle, peut être chauffée afin d'étuver la poudre ou encore de diminuer les contraintes internes. Dans notre étude, le titane étant fortement réactif avec l'azote, nous travaillerons sous argon et l'édification est réalisée à température ambiante.

Choix du laser

Il est indéniable que la structure (atomique et moléculaire) d'un matériau impose l'absorption d'une bande de longueur d'onde définie. Ainsi, la quantité énergétique

1.3 Fabrication additive directe par fusion de poudre

apportée au système sera régie par le choix de la longueur d'onde selon le matériau utilisé [61].

La section suivante traitera de l'interaction laser/matière, et notamment des absorptivité et réflectivité.

1.3.3 Étude et impact des paramètres sur le matériau

1.3.3.1 Interaction laser/matière

Pénétration du faisceau laser

Il est remarquable que l'énergie transmise par un laser à une poudre dépend grandement de l'épaisseur de couche ainsi que de la granulométrie de la poudre. Dans un matériau métallique, le mécanisme d'absorption est lié aux électrons libres dont l'énergie est proche de l'énergie de Fermi [66]. Contrairement aux matériaux denses, la profondeur de pénétration du rayonnement laser dans un lit de poudre est bien plus importante, à cause du phénomène de réflexion multiple [63]. La difficulté majeure de modélisation de ce phénomène réside dans la variation des géométries de grains et de pores au cours du temps. De plus, l'absorption dépendra également de la longueur d'onde [67]. En effet, le coefficient d'absorption α peut être défini par l'équation 1.16 :

$$a_b \cdot \lambda = 4\pi\kappa \quad (1.16)$$

Avec a_b le coefficient d'absorption, λ la longueur d'onde du faisceau laser, et κ le coefficient d'extinction.

Il est alors possible de déterminer ces deux facteurs en définissant l'intensité de l'onde électromagnétique comme suit (équation 1.17) :

$$I(z) = I_o \cdot e^{-a_b z} \quad (1.17)$$

Avec I l'intensité d'une onde électromagnétique, z la profondeur de poudre, et I_o l'intensité maximale de l'onde.

Pour le titane, par exemple, le facteur d'absorption sera de 0,77 pour une longueur d'onde de 1,06 μm contre 0,59 pour une longueur d'onde de 10,6 μm . Ce phénomène induit donc une plus grande profondeur de pénétration du faisceau. De ce fait, la quantité d'énergie nécessaire est dépendante du diamètre du spot, de sa focalisation, du mode pulsé ainsi que de la stratégie de balayage [46](figure 1.19).

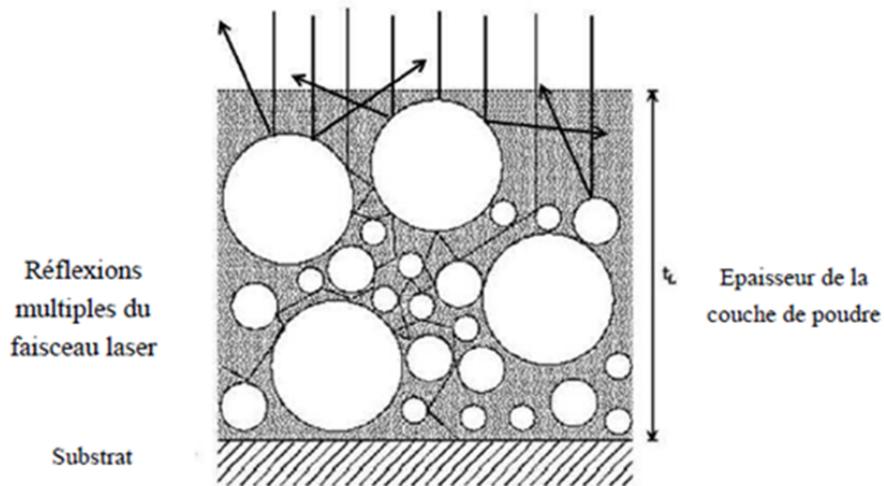


Figure 1.19 – Pénétration optique d'un faisceau laser dans une couche de poudre, avec effets d'orientation et de réflexions multiples.

Les rayonnements les mieux absorbés par le TA6V sont les lasers avec une longueur d'onde de $1,61 \mu m$. Le laser est donc choisi selon cette absorptivité, la densité d'énergie absorbée qui en résulte devrait ainsi être maximale.

Lors de l'édification d'un cordon unitaire, il est possible d'observer trois zones distinctes : une zone fondue où la poudre a totalement réagi, une zone impactée par la température, et enfin, une zone non impactée par la température [38](figure 1.20).

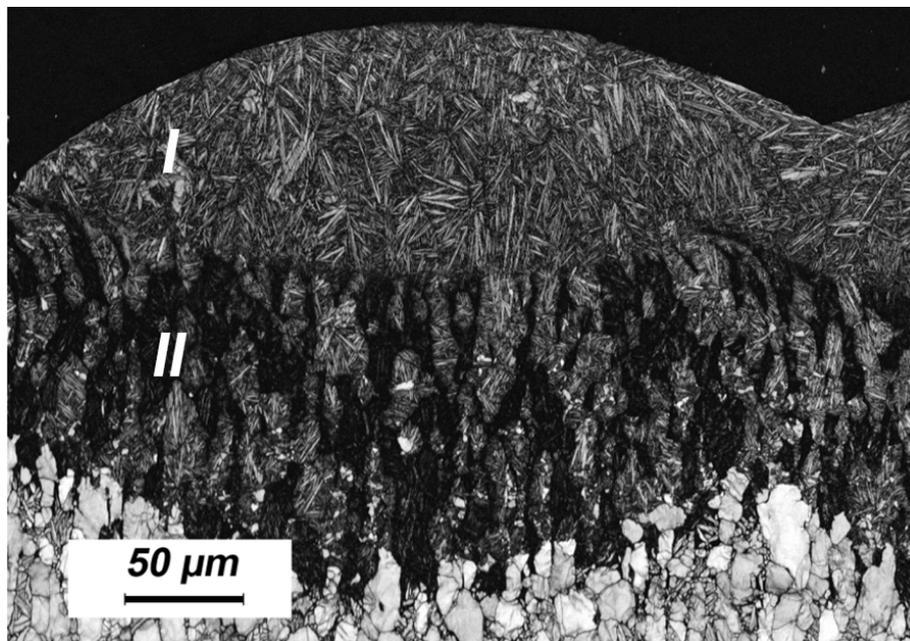


Figure 1.20 – Cartographie EBSD en Bande Contraste représentant les zones impactées par la température lors de la conception d'un cordon unitaire de TA6V. Extraction de traveaux d'analyse microstructurale

La microscopie fine de la zone II provient d'un chauffage par conduction depuis la zone I. Ainsi lorsque le laser irradie la zone de bain de fusion, les phases de la zone

1.3 Fabrication additive directe par fusion de poudre

Il sont chauffées à une température située entre celle de la fusion et la température T_β [63].

Il est avéré que l'interaction entre le laser et la matière dépend grandement de la longueur d'onde du laser et de la composition chimique du matériau. Dans le cas de métaux massifs, le procédé est assimilé à une absorption surfacique, due à l'interaction électrons libres/photons. Il est donc possible de la simuler par une loi exponentielle décroissante [68] en profondeur de type Beer-Lambert, pour des radiations UV ou IR , assimilable à un modèle surfacique de flux de chaleur. On peut donc représenter la dispersion gaussienne du flux en fonction de l'écart à l'axe du laser [69](équation 1.18).

$$I(r) = (1 - R_e)I_o \exp\left(-\frac{2r^2}{\omega^2}\right) \quad (1.18)$$

Avec I la densité de flux ($W.m^{-2}$), R_e la réflectivité de la surface, ω le rayon caractéristique (m), I_o l'intensité maximale du rayon laser ($W.m^{-2}$) et r la distance à l'axe du rayon laser, $\omega = 2,146R$ m avec R est le rayon du spot laser, $I_o = 2P\pi\omega^2$ $W.m^{-2}$ avec P est la puissance laser (W).

Maîtrise du mécanisme de fusion

Il est possible de définir la densité d'énergie surfacique de la façon suivante :

$$dE_s = \frac{P}{v_{bal} \times e_p} \quad (1.19)$$

Avec dE_s la densité d'énergie surfacique en $J.mm^{-2}$, P la puissance laser en W , v_{bal} la vitesse de balayage en $mm.s^{-1}$, et e_p l'épaisseur de couche.

La fusion des couches doit être parfaitement maîtrisée. Une trop faible énergie ne permettra pas de souder les différentes couches entre elles et pourrait par ailleurs augmenter la porosité du matériau [70], une trop forte énergie induira une sublimation de la poudre, tandis qu'une mauvaise optimisation entraînera plutôt une fusion de la poudre des couches précédentes pouvant augmenter les dimensions de la pièce en cours de fabrication, on parle de *BonusZ* [45] [50]. Dans d'autres cas, la tension de surface imposera une instabilité du bain de fusion, ne permettant pas l'obtention de formes régulières lors de la solidification [71](figure 1.21).

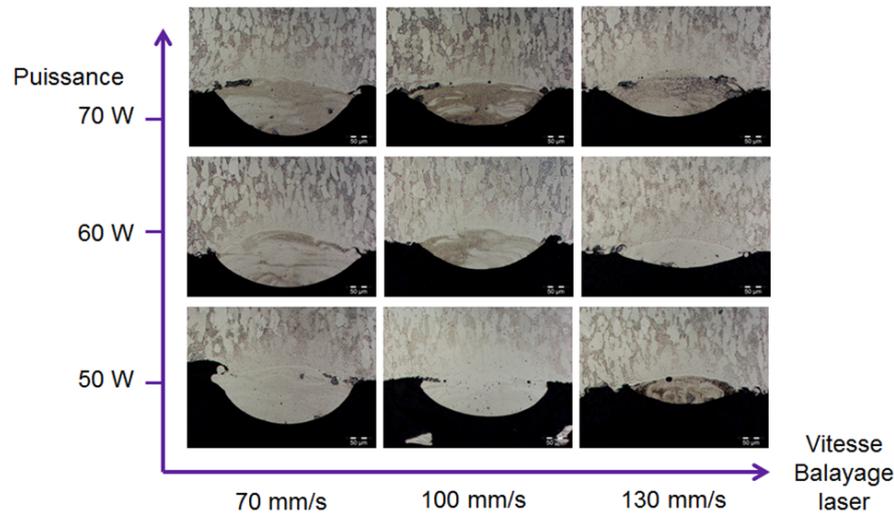


Figure 1.21 – Cartographie EBSD en Bande Contraste représentant les zones impactées par la température lors de la conception d'un cordon unitaire de TA6V. Extraction des travaux d'optimisation des paramètres

À l'état liquide, la tension de surface définit la mouillabilité et l'adhésion du matériau [72]. Lors du dépôt d'une goutte liquide sur un solide, la goutte adoptera une forme particulière résultant de l'équilibre entre les tensions des trois interfaces : solide/liquide (γ_{SL}), liquide/vapeur (γ_{LV}) et solide/vapeur (γ_{SV}) définies par la relation de Young :

$$\gamma_{LV} \times \cos \theta = \gamma_{SV} - \gamma_{SL} \quad (1.20)$$

Ainsi, pour une faible tension superficielle θ , la goutte s'étale facilement, et l'adhésion est forte. Tandis que pour une tension superficielle forte, la goutte est « sphéroïdisée », et l'adhésion est faible. La tension de surface diminue avec l'augmentation de température. Ainsi, la formation du gradient en température dans le bain de fusion induit la formation d'un gradient de tension de surface.

Le bain de fusion doit impérativement mouiller de manière totale et homogène la couche précédente (ou le substrat). Ce résultat n'est obtenu qu'avec une augmentation notable de l'énergie, ce qui, comme nous l'avons vu précédemment, engendre l'apparition d'un gradient de température au sein du bain de fusion. Ce dernier implique la formation d'un gradient de densité, qui au vu de la faible hauteur de couche ne peut être due aux simples forces de Buoyancy [72] [73]. En revanche, la dépendance en température de la tension superficielle va permettre, à travers le principe de thermo-capillarité, d'offrir un potentiel aux mouvements de convection afin de diminuer ce gradient en température. En d'autres termes, c'est l'effet Marangoni que l'on retrouve au sein du bain de fusion, avec le nombre de Marangoni (équation 1.21) comme suit :

1.3 Fabrication additive directe par fusion de poudre

$$M_a = \left[\frac{d\gamma}{dT} \frac{dT}{dx} \frac{2.l_f}{\eta_v} \right] / \frac{D_s}{2.l_f} \quad (1.21)$$

Avec $\frac{d\gamma}{dT}$ la variation d'énergie superficielle en fonction de la température, $\frac{dT}{dx}$ le gradient de température, $2.l_f$ la largeur du bain de fusion, D_s la diffusivité thermique et η_v la viscosité dynamique [74].

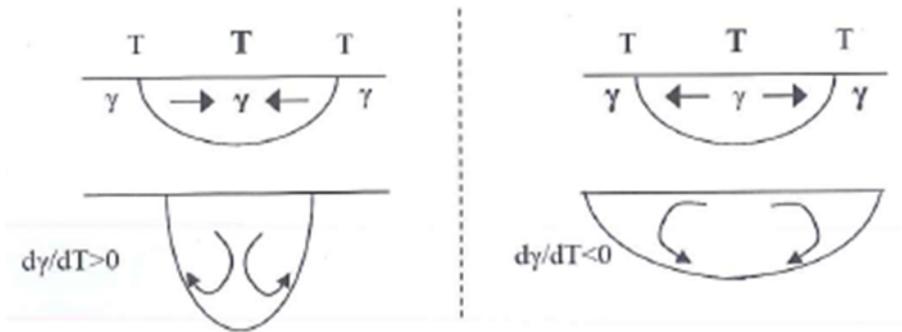


Figure 1.22 – Représentation schématique de l'évolution du mouvement convectif au sein du bain de fusion en fonction du gradient de tension de surface [73]

Ainsi, la répartition spatiale du mouvement de convection dépend de $\frac{d\gamma}{dT}$. De manière générale, $\frac{d\gamma}{dT}$ est négatif, ce qui s'explique physiquement par une diminution d'énergie de surface de la température de liquidus vers la température de vaporisation. Donc le mouvement convectif s'effectue du centre du bain de fusion vers les bords (1.22). Il est important de noter qu'une contamination de l'alliage par une oxydation ou une nitruration engendre une variation de tension superficielle inverse. C'est-à-dire que $\frac{d\gamma}{dT}$ devient positif, et explique ainsi les déformations des vecteurs unitaires [75] [46]. L'apparition d'oxyde diminue aisément la tension de surface. Ainsi, lors d'une oxydation, $\frac{d\gamma}{dT}$ devient positif. Les forces thermocapillaires sont augmentées, le sens de l'écoulement convectif est inversé et nous assistons à la formation de billes par instabilité du bain de fusion, augmentant par là même la porosité.

Il faut également souligner que les capillaires sont sujets à l'instabilité de *Plateau-Rayleigh*, leur imposant de répondre à la condition suivante (1.22), pour rester stable en présence de perturbations harmoniques axiales [46]:

$$\frac{\pi 2.l_f}{L_c} > 1 \quad (1.22)$$

Différentes options s'offrent alors à l'utilisateur afin de stabiliser le vecteur unitaire, à savoir : diminuer la vitesse de balayage [47] ou selon le contact avec le substrat [46], augmenter la puissance laser. De plus, il faut prendre en compte que la construction d'une pièce même $2D$ passera indéniablement par la superposition des vecteurs. Ainsi, la largeur théorique du vecteur unitaire équivalent est bien plus

grande, donc le terme $2.l_f/cL$ est d'autant plus stabilisé. Il est encore possible d'utiliser un laser pulse afin de former un plasma [46]. Enfin, la diminution de l'épaisseur de couche, par diminution de la granulométrie, par exemple, est un moyen de diminuer la dimension du bain de fusion et ainsi de le stabiliser.

1.3.3.2 Comportement de la poudre lors du procédé de SLM

Lien granulométrie et compacité du lit de poudre

En SLM, l'utilisation d'une granulométrie monomodale de $d_{50} = 50 \mu m$ est récurrente. Il faut, à la fois concilier poudres de petite taille afin d'améliorer la cinétique de fusion et de grande taille afin d'améliorer la coulabilité due aux forces de Van-der-Wals [76], quitte à diminuer la précision géométrique. La morphologie de la poudre utilisée dépend de la méthode de conception. Dans le cas du frittage, la densité finale de la pièce augmente lors de l'augmentation de la compacité initiale. On s'attend donc à un résultat similaire en augmentant la densité apparente du lit de poudre. Dans notre cas, nous utiliserons des poudres sphériques afin d'optimiser la compacité du lit de poudre [46]. C'est le type d'empilement adopté par la poudre qui déterminera la densité apparente du lit de poudre. Théoriquement la meilleure compacité obtenue pour des sphères de distribution monomodales est de 74% pour un empilement de type hexagonal compact [77]. Cette valeur est cependant très fluctuante pour des poudres commerciales polydispersées.

Coalescence des grains et densification de la poudre

Afin de minimiser l'énergie surfacique, il y a coalescence des grains à l'état liquide [78]. C'est cette dernière qui permet la densification de la pièce. Lors de la densification, outre les phénomènes de Keyholes, la porosité fermée est principalement induite par la formation de cavités de gaz occluses. Le phénomène de diffusion de ces derniers [79] dépendra en partie de la concentration de gaz. Dans le cas d'une saturation, c'est la tension de surface qui contrôlera l'évolution de la diffusion. Ainsi, le temps de maintien du bain de fusion à l'état liquide (donc la vitesse de balayage) doit être mûrement réfléchi.

Refroidissement et solidification de la matière

Dans un premier temps, le bain de fusion subit une trempe après le passage du laser au contact de l'atmosphère (argon dans notre cas). Puis, lors de la formation des autres couches supérieures, la matière va subir un échauffement par conduction qui diminuera graduellement avec l'augmentation du nombre de couches. Il s'agit alors d'un refroidissement plus lent.

1.3 Fabrication additive directe par fusion de poudre

Stratégie de lasage

Dans la même optique, la stratégie de lasage en soi, est interdépendante du matériau final. Cette dernière peut être décomposée en une succession de cordons unitaires de taux de recouvrement, de direction ainsi que de sens de formation définis [80]. L'homogénéité du procédé de fusion, par exemple, impose un taux de recouvrement de 50 à 70% du diamètre du spot laser. De manière plus générale, la stratégie doit tendre vers une diminution du gradient de température global afin d'augmenter la densité et l'homogénéité microstructurale.

La refusion de la couche inférieure (ou du substrat) induit une forte tendance épitaxiale lors de la croissance des grains. De plus, la conduction thermique dans la direction z engendre une croissance colonnaire des grains dans cette direction (figure 1.23). Cette croissance colonnaire est observable en *SLM* [50] ainsi que pour les procédés de fabrication laser par poudre projetée [63]. L'addition d'éléments favorables à la germination peut limiter cette morphologie de croissance colonnaire.

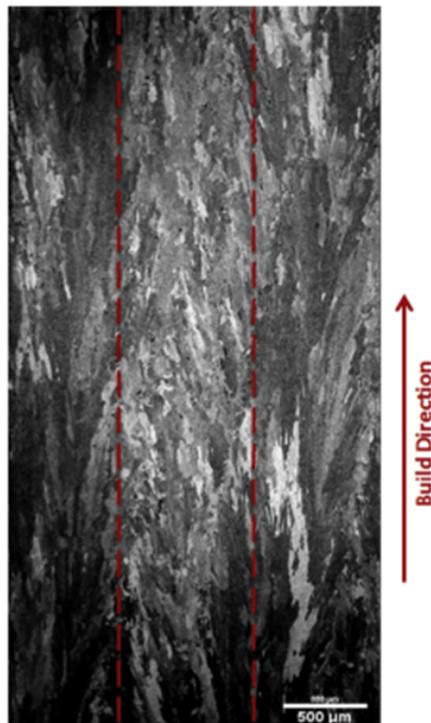


Figure 1.23 – *Microstructure post-SLM avec croissance épitaxiale due au gradient de température [50]*

L'influence de la vitesse de balayage semble ainsi être un facteur capital pour l'état de surface de la pièce. En effet, une faible vitesse de balayage permettra une refonte plus efficace des cordons adjacents. Il est de ce fait possible de diminuer la rugosité de surface, car cette même refonte induit un taux de recouvrement plus important lors du passage du laser [50]. Entre autres, l'état de surface peut être

amélioré via un ajustement de la granulométrie des particules, ou encore l'utilisation de tribofinitions.

1.4 Conclusion et objectifs de thèse

Dans ce premier chapitre, la synthèse des aspects, du matériau et du procédé, étudiés dans cette étude est effectuée. Les principaux paramètres influençant l'histoire thermomécanique vus par le matériau y sont dégagés.

Intrinsèquement, le TA6V possède une microstructure complexe. L'héritage des textures lors de la transformation $\alpha/\beta/\alpha$ demeure un verrou fort, propre à cet alliage. La nécessité d'analyse fine de la microstructure des cordons unitaires, provient donc du chemin thermique extrême, vu par l'alliage, imputé par le procédé SLM. L'évolution et la méconnaissance des paramètres physiques du matériau hors équilibre, sont autant de variables expliquant la divergence des modèles analytiques. L'interaction laser/matière, et notamment le mécanisme de pénétration du laser au sein du lit de poudre par réflexions multiples, souligne l'impact du corps granulaire sur le mécanisme de fusion. Entre autres, la spécificité de la cinétique du rouleau, proposé par les machines Phenix Système, donne accès à un large panel de stratégie de mise en couche.

Le procédé SLM impose ainsi l'étude du même matériau, et les paramètres associés, sous deux formes distinctes, à savoir :

- sous forme granulaire, lors du procédé de mise en couche
- en masse, une fois le dispositif de lasage engagé, et la structure densifiée

La présente étude expose, dans le chapitre 2, les méthodes nécessaires à l'analyse de ces deux points. Par la suite, dans le chapitre 3, le mécanisme de mise en couche du lit de poudre par approche expérimentale et numérique couplées, est abordé, en se basant sur l'objectif idéal d'une densité optimisée et la détermination des paramètres locaux à l'échelle du laser. Le chapitre 4 est consacré à l'influence du procédé sur la microstructure en tentant de la relier aux paramètres du procédé. Enfin le chapitre 5 présente une approche numérique des effets couplés thermiques et microstructuraux en les confrontant aux résultats de la partie 4. L'étude tend à proposer, dans ces conditions, la prédiction des microstructures et macrostructures en fonction des paramètres du procédé.

Chapitre 2

Méthodes expérimentales

Sommaire

| | | |
|------------|---|-----------|
| 2.1 | Introduction | 44 |
| 2.2 | Poudre de TA6V | 44 |
| 2.2.1 | Paramètres intrinsèques | 44 |
| 2.2.2 | Répartition statistique | 46 |
| 2.3 | Conception des échantillons | 48 |
| 2.3.1 | Système d'étude du conditionnement de la poudre | 48 |
| 2.3.2 | Irradiation laser | 50 |
| 2.4 | Caractérisations microstructurale et morphologique | 51 |
| 2.4.1 | Préparation métallographique | 51 |
| 2.4.2 | Microscopie | 51 |
| 2.5 | Conclusion | 57 |

2.1 Introduction

Dans cette partie, les différents matériaux et techniques expérimentales utilisées pendant la thèse sont présentés. Les intérêts et les limitations de ces derniers y sont commentés.

L'obtention de pièces de *TA6V* par SLM est régie par un procédé en deux étapes : une mise en couche du lit de poudre appliqué via un rouleau et la fusion de la poudre par irradiation laser. Ce chapitre développe notamment les procédés de conception des échantillons étudiés et traite des méthodes d'acquisition des résultats expérimentaux. L'analyse des matériaux propres à cette étude et notamment les particules constitutives du lit de poudre est exposée dans une première partie. Par la suite, les conditions de conception des échantillons étudiés, à savoir : lits de poudre et cordons unitaires, sont détaillées dans une deuxième partie afin de montrer l'impact de la mise en couche sur les alliages obtenus post-SLM. Enfin, les moyens de caractérisation, à l'instar des préparations pré-analyses, sont explicités dans une troisième partie de ce chapitre.

2.2 Poudre de TA6V

La poudre de *TA6V*, spécifiquement choisie pour sa compatibilité avec la machine phénix PM100 utilisée lors de ces travaux, est obtenue par atomisation sous argon et fournie par la société TLS-Technik. La composition chimique de cette dernière est décrite dans le tableau 2.1.

Tableau 2.1 – *Composition chimique de la poudre de TA6V d'après TLS-Technik*

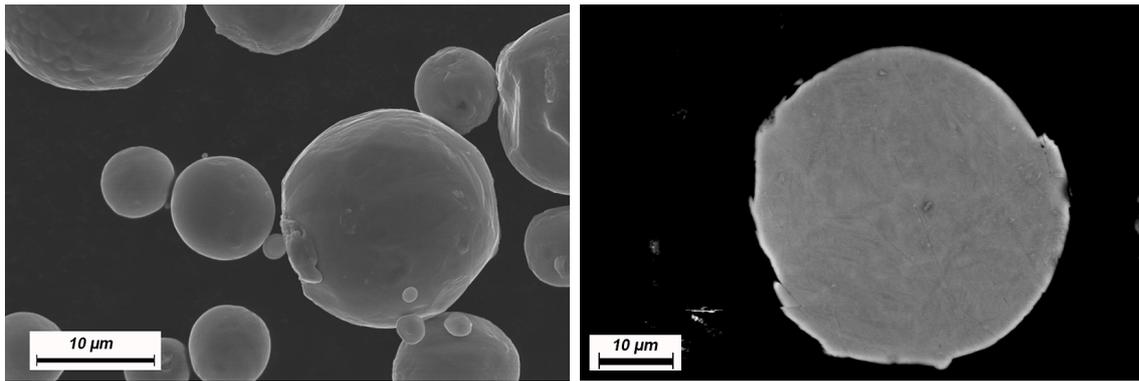
| Éléments | Ti | Al | V | Fe | O | C | N | H |
|----------|----|-----|-----|------|------|------|------|-------|
| % masse | 90 | 5,9 | 3,9 | 0,19 | 0,12 | 0,01 | 0,01 | 0,004 |

2.2.1 Paramètres intrinsèques

2.2.1.1 Morphologie de la poudre de TA6V

L'analyse au microscope électronique à balayage (MEB) en mode Inlens (figure 2.1-a) met en évidence la morphologie sphérique des particules, une topologie exempte d'aspérité ainsi qu'une faible présence de satellites. La sphéricité des particules demeure un atout majeur lors du procédé de mise en couche facilitant à la fois la coulabilité et l'obtention de fortes masses volumiques apparentes du lit de poudre [81].

2.2 Poudre de TA6V



(a) Micrographie MEB/ surface

(b) Micrographie MEB/ cross-section

Figure 2.1 – Micrographie MEB-SE2 de poudre de TA6V atomisée sous argon

L'analyse en cross section (figure 2.1-b) de cette poudre nous révèle, lorsque l'on fait de la statistique, une porosité interne quasi-inexistante. La très faible quantité d'agrégats, de « splat » et de satellites semble indiquer une atomisation de bonne qualité. Enfin, la microstructure interne s'apparente à de fines aiguilles de martensite. En effet, les taux de refroidissement, de l'ordre de $10^{-5} K$ [82], sont suffisamment élevés pour figer la phase α' .

2.2.1.2 Analyse DR-X

Tous les pics observés (figure 2.2) correspondent à une phase hexagonale dont les paramètres de maille a et c correspondent à ceux du TA6V : $a = 2,92 \text{ \AA}$ et $c = 4,67 \text{ \AA}$ (la fiche superposée à la mesure est celle qui représente une phase de paramètres de maille les plus proches de la mesure), pour le $Ti_{0,85}Al_{0,15} \alpha$ pur $a = 2,96 \text{ \AA}$ et $c = 4,70 \text{ \AA}$.

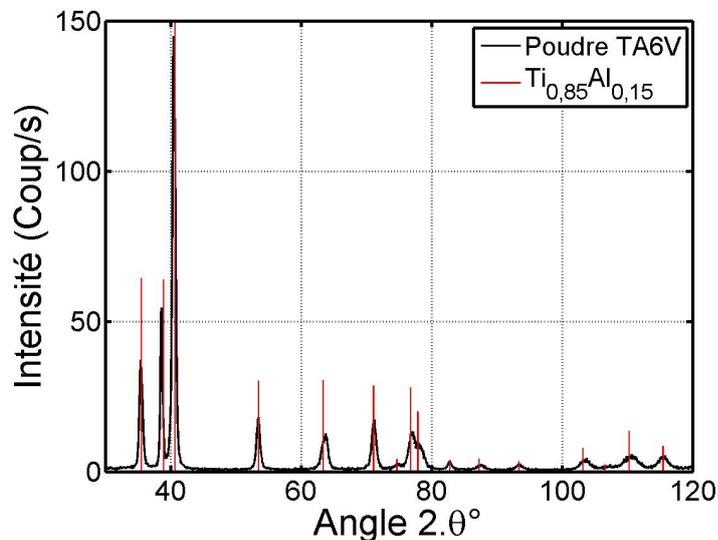


Figure 2.2 – Analyse DRX de la poudre de TA6V

Aucune trace de phase β n'est observée, ce qui est cohérent avec la trempe en cours d'élaboration. De même, aucun pic d'oxyde de titane n'est observé. Par ailleurs, la solubilité de l'oxygène dans le titane α est de 34 % à 900 °C, la variation induite des paramètres de la maille hexagonale serait donc un accroissement des valeurs par rapport au titane α pur. La diminution des paramètres de maille nous conforte dans l'hypothèse de non-présence, ou tout du moins non quantifiable.

2.2.2 Répartition statistique

2.2.2.1 Granulométrie de la poudre de TA6V

La répartition granulométrique est déterminée par diffraction laser (LALLS) en voie sèche, avec un granulomètre Malvern MasterSizer 3000. Les analyses sont effectuées trois fois à différents moments afin de contrôler la constance du produit utilisé. La répartition volumique ainsi que la probabilité en volume sont décrites figure 2.3 et dénotent une excellente répétabilité.

La distribution granulométrique varie de 1 à 80 μm , dont 95 % entre 4 et 30 μm . Cette dernière est caractérisée par les premier, cinquième et dernier déciles respectivement égaux à $d_{v0,1}=6 \mu m$, $d_{v0,5}=13,7 \mu m$ et $d_{v0,9}=29,3 \mu m$.

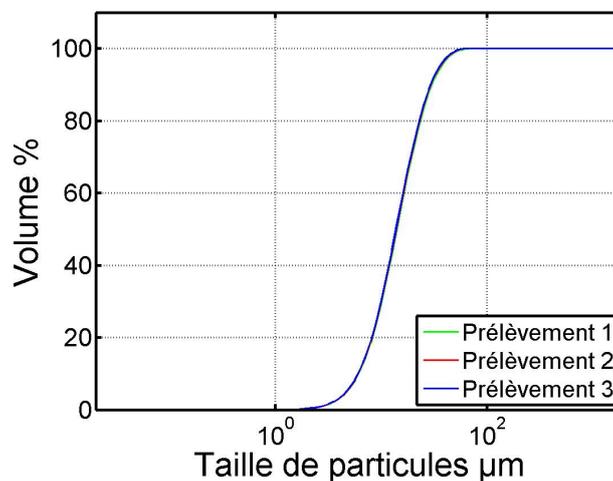


Figure 2.3 – Répartition granulométrique de TA6V atomisée sous argon.

2.2.2.2 Masse volumique apparente

La mesure de la masse volumique apparente est effectuée conformément aux normes ISO européennes NF EN ISO 3923-1 et 4490 en vigueur [83] [84]. Le remplissage complet d'un cylindre métallique homologué d'une capacité de $25 \pm 0,03 \text{ cm}^3$ est effectué via l'utilisation d'un cône de Hall (entonnoir calibré) ayant un orifice de 2,5 mm (figure 2.4).

2.2 Poudre de TA6V

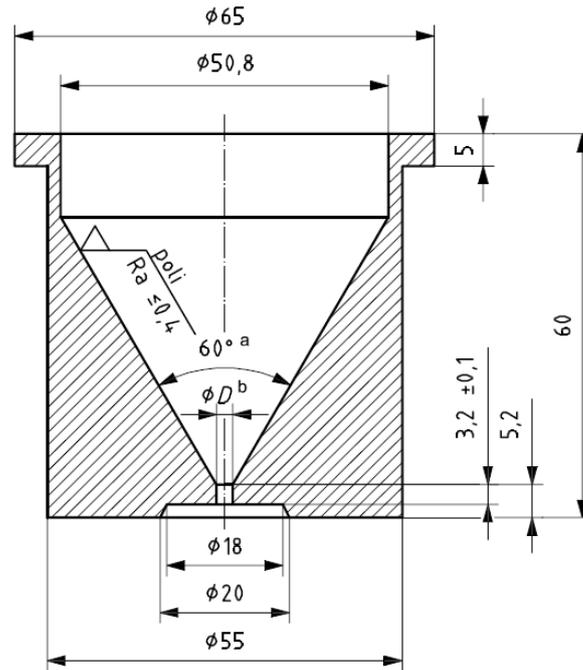


Figure 2.4 – Schéma représentatif d'un cône de Hall

L'arasage du surplus de poudre est effectué en une seule passe à l'aide d'un rasoir amagnétique sans appliquer de compression sur cette dernière. La mesure de masse est alors réalisée trois fois avec une balance à 0,0001 g près. La masse volumique apparente ρ_{ac} peut être définie par :

$$\rho_{ac} = \frac{m}{V_{ol}} \quad (2.1)$$

Par la suite, la compacité tassée peut être directement définie d'après le même protocole, en appliquant une vibration de 50 Hz au contenant, pendant 10 s, sur un plateau vibrant Fisher Bioshock en mode continu. Les résultats sont regroupés dans le tableau 2.2 :

Tableau 2.2 – Évaluation des masses volumiques apparente tassée et versée de la poudre de TA6V

| | moyenne | écart type |
|------------------|---------|------------|
| Compacité versée | 56,1 % | 0,42 % |
| Compacité tassée | 63,8 % | 0,53 % |

Ces valeurs servent de base lors des modélisations de densification au cours de la mise en forme du lit de poudre. L'indice de confiance du procédé expérimental étant de 95 %, les valeurs obtenues sont significatives. Il est à noter que cette instrumentation nous permet d'effectuer également l'analyse de la coulabilité de la poudre.

Cependant, la tendance de notre poudre à s'agglomérer, obstruant par là même l'orifice, rend la mesure temporelle impraticable même après étuvage. L'écart entre les deux masses volumiques déterminées précédemment ainsi que l'analyse granulométrique indiquent la présence majoritaire de petites particules. Cette composition peut expliquer le manque de fluidité de la poudre utilisée [85] dans ce cas extrême de coulabilité. Ce phénomène ne présente aucune limitation quant à l'utilisation de la poudre sur le système PM100.

2.2.2.3 Surface spécifique (BET)

La surface spécifique de la poudre de TA6V est estimée à partir de la quantité d'hydrogène adsorbée en relation avec sa pression à la température d'ébullition de l'azote liquide et sous une pression atmosphérique normale. Les informations sont interprétées selon le modèle de Brunauer, Emmett et Teller (méthode BET). Les analyses sont effectuées sur une machine Gemini 2373 Micrometrics et spécifient une BET de $0,2002 \pm 0,001 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$. D'après l'équation 2.2 le diamètre d moyen des particules dont la BET est égale à $0,2002 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ est de $6,68 \mu\text{m}$, ce qui équivaut au d_{10} de notre poudre.

$$S_{spé} = \frac{6}{\rho d_{50}} \quad (2.2)$$

2.3 Conception des échantillons

2.3.1 Système d'étude du conditionnement de la poudre

Le conditionnement de la poudre est effectué grâce au procédé de mise en couche de la Phenix PM100 équipée d'un rouleau biseauté en demi-lune. L'analyse post-process des paramètres du lit de poudre impose la conception de substrats et porte-substrats assurant une bonne répétitivité, et une mobilité non destructive de la mise en couche. Notre choix se porte donc sur des substrats cylindriques obtenus par fraisage. La technique de fraisage permet une répétabilité de l'état de surface indispensable à l'optimisation de l'étalement de poudre, et une rapidité d'exécution. Le diamètre est fixé à 20 mm afin d'optimiser la planéité des substrats tout en diminuant les quantités de poudres. Aucun recyclage de la poudre n'est effectué afin d'éviter toutes contaminations d'ordre chimique ou de variation des répartitions de tailles de particules (vérifiée lors des analyses granulométriques). L'épaisseur est définie à 4 mm afin de minimiser la matière utilisée tout en considérant le substrat comme semi-infini à l'échelle des interactions thermiques. Enfin, l'utilisation d'un substrat obtenu par forgeage nous assure un contraste microstructural entre le bain de fusion et le substrat de manière à définir plus précisément les interactions thermiques

2.3 Conception des échantillons

intervenantes.

Le porte-échantillon designé, est constitué de deux branches amovibles permettant son extraction sans entrer en contact avec le lit de poudre. La nacelle de maintien du substrat est quant à elle extrudée en son centre afin de retirer le substrat (par en dessous) de manière non destructrice. Enfin, une vis de maintien du substrat est intégrée au montage afin de le fixer lors de la mise en couche, tout en évitant tout grippage lors du retrait de l'échantillon (figure 2.5).

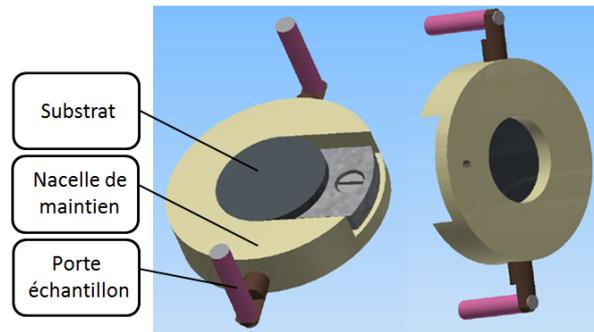


Figure 2.5 – Schéma du porte-échantillon amovible pour l'étude de la mise en couche

La calibration du procédé de mise en couche peut être décrite par les deux étapes suivantes :

- dans un premier temps, la calibration de tous les axes du rouleau est effectuée. Cette dernière teste notamment les mouvements de translation et de rotation bidirectionnelles, ainsi que les zéros respectifs de la position du rail (position du rouleau par rapport à l'axe de translation) et de la position angulaire.
- dans un second temps, le zéro du plateau de fabrication (substrat) est effectué. Ce dernier permet une optimisation de l'épaisseur de mise en couche, et du focus laser lors des essais d'irradiation.

Lors de la mise en couche, la cuve d'alimentation du dispositif LBM Phénix PM100 n'est pas utilisée. En effet, son utilisation est contrainte à un chargement quasi total, donc une contamination des poudres accrue. Pour s'affranchir de ce dispositif, 4 g de poudre sont déposés manuellement à l'aide d'un patron en amont de l'échantillon. S'ensuit alors, l'étape de mise en couche. L'épaisseur du lit de poudre est définie par la descente du plateau de fabrication. Par la suite, les vitesses de translations et de rotations du rouleau sont paramétrées. Pour cette étude, nous adopterons pour convention (figure 2.6):

- une rotation positive décrivant une révolution dans le sens de la translation,
- une rotation négative décrivant une révolution dans le sens inverse de la translation

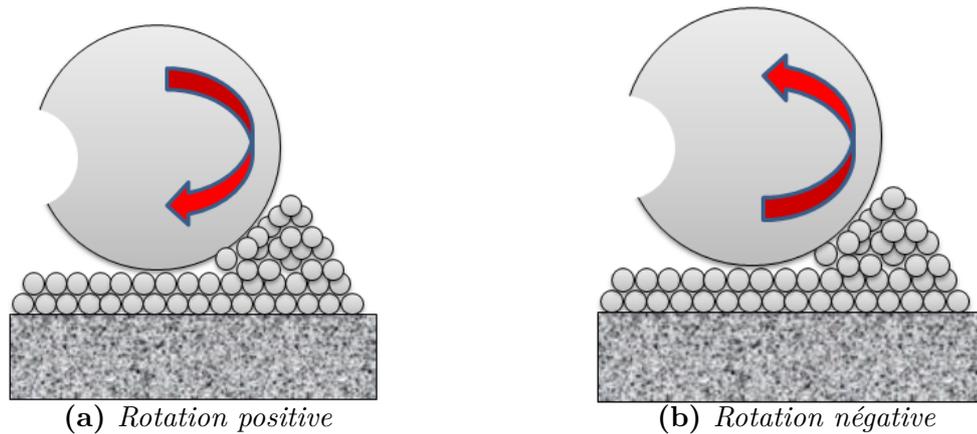


Figure 2.6 – Convention de rotation adoptée

Une fois le rouleau en butée contre la racle de nettoyage, deux révolutions complètes sont effectuées. Les différentes étapes sont ensuite répétées pour obtenir un panel de lit de poudre d'épaisseur et de compacité distinctes dans la chambre de fabrication (figure 2.7). Cette cinématique sera reprise par la suite lors de la mise en forme du lit de poudre.

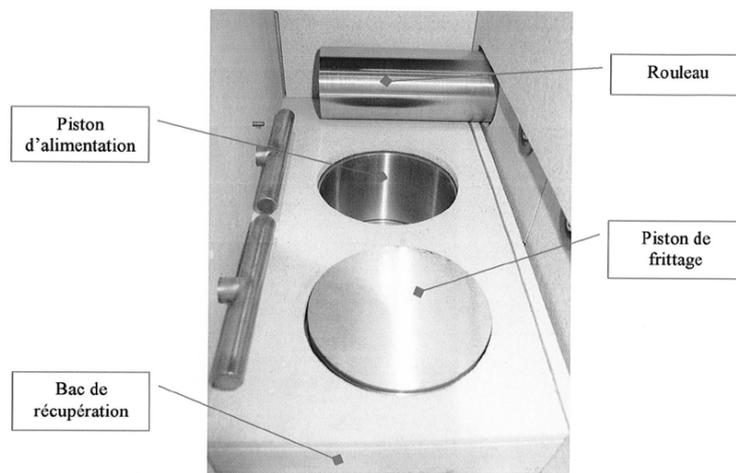


Figure 2.7 – Chambre de fabrication de la machine Phenix PM100

2.3.2 Irradiation laser

Une fois le lit de poudre déposé, la chambre est scellée et le zéro du rail laser est exécuté. Le nettoyage du hublot est opéré en début de manipulation, qui parfois est pollué par fabrications successives. La chambre est initialement inertée par un balayage d'argon à 50 L.min^{-1} pendant 30 min. Durant l'inertage, les fichiers CAO sont prédéfinis et transposés en fichiers FAO. La vitesse de balayage du laser y est également définie, tandis que la puissance laser est configurée manuellement sur la source laser. La variation de ces deux principaux paramètres donne lieu à

l'application d'un large panel de densités énergétiques.

2.4 Caractérisations microstructurale et morphologique

2.4.1 Préparation métallographique

La mise en évidence de la structure interne de chaque entité est obtenue par tronçonnage des échantillons. Les meules de carbure de silicium sont privilégiées afin d'éviter les dommages thermiques engendrés par la ductilité élevée du titane, couplée à une lubrification constante. Par la suite, un enrobage à chaud dans une résine phénolique conductrice est utilisée pour optimiser le procédé de polissage, ainsi que la conductivité lors de l'analyse cristallographique.

Le pré-polissage mécanique consiste en la première étape technique commune à tous les échantillons. Ce dernier est effectué sur papier au carbure de silicium de 240, lubrifié à l'eau. Un second pré-polissage fin est ensuite effectué sur disque rigide de type MD-Largo lubrifié, couplé à une solution diamantée de 6 μm . Ces disques assurent une planéité maîtrisée sur l'intégralité de l'échantillon, permettant le polissage de ce dernier situé au contact de la résine. Enfin, un polissage mécano-chimique est effectué sur feutre corindon à friction élevée, avec un mélange à 94 % de silice colloïdale (OP-S 0,05 μm), 3 % de peroxyde d'hydrogène et 3 % d'ammoniaque, produit d'un développement spécifique.

L'observation en microscopie optique impose de révéler la microstructure par une attaque chimique au réactif de Kroll (67 % H_2O , 3 % HF et 30 % HNO_3) d'environ 20 secondes.

Pour la microscopie électronique à balayage, le polissage mécano-chimique est complété à la Vibromet^R avec une solution à 50 % en eau distillée et 50 % en OP-S sur drap MD-chem. Enfin, chaque échantillon est fixé sur le support adéquat via une laque d'argent afin d'optimiser le contact électrique et du ruban de cuivre de largeur 5 mm.

2.4.2 Microscopie

2.4.2.1 Analyse morphologique

Microscopie optique

L'analyse morphologique des échantillons irradiés obtenus précédemment impose la mise en place d'un protocole permettant l'observation d'une grande quantité d'individus. Dans ce cadre, la microscopie optique nous permet une étude des paramètres morphologiques directement après polissage. L'observation des sections de cordons unitaires est donc effectuée grâce au microscope Olympus BX60M à un grossissement

100X sous éclairage épiscopique. La microstructure fine est révélée en atteignant la limite d’extinction optique définie par le diaphragme d’ouverture tout en augmentant l’intensité lumineuse à 90 %. L’extinction doit être dosée avec parcimonie afin d’éviter les phénomènes de diffraction révélant des artéfacts. Les micrographies sont analysées grâce au logiciel Analysis et permettent de déterminer les évolutions morphologiques avec une précision de l’ordre de 500 nm. On définit notamment les variables morphologiques, p_f la profondeur du bain de fusion, h_f sa hauteur et l_f sa largeur ; p_{th} la profondeur de la zone thermiquement affectée et l_{th} sa largeur (figure 2.8).

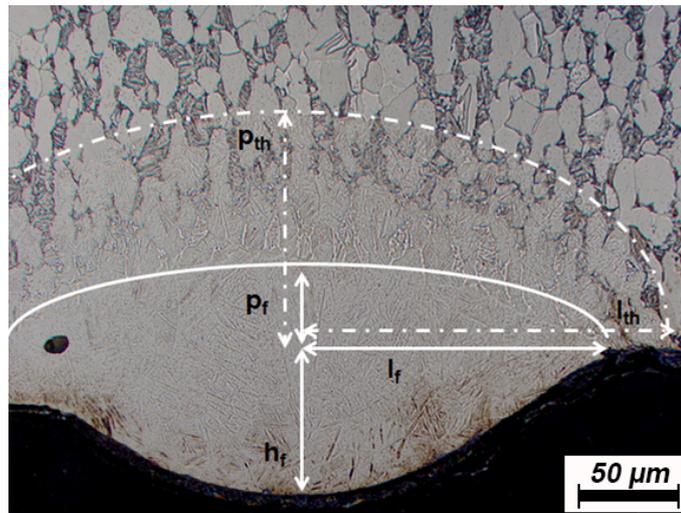


Figure 2.8 – Micrographie optique d’une section d’un cordon de fusion

Microscopie optique confocale

L’analyse non destructrice du lit de poudre est possible par le biais d’un microscope confocal. Il s’agit d’un microscope optique doté d’une profondeur de champ de l’ordre de 400 nm. La superposition d’acquisition à différents plans focaux permet ainsi d’obtenir une reconstitution 3D de l’échantillon. Pour cette étude, nous utilisons l’Alicona Infinitefocus doté d’une source LED coaxiale couplé à un anneau lumineux Ifringlight de 56 LEDs afin de réduire les effets d’ombres et de réflexions multiples de la poudre. Les mesures sont effectuées avec un objectif X10, assurant une résolution verticale de 0,1 µm. La paramétrie optimale pour un lit de poudre de TA6V est définie pour un contraste de 0,21 et une exposition de 122 µs. Le prélèvement préalable d’environ 10 % du dépôt est effectué via une lame de rasoir amagnétique, et le nettoyage des particules rémanentes est assuré grâce à du ruban adhésif de type PCT-2M. Cette opération a pour but de mettre à nu une faible partie du substrat afin d’obtenir une mesure différentielle de type *shell* de l’épaisseur du lit de poudre (figure 2.9). Il est évident que la partie de lit de poudre en contact avec la lame subit une légère déformation non prise en compte dans la moyenne finale

2.4 Caractérisations microstructurale et morphologique

d'épaisseur.



Figure 2.9 – *Reconstitution différentielle de type shell du lit de poudre*

Il est à noter qu'une reconstitution 3D peut être obtenue par mesure successive du lit de poudre, puis du substrat exempt de poudre. La difficulté du procédé réside dans le repositionnement parfait du substrat dans sa position d'origine après la phase de nettoyage. Cette opération est obtenue en effectuant un marquage triple au niveau de la partie dénudée du substrat (figure 2.10). Néanmoins, la répétabilité du mode opératoire est remise en question due au nombre important de manipulations de l'échantillon. Ainsi, seul les analyses de type *shell* sont retenues dans le cadre de cette étude. Cette mesure permet une approche quantitative de la densité apparente du lit de poudre.

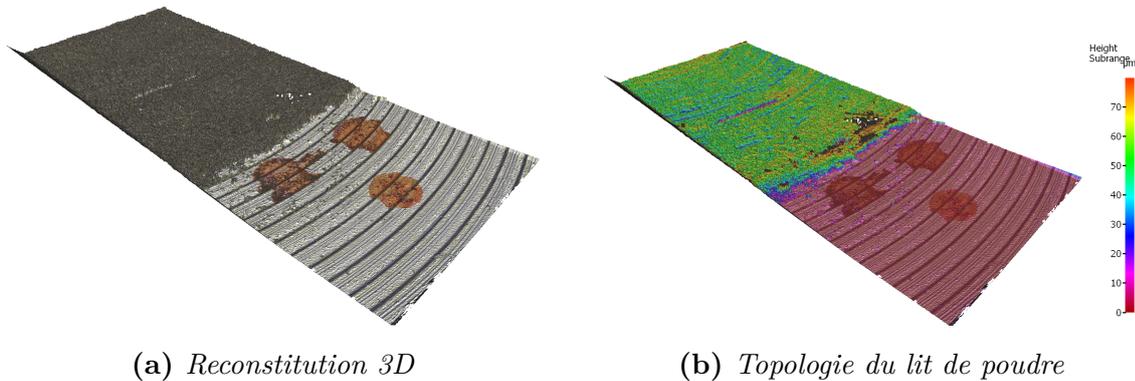


Figure 2.10 – *Reconstitution 3D du lit de poudre*

Microscopie électronique à balayage

En microscopie optique, le pouvoir de résolution ne peut dépasser le micromètre en raison de la longueur d'onde des photons. La microscopie électronique à balayage (MEB), quant à elle, peut atteindre des échelles nanométriques via l'utilisation des électrons [86]. L'obtention d'image électronique nécessite l'utilisation d'un canon à électrons, de lentilles électrostatiques et de récepteurs adéquats. Différents types

d'interactions électron-matière permettent ainsi d'obtenir un panel d'informations concernant l'échantillon étudié.

2.4.2.2 Analyse cristallographique

Outre les modes d'électrons secondaires et rétrodiffusés, permettant l'imagerie, la quantification de l'orientation cristallographique est nécessaire pour la suite de cette étude.

Principe de l'Electron Backscattering Diffraction

L'Electron Backscattering Diffraction (EBSD) est une technique d'étude des textures cristallographiques des métaux polycristallins. Elle permet notamment de caractériser, sur quelques nanomètres, la microstructure et la texture cristallographique d'un échantillon [10]. L'EBSD se base sur une interaction entre le faisceau d'électrons à haute densité d'énergie et la surface de l'échantillon. Cette interaction induit une diffraction des électrons cohérente ou incohérente et élastique ou non élastique. La diffraction des électrons satisfaisant (\neq décrivant) les conditions de Bragg, avec les familles de plans atomiques, produit un cône de Kossel. La projection de ce cône de diffraction sur un écran de phosphore se traduit par des bandes parallèles connues sous le nom de « bandes de Kikuchi » [87](figure 2.11).

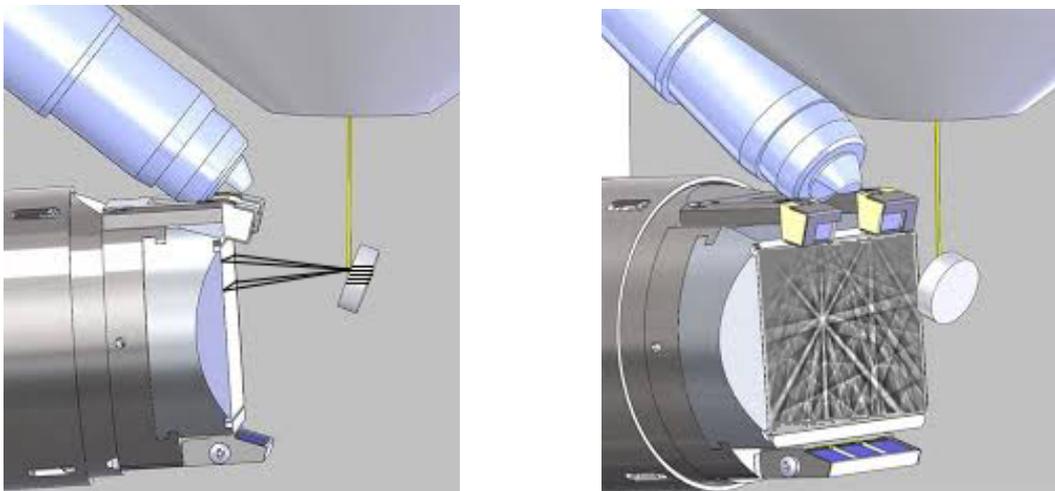


Figure 2.11 – Génération schématique d'un signal EBSD par obtention des bandes de Kikuchi

Le cliché de diffraction contient deux types d'information. En effet, la symétrie du cristal analysé détermine les intersections des bandes de Kikuchi. Les directions cristallographiques sont donc déterminées par ces interactions. De plus, l'existence d'une corrélation inverse entre la largeur des bandes et la distance interplanaire a été démontrée [87]. Les bandes de Kikuchi définissent bien les informations angulaires

2.4 Caractérisations microstructurale et morphologique

nécessaires au calcul de l'orientation du grain. Cette dernière peut être, entre autres, définie par un jeu de trois angles d'Euler qui spécifient les rotations requises au passage du repère cristallin au repère de l'échantillon.

Pour cette étude, les conventions de Bunge sont adoptées afin de définir les angles d'Euler [88] (figure 2.12). Ainsi, les trois rotations successives requises sont définies par :

- φ_1 l'angle de rotation autour de l'axe Z
- Φ l'angle de rotation autour de l'axe X'
- φ_2 l'angle de rotation autour de l'axe Z'

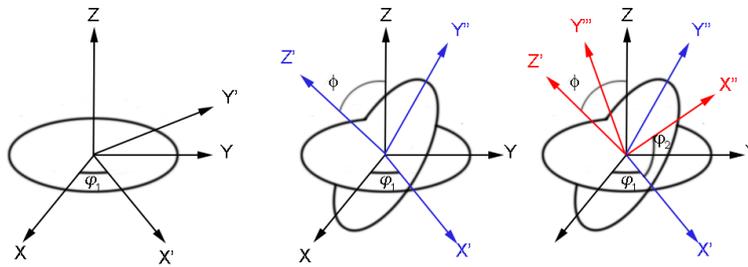


Figure 2.12 – Définition des angles d'Euler d'après les conventions de Bunge

Il est donc possible de définir la matrice d'orientation g inhérente à chaque pixel définie par :

$$g^\alpha = \begin{pmatrix} \cos\varphi_1\cos\varphi_2 - \sin\varphi_1\sin\varphi_2\cos\Phi & -\cos\varphi_1\cos\varphi_2 + \sin\varphi_1\sin\varphi_2\cos\Phi & \sin\varphi_2\sin\Phi \\ -\cos\varphi_1\sin\varphi_2 + \sin\varphi_1\cos\varphi_2\cos\Phi & -\sin\varphi_1\sin\varphi_2 + \cos\varphi_1\cos\varphi_2\cos\Phi & \sin\varphi_2\cos\Phi \\ \sin\varphi_1\sin\Phi & -\cos\varphi_1\sin\Phi & \cos\Phi \end{pmatrix} \quad (2.3)$$

Matériel et paramètres opératoires

Les analyses EBSD sont effectuées via un MEB-FEG ZEISS Supra 55VP, équipé d'un détecteur Oxford NordlysNano et du logiciel AZtecHKL. Une tension usuelle de 20 kW couplée à une distance de travail de 15 mm est utilisée lors des analyses. La mesure est effectuée pour un angle optimal de 70°, couplé à un focus dynamique et une correction du tilt. La calibration du paramètre FCF, optimisé pour 3,2 %, est obtenue via un échantillon de silicone pré-quadrillé. Une heure après le tilt de l'échantillon, le processus de cartographie est amorcé de façon à minimiser les artefacts de dérive. Les échantillons sont observés sous un grossissement de X700, nous donnant accès à une surface d'analyse sensiblement proche de la section d'un cordon de fusion. Chaque cartographie est obtenue respectivement pour un pas de 0,21 μm

et $0,11 \mu m$, après suppression du bruit de fond sur l'ensemble du substrat. La programmation successive permet, dans un premier temps, de confirmer le non-impact du pas de mesure sur l'analyse d'image. Dans un deuxième temps, elle permet de pallier le problème de dérives rémanentes. Enfin, malgré l'attention portée à la protection des échantillons, la formation d'une fine couche de passivation est inévitable. Le premier passage du faisceau d'électrons semble dégrader cette dernière et augmente légèrement le taux d'indexation. Le taux d'indexation apparent, tous pas confondus, varie de 52 à 73 %. En raison de la géométrie circulaire des cordons de fusion, une surface non négligeable de résine est intégrée à la cartographie. L'exploitation des cartographies via le logiciel Channel 5 permet numériquement d'obtenir le taux d'indexation maximal en extrapolant l'orientation des pixels non indexés par pondération des plus proches voisins. L'extrapolation maximale détermine donc le taux d'indexation maximal propre à la cartographie, et donc rétroactivement, le taux réel d'indexation. D'après cette méthode calculatoire, le taux d'indexation varie de 82 à 92 %. Ce paramétrage est utilisé pour l'obtention des bandes de contraste ainsi que les angles d'Euler.

L'analyse dispersive en énergie (EDS) est couplée aux cartographies EBSD. L'analyse est donc réalisée dans les mêmes conditions, à l'aide d'un détecteur Silicon Drift Detector X-MaxN, et permet l'acquisition d'une cartographie des compositions en éléments chimiques de l'échantillon.

Paramètre des tailles de grains

Les cartographies EBSD nous permettent également d'avoir accès aux tailles de grains β , et lamelles α . Les joints de grains/lamelles sont définis pour une désorientation supérieure à 15° . L'analyse des tailles de grains/lamelles via le logiciel Channel 5 se base sur une mesure des ellipses équivalentes, et ne permet pas de définir cette taille en fonction de la position du grain. Un code Matlab est donc mis au point dans le but de binariser les cartographies EBSD et définir les tailles de grains en fonction de leur position dans le bain de fusion en se basant sur le principe de pondération des plus proches voisins.

L'observation de sections apparentes 2D se heurte à deux défauts. En effet, de manière générale, la probabilité d'observation d'un grain dans le plan de son diamètre maximal est limitée. De plus, la sélection aléatoire du plan de coupe influe sur la distribution des tailles de grains. Une conversion en 3D est envisageable grâce à l'algorithme de Saltykov [89]. Cependant, cette technique permet la traduction de la répartition de taille 2D en 3D au détriment de la position des grains. Nous considérons donc les tailles 2D mesurées, bien qu'elles soient inférieures à celles des grains réels.

2.5 Conclusion

Dans ce chapitre figure la description des différents matériaux et techniques expérimentales adoptés durant cette thèse. Le système d'analyse du lit de poudre est intégré au procédé de mise en forme via un porte échantillon amovible confectionné à cet effet. Le conditionnement de la poudre est ainsi minimisé, évitant une contamination superflue et optimisant la calibration du substrat. La mise en couche in situ est obtenue sous l'effet de différentes phases de rotation du rouleau applicateur. Après une caractérisation des différents paramètres du matériau, le lit de poudre est analysé au moyen d'un microscope confocal. L'emploi d'un tel procédé non destructif se justifie par sa résolution spatiale et vitesse d'exécution. Les échantillons sont confectionnés au sein du dispositif laser Phenix PM100 sur un substrat de TA6V forgé, révélant par contraste la microstructure des cordons unitaires. L'utilisation des techniques MEB et EBSD permet, par la suite, la détermination fine des microstructures et orientations cristallographiques.

Chapitre 3

Procédé de mise en couche

Sommaire

| | | |
|------------|---|-----------|
| 3.1 | Introduction | 60 |
| 3.2 | Impact du rouleau sur le procédé de mise en couche | 60 |
| 3.2.1 | Paramètres et mécanismes mis en jeu | 60 |
| 3.2.2 | Procédé de compaction sacrificielle | 66 |
| 3.2.3 | Procédé de compactations multiples | 68 |
| 3.3 | Modèle prédictif de la densité relative | 70 |
| 3.3.1 | Modèle de Katashinski et Shtern | 70 |
| 3.3.2 | Adaptation du modèle | 73 |
| 3.3.3 | Résultats et interprétation | 75 |
| 3.4 | Représentation mathématique du lit de poudre | 81 |
| 3.4.1 | Définition du modèle | 81 |
| 3.4.2 | Impact des dimensions de mailles | 84 |
| 3.4.3 | Paramètres intrinsèques locaux | 87 |
| 3.5 | Conclusion | 87 |

3.1 Introduction

Bien que très peu étudié, le procédé de mise en couche demeure une étape déterminante quant à la confection d'une pièce 3D par SLM. En effet, s'il est évident qu'un manque local de matière peut entraîner la formation de cavités au sein de la pièce finale, un surplus local de poudre engendre, quant à lui, une déstabilisation du bain de fusion. À juste titre, l'interaction laser/matière est considérablement dépendante du chemin optique parcouru au sein du lit de poudre. Ainsi, la hauteur tout comme la densité apparente du lit de poudre ont un effet non négligeable sur l'intégrité du matériau. Dans ce travail, nous étudions plus précisément le procédé de mise en couche par rouleau proposé par la machine Phenix PM100. Ce chapitre a pour objectif de définir les mécanismes mis en jeu lors du procédé de mise en couche du lit de poudre. L'analyse de l'impact des paramètres du rouleau sur l'évolution du lit de poudre fait office de première partie. Dans un deuxième temps, un modèle prédictif de l'évolution de la densité relative est proposé. Enfin, une reconstitution mathématique du lit de poudre permet de rendre compte des paramètres intrinsèques du lit en fonction de la densité définie par le modèle précédent.

3.2 Impact du rouleau sur le procédé de mise en couche

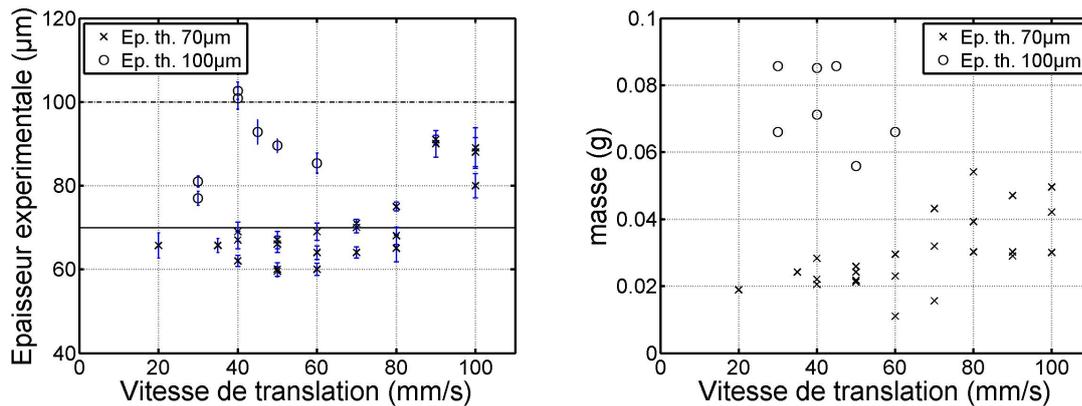
3.2.1 Paramètres et mécanismes mis en jeu

Le nombre important de paramètres inhérents au rouleau nécessite une hiérarchisation de ces derniers afin d'interpréter au mieux les mécanismes de mise en couche.

Dépôt par raclage

Le mouvement du rouleau, lors de la mise en couche, peut être configuré en mode racle. La poudre est alors en contact avec la partie biseautée du rouleau, faisant office de lame, et la trajectoire du rouleau est purement translatrice. Différentes vitesses sont donc testées à différentes épaisseurs de mise en couche. Les masses et épaisseurs expérimentales sont a posteriori analysées selon le protocole défini en 2.3.1. Il est à noter que l'initialisation de la machine définit l'épaisseur zéro lorsque le contact entre le substrat et le rouleau est suffisant pour immobiliser ce dernier. En d'autres termes, l'influence de la rigidité de la machine sur la précision du procédé est non négligeable.

3.2 Impact du rouleau sur le procédé de mise en couche



(a) Évolution de l'épaisseur expérimentale (b) Évolution de la masse expérimentale

Figure 3.1 – Évolution des masses et épaisseurs expérimentales du lit de poudre en fonction de la vitesse de translation du rouleau

Pour une épaisseur théorique définie à $70\ \mu\text{m}$, l'évolution des épaisseurs expérimentales (e_{ex}) en fonction de la vitesse, exposée figure 3.1a, met en évidence une stabilisation du mécanisme de dépôt par racle pour des vitesses inférieures à $80\ \text{mm/s}$, avec un écart moyen entre les valeurs théoriques et expérimentales de $6,1\ \%$, contre un écart moyen de $20,5\ \%$ lorsque la vitesse est supérieure à $80\ \text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$. Chaque valeur présentée est la moyenne de trois mesures successives dont l'écart type, présent sur la figure 3.1, ne dépasse pas $5\ \mu\text{m}$. Pour une épaisseur théorique définie à $100\ \mu\text{m}$, en revanche, le domaine de corrélation entre les valeurs expérimentales et théoriques est restreint à des vitesses comprises entre 40 et $60\ \mu\text{m}$ avec un écart moyen entre les valeurs théoriques et expérimentales de $5,3\ \%$.

L'évolution de la masse déposée en fonction de la vitesse de translation (figure 3.1b) est cohérente avec l'évolution d'épaisseur de poudre précédemment analysée. Des vitesses comprises entre 30 et $50\ \text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$ semblent induire un dépôt de masse plus important. Si cette tendance demeure atténuée pour une épaisseur théorique de poudre de $70\ \mu\text{m}$, elle est marquée pour les lits de poudre d'épaisseur théorique de $100\ \mu\text{m}$.

Lors du procédé de mise en couche, la formation de sillons rectilignes est observable dans le sens de translation du rouleau 3.2. Il s'agit d'un effet de ratissage du rouleau sur les grosses particules et agrégats du lit de poudre. Ce phénomène est très prononcé pour les couches de faibles épaisseurs et vitesses de translation supérieures à $50\ \text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$ (figure 3.2b). La stratégie de raclage est donc très limitée dans l'obtention d'un lit de poudre maîtrisé. Au vu des évolutions décrites précédemment, nous choisissons de conserver une vitesse de $40\ \text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$ en translation afin d'analyser l'impact des épaisseurs théoriques sur le dépôt final (figure 3.2a).

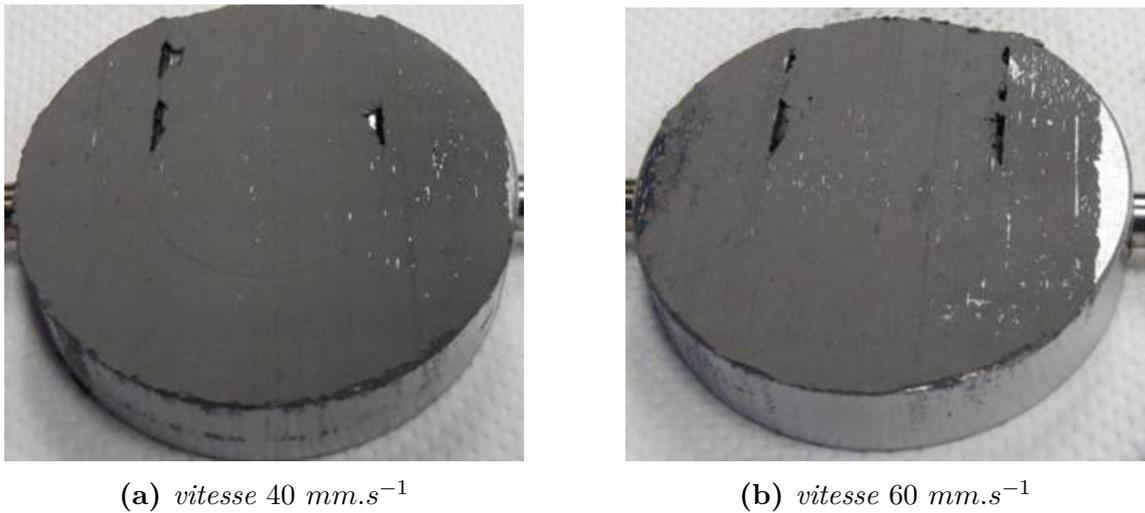


Figure 3.2 – Observation du phénomène de ratissage pour des vitesses de translation de 40 et 60 mm.s^{-1} et une épaisseur de 100 μm

Malgré une variabilité notable des valeurs obtenues, l'évolution des épaisseurs expérimentales en fonction de l'épaisseur théorique (e_{th}) paramétrée (figure 3.3) met en évidence deux tendances distinctes :

- L'obtention de couches d'épaisseurs inférieures aux valeurs théoriques pour des épaisseurs théoriques supérieures à 60 μm . Au vu du procédé d'initialisation du rouleau, considérant le zéro en deçà de la surface du substrat, l'obtention de lit de poudre statistiquement plus petit est cohérent.
- L'obtention de couches d'épaisseurs supérieures aux valeurs théoriques pour des épaisseurs théoriques inférieures à 60 μm . Cette tendance est due à la granulométrie des particules qui imposent naturellement une épaisseur minimale de poudre atteignable de 30 à 40 μm .

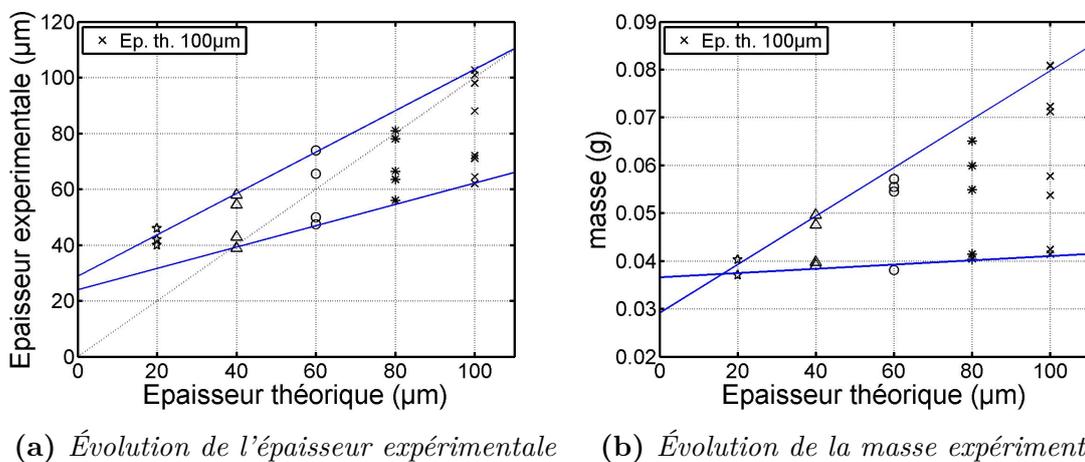


Figure 3.3 – Évolution des masses et épaisseurs expérimentales en fonction de l'épaisseur théorique pour une vitesse de 40 mm.s^{-1}

3.2 Impact du rouleau sur le procédé de mise en couche

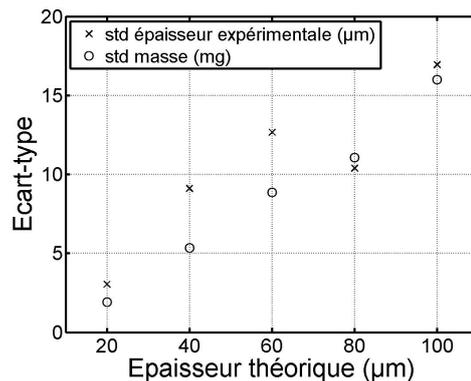


Figure 3.4 – Évolution des écart-types en fonction des épaisseurs théoriques de poudre pour une vitesse de $40 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$

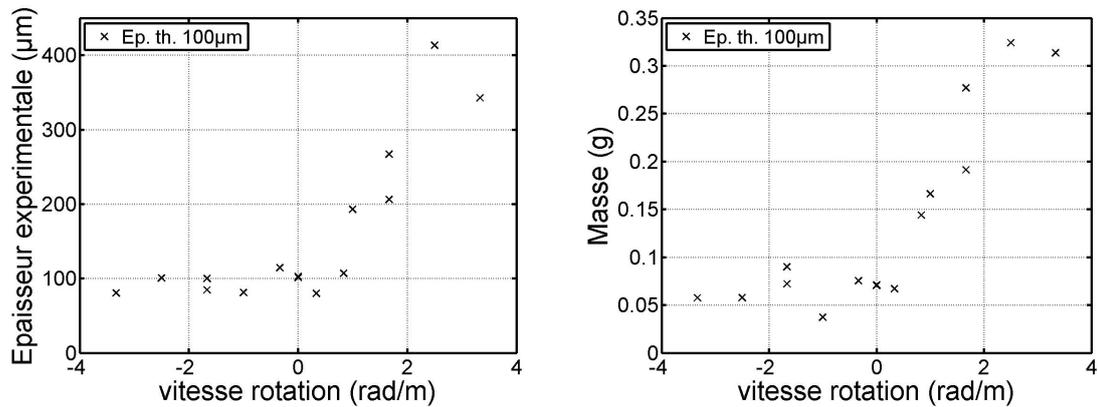
Une augmentation de l'écart-type (std) des données est identifiable tant sur l'évolution des épaisseurs expérimentales que sur la masse de poudre déposée (figure 3.4) avec l'augmentation de l'épaisseur théorique de poudre. Nous pouvons conjecturer qu'une large gamme de densités apparentes est définie de manière aléatoire pour des couches épaisses (e_{ex} supérieur à $80 \mu\text{m}$), mais non maîtrisables par le simple mécanisme de racle.

Dépôt par rotation

En conservant la vitesse de translation ($40 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ dans notre cas), il est possible de spécifier une vitesse de rotation (positive ou négative d'après la convention définie en 2.3.1) au rouleau. Dans cette étude, la vitesse angulaire est définie par un pourcentage d'angle effectué pour parcourir la totalité de la chambre de travail (soit 300 mm). En d'autres termes, pour un taux de rotation de 0,5, le rouleau effectue une demi-révolution pour parcourir 300 mm avec une vitesse de translation fixée à $40 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$, soit une vitesse de rotation de $0,42 \text{ rad/s}$. Nous pouvons ainsi étudier l'impact des vitesses de rotation sur le mécanisme de mise en couche en définissant la vitesse de racle par son avancée en rad/m .

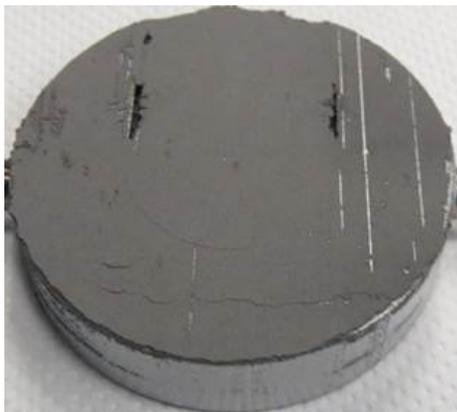
Nous pouvons noter que l'épaisseur expérimentale est stabilisée pour toutes les vitesses de rotation négatives (figure 3.5a). Il en est de même pour la masse de poudre déposée (figure 3.5b). Cependant, l'épaisseur de poudre expérimentale, tout comme la masse, augmente sensiblement avec la vitesse de rotation en mode positif. Outre ces données, l'aspect général du lit de poudre est sujet à de fortes variations selon la vitesse de rotation imposée. En effet, pour des vitesses de rotation négatives importantes (inférieurs à $-1 \text{ rad}\cdot\text{m}^{-1}$), le phénomène de ratissage est accentué (figure 3.6a), tandis que pour des vitesses comprises en -1 et $+1 \text{ rad}\cdot\text{m}^{-1}$, ce dernier semble endigué (figure 3.6c) permettant de tendre vers un lit de poudre de qualité attendue. Enfin, l'application de vitesses positives supérieures à $+1 \text{ rad}\cdot\text{m}^{-1}$ induit la formation de « strates » de poudre. Les vitesses de rotation de $\pm 1 \text{ rad}\cdot\text{m}^{-1}$ s'avèrent être

les plus bénéfiques quant à la production de lits de poudre maîtrisés.



(a) Évolution de l'épaisseur expérimentale de poudre déposée (b) Évolution de la masse expérimentale de poudre déposée

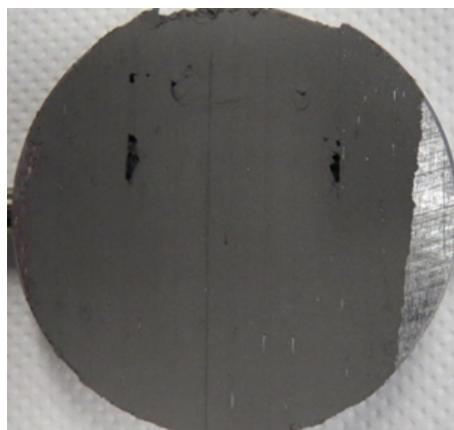
Figure 3.5 – Évolution des masses et épaisseurs expérimentales en fonction de la vitesse de rotation pour une e_{th} de 100 μm



(a) vitesse de rotation -2 rad.m^{-1}



(b) vitesse de rotation $+2 \text{ rad.m}^{-1}$



(c) vitesse de rotation -1 rad.m^{-1}

Figure 3.6 – Observation des phénomènes de ratissage pour une vitesse de rotation de -2 rad.m^{-1} , de strates pour $+2 \text{ rad.m}^{-1}$ et optimisé pour -1 rad.m^{-1} pour une e_{th} de 100 μm

3.2 Impact du rouleau sur le procédé de mise en couche

D'après la figure 3.7a, il est possible de prédire une obtention d'épaisseurs expérimentales sensiblement supérieures aux épaisseurs théoriques pour une vitesse de rotation de 1 rad.m^{-1} . La grande variabilité des données rend cependant difficile la détermination de toute tendance, et il semble que l'épaisseur théorique n'ait pas d'influence spécifique quant à l'évolution de l'épaisseur expérimentale. À l'opposé, pour une vitesse de rotation de -1 rad.m^{-1} , une très bonne corrélation entre les données théoriques et expérimentales peut être observée. Nous considérons qu'il s'agit des conditions optimales d'obtention d'un lit de poudre homogène d'épaisseur contrôlée. La variabilité des données sujette à la masse déposée, représentée figure 3.7b, démontre l'obtention d'une densité de lit de poudre non optimisée.

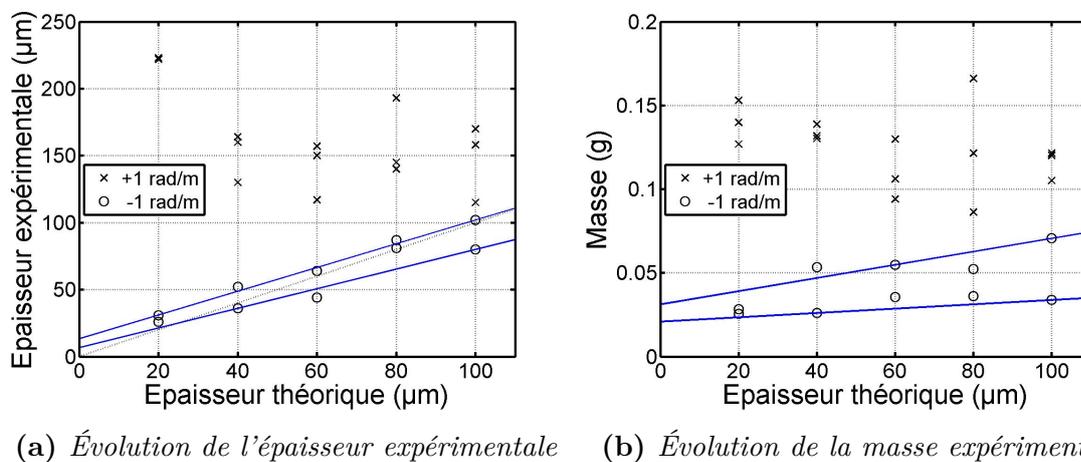


Figure 3.7 – Évolution des masses et épaisseurs expérimentales pour des vitesses de rotation de $\pm 1 \text{ rad.m}^{-1}$

La rotation positive induit un apport de matière au niveau de l'entrefer par absorption du front de poudre. La présence d'un front de poudre non homogène, ou d'épaisseur trop importante, induit la formation de surpressions locales pouvant provoquer des « strates » de poudre par vagues successives. La rotation négative permet de créer une cinématique favorable à l'arasage du lit de poudre. Tout amas de poudre au niveau de l'entrefer est ainsi éjecté, et engendre ainsi, la formation de lits de poudre homogènes, d'épaisseur contrôlée et moins denses (figure 3.8). Le procédé de mise en couche peut donc être optimisé en appliquant ces deux mécanismes conjointement. L'utilisation d'une rotation négative de vitesse -1 rad.m^{-1} permet la création d'une couche parfaitement homogène de faible densité, utilisée par la suite. L'application subséquente d'une compaction via une rotation positive de vitesse $+1 \text{ rad.m}^{-1}$ permet d'aboutir à un panel de lits de poudre aux propriétés intrinsèques distinctes, tout en évitant les surpressions locales.

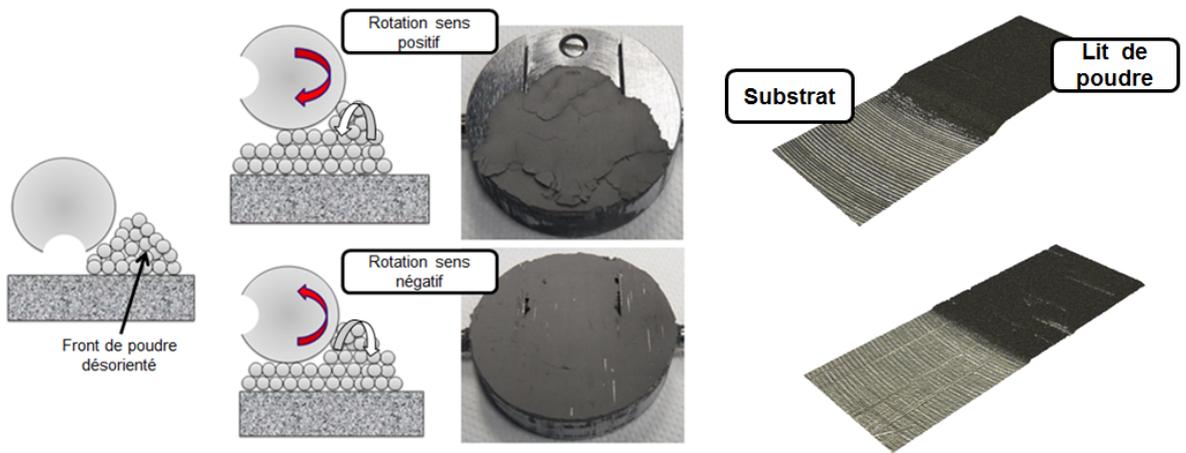


Figure 3.8 – Schématisation du mécanisme de mise en couche

Dans un objectif de procédure de contrôle précise de la hauteur et de la densité du lit de poudre, nous imaginons dans ce paragraphe un procédé dit de compaction sacrificielle se basant sur la mise en forme du lit de poudre en deux étapes.

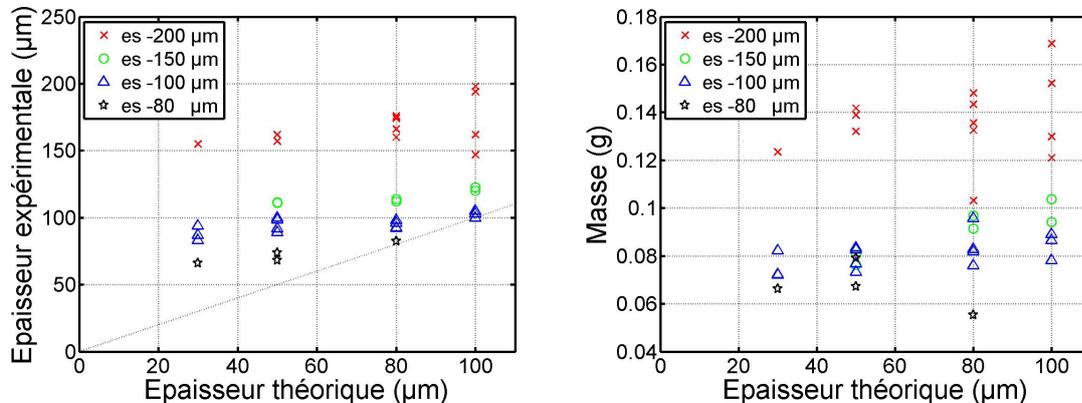
3.2.2 Procédé de compaction sacrificielle

Le procédé de mise en couche par compaction sacrificielle consiste en un dépôt d'épaisseur de poudre sacrificielle (e_s) par rotation inverse fluidifiée, avec une vitesse de rotation de -1 rad.m^{-1} pour 40 mm.s^{-1} , d'épaisseur importante. Ce dernier est alors compacté par rotation positive, à une vitesse de rotation de $+1 \text{ rad.m}^{-1}$ pour 40 mm.s^{-1} .

La figure 3.9a démontre que l'épaisseur expérimentale (après compaction) est toujours supérieure à l'épaisseur théorique de la couche sacrificielle. Cette observation est principalement due à la cinématique d'écrasement forçant la compaction de la poudre et non son éjection. Il est à noter que lorsque l'épaisseur théorique est égale à l'épaisseur de la couche sacrificielle, l'épaisseur expérimentale est également égale à ces deux dernières, montrant ainsi la précision du procédé. Une augmentation de l'épaisseur de la couche sacrificielle, quant à elle, induit une augmentation de l'écart entre l'épaisseur théorique finale et l'épaisseur expérimentale. La quantité de poudre éjectée est donc plus faible. Dans cette configuration, la rigidité de la machine permet le soulèvement du rouleau, justifiant une couche de poudre plus épaisse. De plus, pour une épaisseur de poudre sacrificielle donnée, il semble impossible d'obtenir des épaisseurs expérimentales en deçà d'une valeur seuil. Ainsi pour des couches sacrificielles faibles ($\leq 100 \mu\text{m}$) les variations d'épaisseurs et de masses (figure 3.9b) sont très faibles, mettant en évidence la nature granulaire du lit. Pour autant, pour les faibles épaisseurs théoriques finales, l'écart entre les valeurs expérimentales et

3.2 Impact du rouleau sur le procédé de mise en couche

théoriques diminue, tant pour les épaisseurs que pour les masses. Une optimisation de la densité est donc à prévoir.



(a) Évolution de l'épaisseur expérimentale (b) Évolution de la masse expérimentale

Figure 3.9 – Évolution des masses et épaisseurs expérimentales pour différentes couches sacrificielles

Cette corrélation démontre que le phénomène de compaction est limité par la variation d'épaisseur relative compactée η définie équation 3.1.

$$\eta = \frac{e_s - e_{ex}}{e_s} \quad (3.1)$$

L'analyse de l'évolution des densités relatives en fonction de la variation d'épaisseur relative (figure 3.10) met en valeur la limite du procédé. Pour de fortes épaisseurs de poudre (150 à 200 µm), les densités optimales sont obtenues pour des variations d'épaisseurs relatives comprises entre 0,2 et 0,25. En revanche, pour des épaisseurs de 80 à 100 µm, ces densités sont identiques mais obtenues pour des variations d'épaisseurs relatives comprises entre 0,05 et 0,15. D'après ces résultats, plus la couche est fine, plus le taux de compaction pour de faibles variations d'épaisseurs relatives est élevé. Dans cette configuration, le mécanisme de compaction des couches plus épaisses est similaire à la formation d'une zone de surpression, comme explicité précédemment ; à ceci près que l'homogénéité de la couche sacrificielle empêche la formation de « strates », mais exerce une force de réaction de la poudre sur le rouleau suffisante pour que le déplacement imposé soit soumis au rouleau et non à la poudre. Il convient donc d'adapter ce procédé en permettant aux couches de fortes épaisseurs d'absorber des taux de compactage plus importants, d'où l'idée de réitérer l'étape de compaction par passes successives.

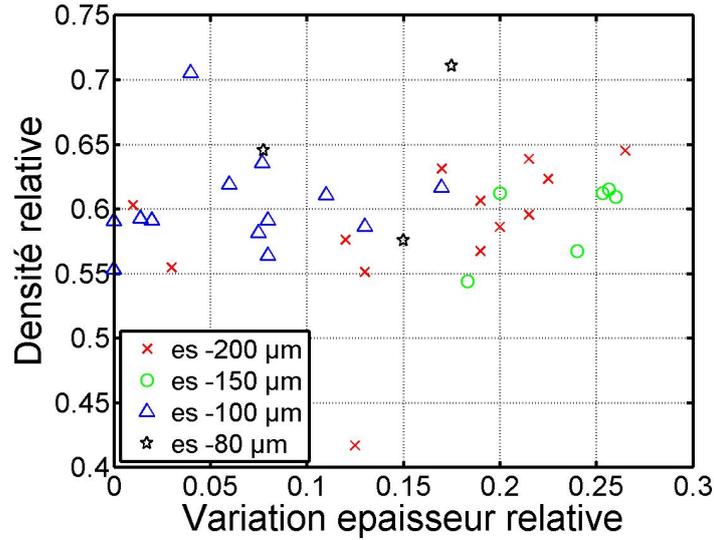


Figure 3.10 – Variation de la densité relative en fonction de la variation d'épaisseur relative pour différentes couches sacrificielles

3.2.3 Procédé de compactations multiples

Par analogie avec les fluides non newtoniens, nous conjecturons que la densité relative du lit de poudre peut être optimisée en multipliant le nombre de phases de compaction pour des variations d'épaisseurs relatives plus faibles. Ainsi, l'épaisseur relative finale est importante, mais la poudre devrait être en mesure de se réorganiser et d'accepter un taux de compactage plus important. Nous effectuons, pour ce faire, pour différentes couches sacrificielles, 4 passes de compaction pour 3 chemins de compaction distincts résumés dans le tableau 3.1. Comme explicité en 2.3.1, l'épaisseur de poudre théorique finale varie en fonction du chemin de compaction souhaité et de l'épaisseur théorique (e_{th}). Dans notre cas, nous sélectionnons les valeurs de e_{th} égales à 100, 80, 50 et 30 μm .

Tableau 3.1 – Description des variations d'épaisseurs relatives appliquées pour chaque chemin de compaction

| Chemin de compaction | Passe compaction 1 | Passe compaction 2 | Passe compaction 3 | Passe compaction 4 |
|----------------------|-------------------------|------------------------|------------------------|------------------------|
| η_1 | $\frac{e_s - 100}{e_s}$ | $\frac{e_s - 80}{e_s}$ | $\frac{e_s - 80}{e_s}$ | $\frac{e_s - 80}{e_s}$ |
| η_2 | $\frac{e_s - 100}{e_s}$ | $\frac{e_s - 80}{e_s}$ | $\frac{e_s - 50}{e_s}$ | $\frac{e_s - 50}{e_s}$ |
| η_3 | $\frac{e_s - 100}{e_s}$ | $\frac{e_s - 80}{e_s}$ | $\frac{e_s - 50}{e_s}$ | $\frac{e_s - 30}{e_s}$ |

L'application de divers chemins de compaction à différentes couches sacrificielles

3.2 Impact du rouleau sur le procédé de mise en couche

souligne sans surprise la corrélation entre l'épaisseur expérimentale finale et l'épaisseur sacrificielle figure 3.11a. Ainsi, tout comme décrit en 3.2.2, pour une épaisseur sacrificielle de $300 \mu\text{m}$, l'épaisseur expérimentale est de $140 \mu\text{m}$ quel que soit le chemin de compaction imposé. Cependant, d'après la figure 3.11b, la masse de poudre déposée est inversement proportionnelle à l'épaisseur théorique finale. Nous obtenons donc bien une évolution croissante de la densité avec le taux de compaction sur un intervalle beaucoup plus intéressant via le procédé de compaction multiple (figure 3.11c).

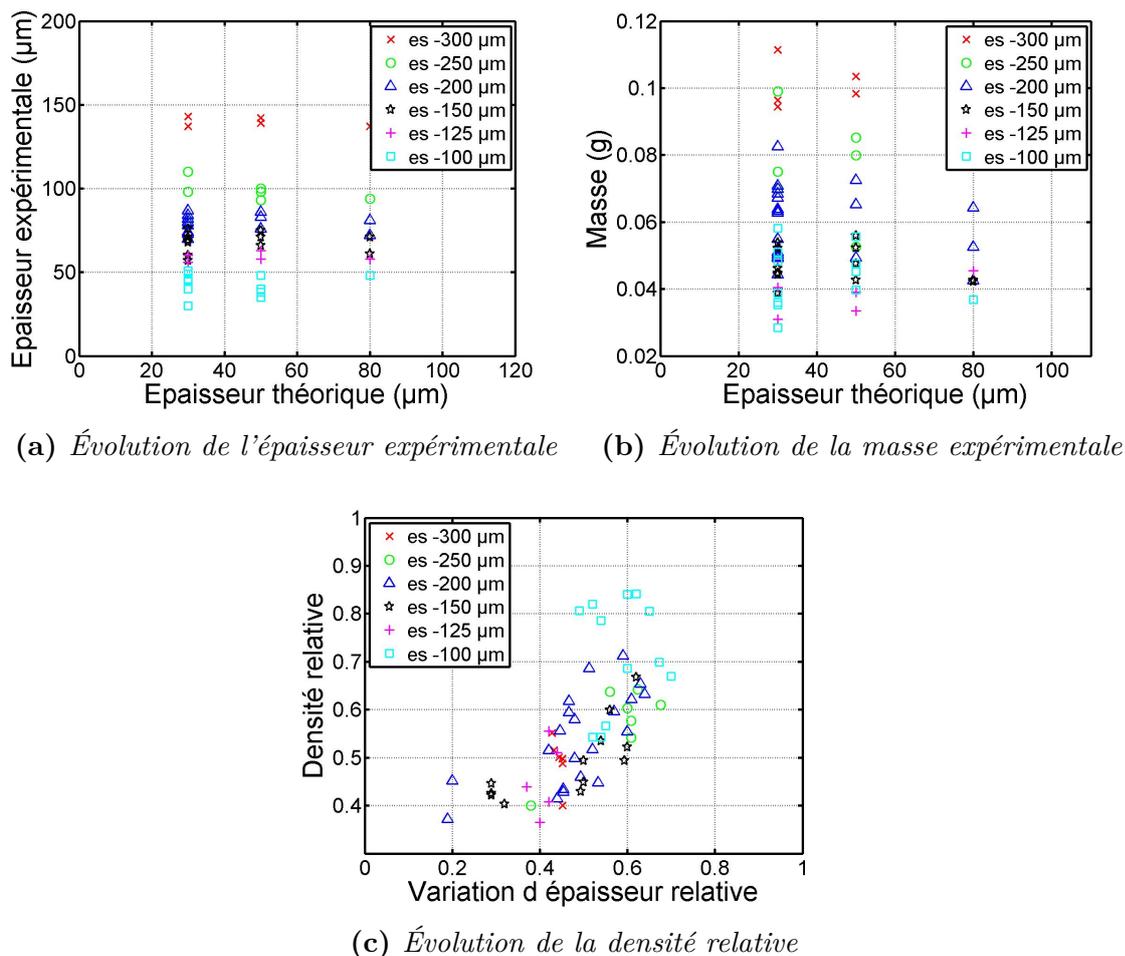


Figure 3.11 – *Évolution des paramètres de lit de poudre pour différentes couches sacrificielles par compactations multiples*

Par le biais des compactations multiples, nous retrouvons une augmentation de densité relative grâce à l'augmentation de l'épaisseur relative compactée sans éjection de matière à l'avant du rouleau. De manière plus précise, ce sont les couches de plus faibles épaisseurs expérimentales finales qui subissent les plus grandes variations de densité relative.

3.3 Modèle prédictif de la densité relative

Après avoir défini un mécanisme de confection de lits de poudre à densité paramétrée basé sur le procédé de mise en couche de la machine Phenix PM100, dépendant de la variation d'épaisseur relative et de l'épaisseur de poudre initiale (ou sacrificielle), nous souhaitons être en mesure de prédire ces résultats via un modèle physique. Dans le domaine de la modélisation analytique de compaction de poudre par rouleau, la littérature contient trois théories de référence :

- La théorie de Johanson [90] scindant la zone d'alimentation et la zone de compaction, se fonde sur des lois de frottement intergranulaire et paroi/grains. Le développement de ce modèle conjecture l'existence d'un coefficient de compressibilité, ainsi que des angles de frottement constants et indépendants de la contrainte. Or, ces hypothèses s'appliquent difficilement aux poudres métalliques.
- La théorie de Katashinski et Shtern [91] se basant sur le modèle de Cam-Clay pour la métallurgie des poudres. Cette théorie définit une cinétique de poudre glissant sur la paroi du rouleau au-delà d'un certain angle neutre. Cette dernière ne s'intéresse, en outre, qu'à la zone de compaction.
- La théorie de Shima et Yamada [92] définit une énergie de compaction à travers la somme des énergies de déformation et de frottement. La détermination de la densité du lit tend à minimiser la dissipation énergétique. Outre la complexité des équations énergétiques, cette dernière repose sur un champ de vitesse imposé non corrélé à notre postulat.

3.3.1 Modèle de Katashinski et Shtern

Nous nous basons donc sur les travaux de Katashinski et Shtern [93] [91]. Ces derniers étudient la cinématique et les paramètres de forces de lamination de poudre à double rouleaux (figure 3.12). Ils se basent du point de vue de la mécanique des déformations plastiques des milieux continus compressibles, couplé à la théorie des tranches (/sections planes) [94].

3.3 Modèle prédictif de la densité relative

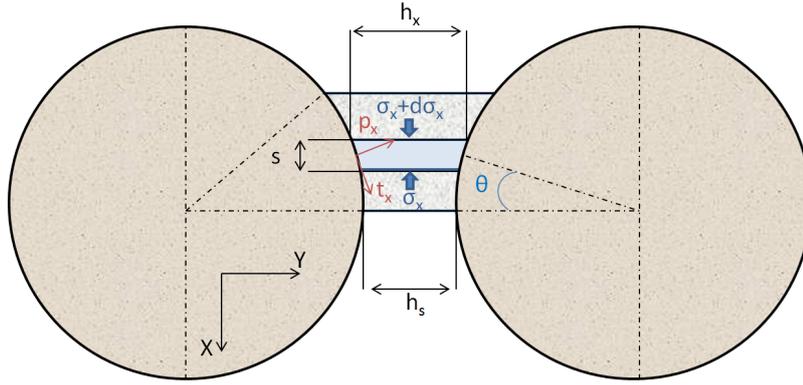


Figure 3.12 – Schéma du système de compaction

En appliquant le théorème de la statique à une section plane virtuellement isolée (figure 3.13), nous obtenons (équation 3.2 3.3):

$$\sum \vec{F}_{ext} = 0 \quad (3.2)$$

$$\frac{2s}{\cos\theta} (p_x \cdot \sin\theta - t_x \cdot \cos\theta) - h_x \cdot d\sigma_x - \frac{2s}{\cos\theta} \cdot \sin\theta \cdot \sigma_x = 0 \quad (3.3)$$

Avec s l'épaisseur d'une tranche de poudre, θ l'angle de pincement défini par le rouleau et la position de la tranche de poudre, h_x la hauteur de la tranche de poudre, σ_x la contrainte longitudinale, p_x la contrainte (algébrique) normale au rouleau et t_x la contrainte (algébrique) tangentielle au rouleau.

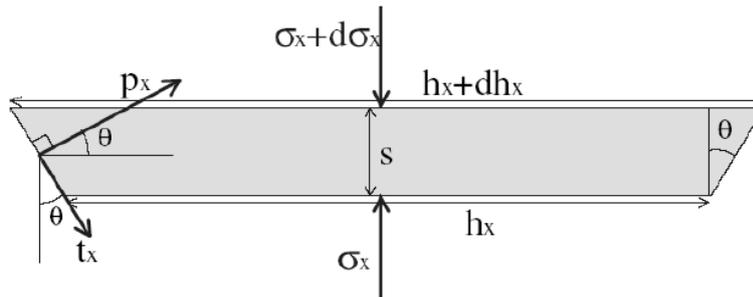


Figure 3.13 – Schéma d'une tranche isolée

Il est possible de définir l'épaisseur de la tranche s par (équation 3.4):

$$s = \cos\theta \cdot \frac{D}{2} \cdot d\theta \quad (3.4)$$

L'équation 3.3 peut alors s'écrire :

$$\frac{h_x \cdot d\sigma_x}{D \cdot d\theta} - (p_x - \sigma_x) \cdot \sin\theta + t_x \cdot \cos\theta = 0 \quad (3.5)$$

Katashinski et Shtern décrivent alors, en s'appuyant sur la loi de Coulomb, les forces tangentielles (équation 3.6) comme :

$$t_x = \mu \cdot p_x \quad (3.6)$$

En introduisant le coefficient de frottement générique μ défini par l'équation 3.7:

$$\mu = \begin{cases} \mu_r \frac{\theta - \gamma_n}{\alpha - \gamma_n} & \text{pour } \theta \geq \gamma_n \\ \mu_r \frac{\theta - \gamma_n}{\gamma_n} & \text{pour } \theta \leq \gamma_n \end{cases} \quad (3.7)$$

Avec α l'angle représentatif de l'épaisseur de poudre de la couche initiale ou « angle de pincement », γ_n l'angle neutre pour lequel la poudre et les rouleaux ont une vitesse égale et μ_r le coefficient de frottement entre la poudre et les rouleaux.

L'introduction d'un angle neutre permet, entre autres, de définir le gradient de contrainte en réécrivant l'équation 3.5 par :

$$\frac{d\bar{\sigma}_x}{d\theta} = \frac{(\bar{p}_x - \bar{\sigma}_x) \cdot \sin\theta}{\frac{h_o}{D} + 1 - \cos\theta} - \bar{p}_x \cdot \frac{\mu_r \cdot \cos\theta \cdot (\theta - \gamma_n)}{\theta_\mu \cdot (\frac{h_o}{D} + 1 - \cos\theta)} \quad (3.8)$$

Et en posant :

$$\theta_\mu = \begin{cases} \alpha - \gamma_n & \text{pour } \theta \geq \gamma_n \\ \gamma_n & \text{pour } \theta \leq \gamma_n \end{cases} \quad (3.9)$$

$$\bar{p}_x = \frac{p_x}{\sigma_x} \quad (3.10)$$

$$\bar{\sigma}_x = \frac{\sigma_x}{\sigma_x} \quad (3.11)$$

Avec σ_s la limite élastique intrinsèque du matériau.

Un gradient de densité (ρ) dépendant de la position θ par rapport au rouleau, est défini tel que :

$$\frac{d\rho}{d\theta} = \frac{-2 \cdot \rho \cdot \sin\theta}{(\frac{h_o}{D} + (1 - \cos\theta)) \cdot (1 + \frac{A^2}{B^2} \cdot \frac{p_x - \sigma_x}{p_x + \sigma_x})} \quad (3.12)$$

Avec :

$$\begin{cases} A^2 = \frac{2}{3} \cdot (\psi + \frac{1}{6} \cdot \varphi) \cdot (1 - \Theta) \\ B^2 = \frac{\varphi}{3} \cdot (1 - \Theta) \end{cases} \quad (3.13)$$

Avec Θ la porosité locale en θ et

3.3 Modèle prédictif de la densité relative

$$\begin{cases} \varphi = \frac{(1 - \Theta) \cdot (\Theta_i - \Theta)}{\Theta_i} \\ \psi = \frac{2}{3} \cdot (1 - \Theta) \cdot \varphi \end{cases} \quad (3.14)$$

Avec Θ_i la porosité du lit de poudre initial.

Ils démontrent enfin que la contrainte normale peut être exprimée par :

$$\bar{p}_x = \bar{\sigma}_x \cdot \frac{B^2 - A^2}{B^2 + A^2} + \frac{2AB}{B^2 + A^2} \cdot \sqrt{B^2 + A^2 - \bar{\sigma}_x^2} \quad (3.15)$$

3.3.2 Adaptation du modèle

Afin d'adapter ce système à notre cas d'étude nous considérons le deuxième rouleau comme substrat. En appliquant une fois de plus le théorème de la statique à une section plane virtuellement isolée, nous obtenons :

$$\frac{s}{\cos\theta} \cdot (p_x \cdot \sin\theta - t_x \cdot \cos\theta) + s \cdot \mu_p \cdot (p_x \cdot \sin\theta + t_x \cdot \cos\theta) - h_x \cdot d\sigma_x - \frac{s}{\cos\theta} \cdot \sin\theta \cdot \sigma_x = 0 \quad (3.16)$$

En gardant la définition de l'épaisseur d'après l'équation 3.4, l'équation 3.16 peut s'écrire :

$$\frac{2 \cdot h_x \cdot d\sigma_x}{D \cdot d\theta} = p_x \left[\sin\theta - \mu_r \cdot \frac{\theta - \gamma_n}{\theta_\mu} \cdot \cos\theta + \mu_p \cdot \cos\theta \cdot \sin\theta + \mu_p \cdot \cos\theta \cdot \mu_r \cdot \frac{\theta - \gamma_n}{\theta_\mu} \cdot \cos\theta \right] - \theta_x \cdot \sin\theta \quad (3.17)$$

Avec μ_p le coefficient de friction « poudre lâche/poudre sous-jacente » compactée décrit par Shanjani [95], permettant de définir la résistance des forces appliquée au substrat, considéré égal à 0,5.

Dans notre cas d'étude, la vitesse translatrice du rouleau ($40 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$) peut être assimilée à la vitesse d'alimentation en poudre des procédés de lamination (en valeur absolue). Comme explicité en 3.2.1, la vitesse de rotation du rouleau équivaut à une révolution de 30% pour une distance totale parcourue de 300 mm , soit une vitesse angulaire (w_r) de $0,25 \text{ rad} \cdot \text{s}^{-1}$ pour un rouleau de rayon 25 mm . La vitesse linéaire (v) du rouleau en projection sur l'axe x est donc définie dans le repère présenté figure 3.14 par :

$$v = R \cdot w_r \cdot \sin\theta_x \quad (3.18)$$

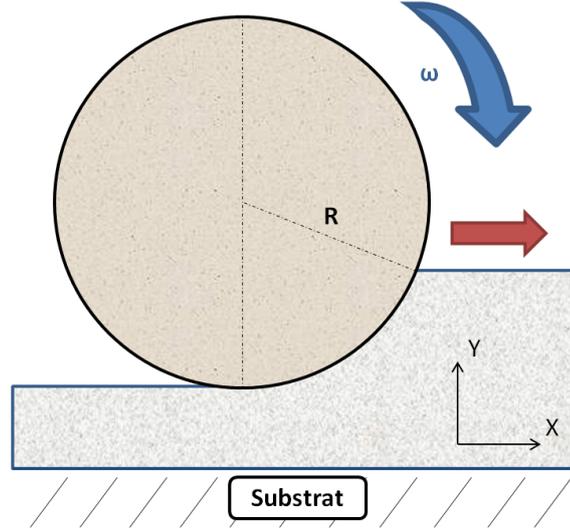


Figure 3.14 – Schéma du système de compaction

Cette dernière étant indéniablement inférieure à 40 mm.s^{-1} pour tout angle θ , l'angle neutre est inexistant dans cette configuration. Nous considérons donc l'angle $-\pi/2$, étant la position où la vitesse y est maximale ($-6,5 \text{ mm.s}^{-1}$), comme angle neutre. En changeant de repère, il en découle que $\gamma_n = 0$. De ce fait, les gradients de contrainte et de densité peuvent être exprimés comme :

$$\frac{d\bar{\sigma}_x}{d\theta} = \frac{-\bar{\sigma}_x \cdot \sin\theta}{2 \cdot \frac{h_o}{D} + 1 - \cos\theta} + \bar{p}_x \cdot \frac{[\sin\theta \cdot (1 + \mu_p \cdot \cos\theta) - \mu_r \cdot \cos\theta \cdot \frac{\theta}{\alpha} \cdot (1 - \mu_p \cdot \cos\theta^n)]}{2 \cdot \frac{h_o}{D} + 1 - \cos\theta} \quad (3.19)$$

$$\frac{d\rho}{d\theta} = \frac{-2 \cdot \rho \cdot \sin\theta}{(2 \cdot \frac{h_o}{D} + 1 - \cos\theta) \cdot (1 + \frac{A^2}{B^2} \cdot \frac{p_x - \sigma_x}{p_x + \sigma_x})} \quad (3.20)$$

Le système d'équations définies est approximé par la méthode des différences finies de type explicite du premier ordre :

$$\bar{\sigma}_x^{n+1} = \bar{\sigma}_x^n + \Delta\theta \cdot \left(\frac{-\bar{\sigma}_x \cdot \sin\theta^n}{2 \cdot \frac{h_o}{D} + 1 - \cos\theta^n} + \bar{p}_x \cdot \frac{[\sin\theta^n \cdot (1 + \mu_p \cdot \cos\theta^n) - \mu_r \cdot \cos\theta^n \cdot (\frac{\theta^n}{\alpha}) \cdot (1 - \mu_p \cdot \cos\theta^n)]}{2 \cdot \frac{h_o}{D} + 1 - \cos\theta^n} \right) \quad (3.21)$$

$$\bar{p}_x^n = \bar{\sigma}_x^n \cdot \frac{B^{n2} - A^{n2}}{B^{n2} + A^{n2}} + \frac{2 \cdot B^{n2} \cdot A^{n2}}{B^{n2} + A^{n2}} \cdot \sqrt{B^{n2} + A^{n2} - \bar{\sigma}_x^{n2}} \quad (3.22)$$

$$\begin{cases} A^{n2} = \frac{2}{3} \cdot (\psi^n + \frac{1}{6} \cdot \varphi^n) \cdot (1 - \Theta^n) \\ B^{n2} = \frac{\varphi^n}{3} \cdot (1 - \Theta^n) \end{cases} \quad (3.23)$$

3.3 Modèle prédictif de la densité relative

$$\begin{cases} \varphi^n = \frac{(1 - \Theta^n) \cdot (\Theta_i - \Theta^n)}{\Theta_i} \\ \psi^n = \frac{2}{3} \cdot (1 - \Theta^n) \cdot \varphi^n \end{cases} \quad (3.24)$$

$$\rho^{n+1} = \rho^n + \Delta \cdot \frac{-2 \cdot \rho^n \cdot \sin \theta^n}{(2 \cdot \frac{h_0}{D} + 1 - \cos \theta^n) \cdot (1 + \frac{A^{n2}}{B^{n2}} \cdot \frac{p_x^n - \sigma_x^n}{p_x^n + \sigma_x^n})} \quad (3.25)$$

3.3.3 Résultats et interprétation

D'après la partie 3.2.2, nous pouvons estimer que la couche sacrificielle initiale est définie par une densité relative de l'ordre de 0,45. Le procédé de fluidification utilisé pour préparer la couche sacrificielle nous permet de conjecturer que la densité est constante sur la tranche de calcul. Nous utilisons dans un premier temps les valeurs $\mu_p = 0,5$ et $\mu_r = 0,3$ d'après Shanjani [95]. Dans la partie 3.2.3, nous avons mis en évidence l'importance du paramètre de variation d'épaisseur relative (appelé également « taux de compaction »). Il est donc légitime de s'intéresser à la réaction du système pour différentes variations d'épaisseurs. Pour une couche de poudre finale h_s fixée, il est possible de faire fluctuer η (la variation d'épaisseur relative) via l'épaisseur H initiale. Les mesures présentées en 3.2.3 étant effectuées sur un intervalle de $[0,3 - 0,70]$, nous pouvons imposer $h_s = 100 \mu m$ et $130 < H < 385 \mu m$. La condition d'angle de contact initial inférieur à 0,2 est de ce fait toujours vérifiée. La résolution du système est effectuée sur le logiciel Matlab pour une contrainte longitudinale initiale supposée nulle.

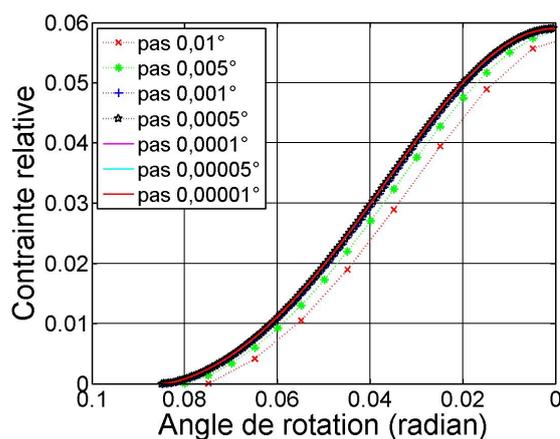


Figure 3.15 – Évolution de la contrainte en fonction de l'angle de compaction pour différents pas de calcul

Le test de convergence, représenté sur la figure 3.15, indique un faible impact du pas de calcul. Pour des raisons de stabilité, nous choisissons d'effectuer notre modélisation pour un pas de $0,001^\circ$, afin de bénéficier d'un temps de calcul optimal.

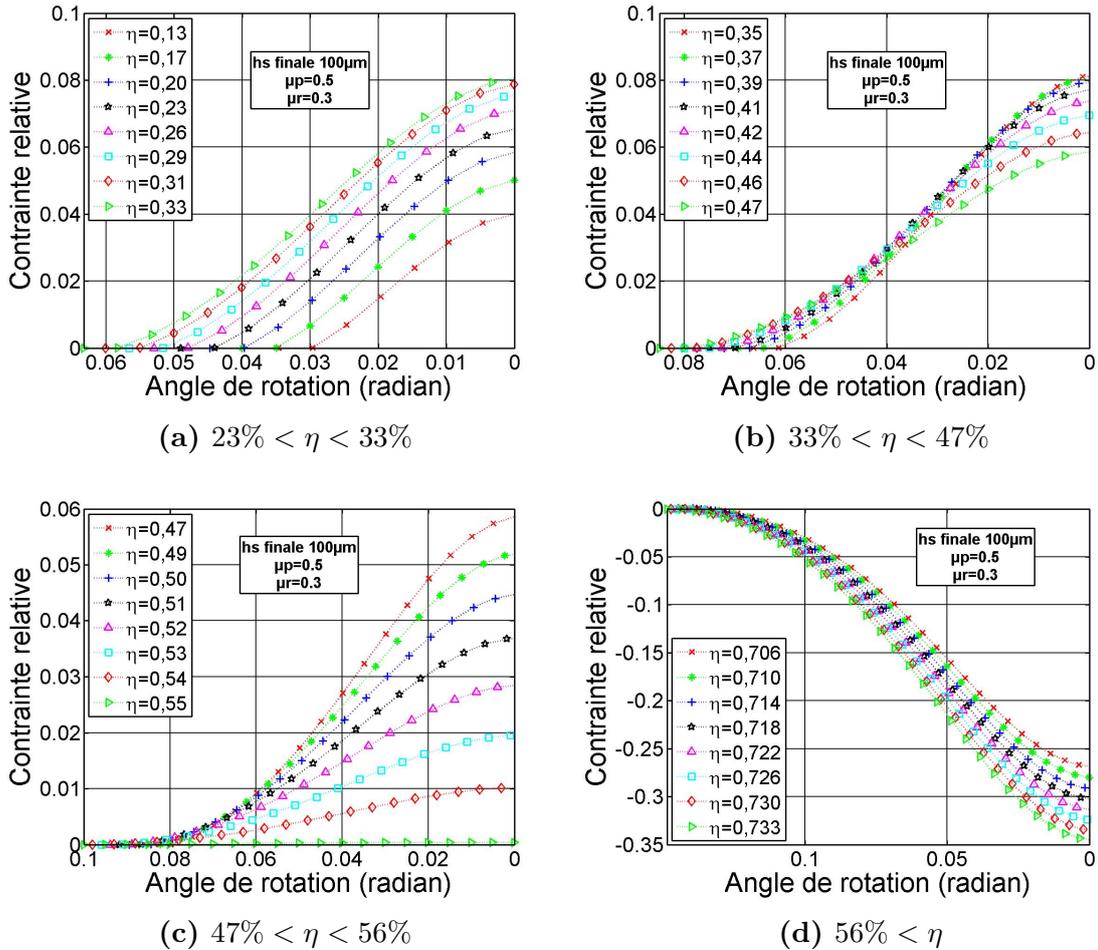
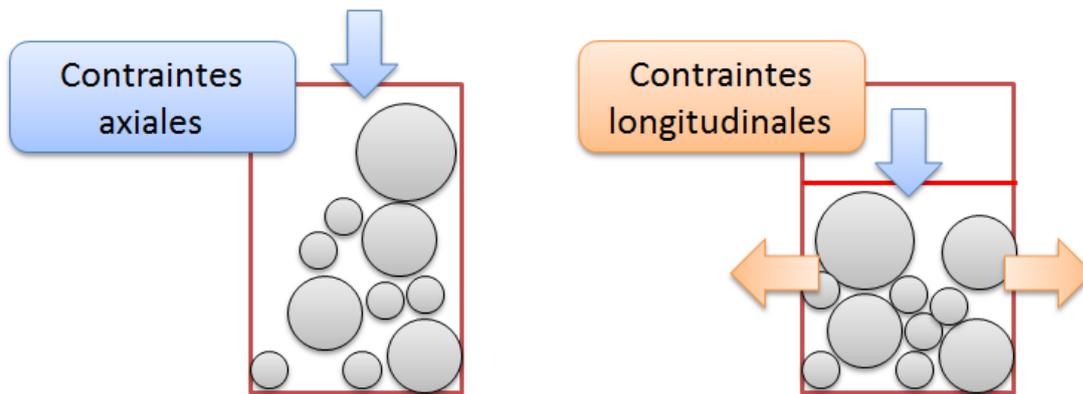


Figure 3.16 – Évolution de la contrainte en fonction de l'angle de compaction pour différents taux de compaction

L'évolution de la contrainte en fonction de l'angle de rotation pour différents taux de compaction (figure 3.16) met en évidence quatre mécanismes. L'augmentation du taux de compaction pour $23\% < \eta < 33\%$ (figure 3.16a) augmente de manière proportionnelle les contraintes au sein du lit de poudre, avec la présence des contraintes maximales à l'entrefer. En revanche, pour $33\% < \eta < 47\%$ (figure 3.16b), l'évolution des contraintes tend à s'inverser. Ce phénomène est corrélé pour $47\% < \eta < 56\%$ (figure 3.16c), intervalle pour lequel l'augmentation du taux de compactage est inversement proportionnelle aux contraintes, jusqu'à tendre vers une contrainte nulle. Pour ces trois mécanismes, les contraintes longitudinales étant positives, la poudre subit une tension. Enfin, pour $56\% < \eta$ (figure 3.16d), les contraintes longitudinales deviennent négatives. La poudre est alors sollicitée en compression longitudinale, et les contraintes croissent en valeur absolue avec le taux de compactage. Ces observations sont principalement dues au choix de l'angle neutre à 0 rad. Ainsi, l'augmentation de la pression couplée à la conservation du volume défini par la théorie des tranches, induit le passage de la traction à la compression lorsque le seuil de densification est dépassé.

3.3 Modèle prédictif de la densité relative

Dans ces quatre mécanismes, nous pouvons observer une évolution importante des contraintes pour les angles de rotation intermédiaires. Bien que les optima locaux des contraintes se situent à l'entrefer et au niveau de l'angle de contact, la variation des contraintes y est amoindrie. Il est donc raisonnable de supposer l'existence d'une relation entre l'angle de rotation et le coefficient de frictions μ_r . Dans le cadre de cette étude, nous considérons cette évolution comme nulle.

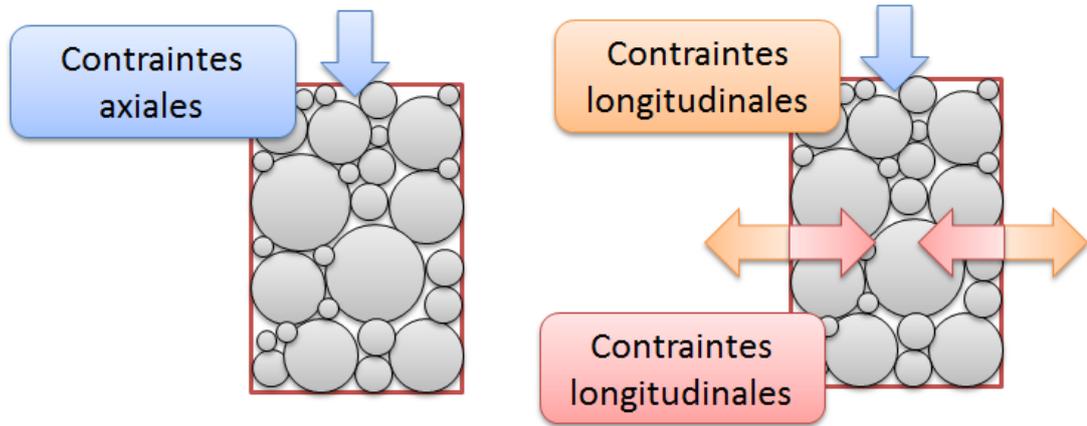


(a) *Tranche de poudre partiellement compactée* - (b) *Tranche de poudre totalement compactée*

Figure 3.17 – Évolution des contraintes au sein d'une tranche de poudre pour $23\% < \eta < 37\%$

L'évolution des contraintes le long de la zone de densification (figure 3.16a) met en évidence la croissance significative de la contrainte longitudinale pour $23\% < \eta < 37\%$. Ce mécanisme, schématisé figure 3.17, est engendré par le changement relatif des projections des forces élémentaires normale p_x et tangentielle t_x . La tranche de poudre se retrouve alors sollicitée en tension.

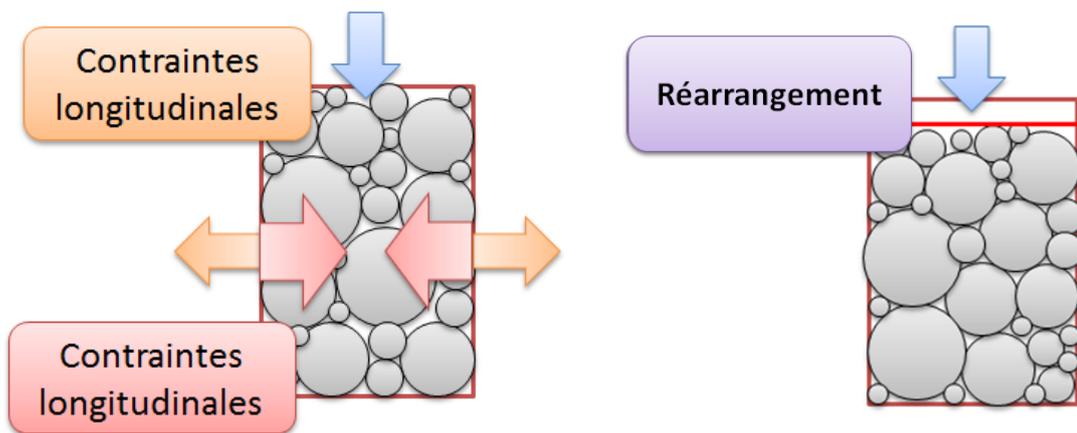
Une augmentation conséquente du taux de compaction permet d'atteindre un premier seuil de densité, comme schématisé figure 3.18a. Lorsque ce seuil de compaction survient pour $\theta > 0$, les forces de tension exercées sur la poudre, induisant un mouvement d'élongation de la tranche de poudre, se heurtent aux « parois » de la tranche. L'élongation longitudinale étant impossible, une force de réaction s'applique sur la poudre de part et d'autre de la tranche. Ces dernières inhibent en conséquence les forces de tensions (figure 3.18b). Les contraintes longitudinales décroissent alors avec les taux de compaction et l'équilibre est atteint pour $\eta = 47\%$. La tranche de poudre atteint alors le second seuil de densité.



(a) Tranche de poudre partiellement compactée (b) Tranche de poudre totalement compactée

Figure 3.18 – Évolution des contraintes au sein d’une tranche de poudre pour $37\% < \eta < 47\%$

Une compaction au delà de ce seuil de densité induit une augmentation des forces longitudinales exercées sur la tranche de poudre. Cette dernière est désormais en compression. Le passage de la tension à la compression, également dû au changement relatif des projections des forces élémentaires se caractérise par l’obtention de contraintes longitudinales négatives. Ce phénomène est en partie rendu possible grâce à un réarrangement des particules schématisé figure 3.19.



(a) Tranche de poudre partiellement compactée (b) Tranche de poudre totalement compactée

Figure 3.19 – Évolution des contraintes au sein d’une tranche de poudre pour $\eta > 47\%$

L’évolution de la pression en fonction de l’angle de rotation pour différents taux de compaction (figure 3.20) met en évidence deux mécanismes. Pour $23\% < \eta < 47\%$ (figure 3.20a), en d’autres termes, dans l’intervalle de contraintes positives,

3.3 Modèle prédictif de la densité relative

la pression croît avec le taux de compaction, et la pression maximale se situe à l'entrefer. En revanche, pour $47\% < \eta$ (figure 3.20b), soit des contraintes négatives, la pression maximale se situe en amont de l'entrefer. Qui plus est, si la pression croît proportionnellement au taux de compaction dans un premier temps, une inversion de tendance s'effectue pour un angle de rotation compris entre 0,1 et 0,05 rad. Son maximum local se situe alors à un angle de 0,05 rad. La pression diminue alors progressivement, provoquée par le réarrangement des particules, et se stabilise à l'entrefer. Enfin, la pression à l'entrefer est inversement proportionnelle au taux de compaction.

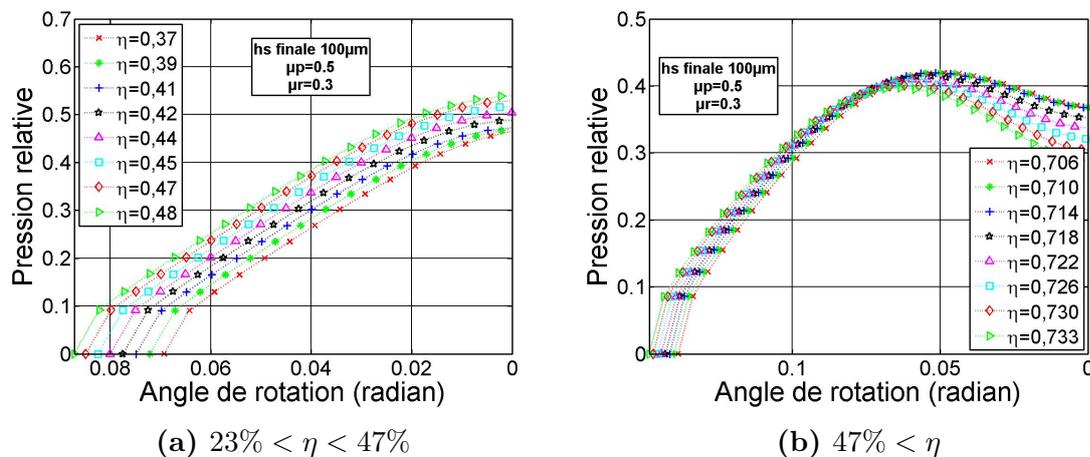


Figure 3.20 – Évolution de la pression en fonction de l'angle de compaction pour différents taux de compaction

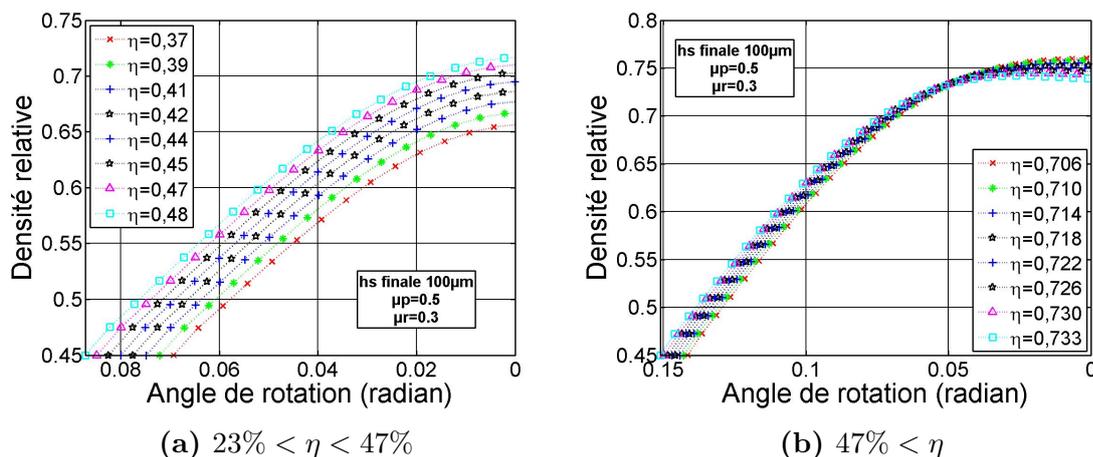


Figure 3.21 – Évolution de la densité en fonction de l'angle de compaction pour différents taux de compaction

L'évolution de la densité en fonction de l'angle de rotation pour différents taux de compaction (figure 3.21) met en évidence les mêmes mécanismes que pour la pression, à ceci près que l'inversion de tendance s'effectue pour un angle de rotation de 0,05, soit lorsque le maximum de pression est atteint. Le réarrangement des particules est alors considéré effectif.

Bien que nous conjecturons une stabilité de μ_r en fonction de l'angle de rotation, l'impact du coefficient de friction sur l'évolution des paramètres n'est pas à négliger.

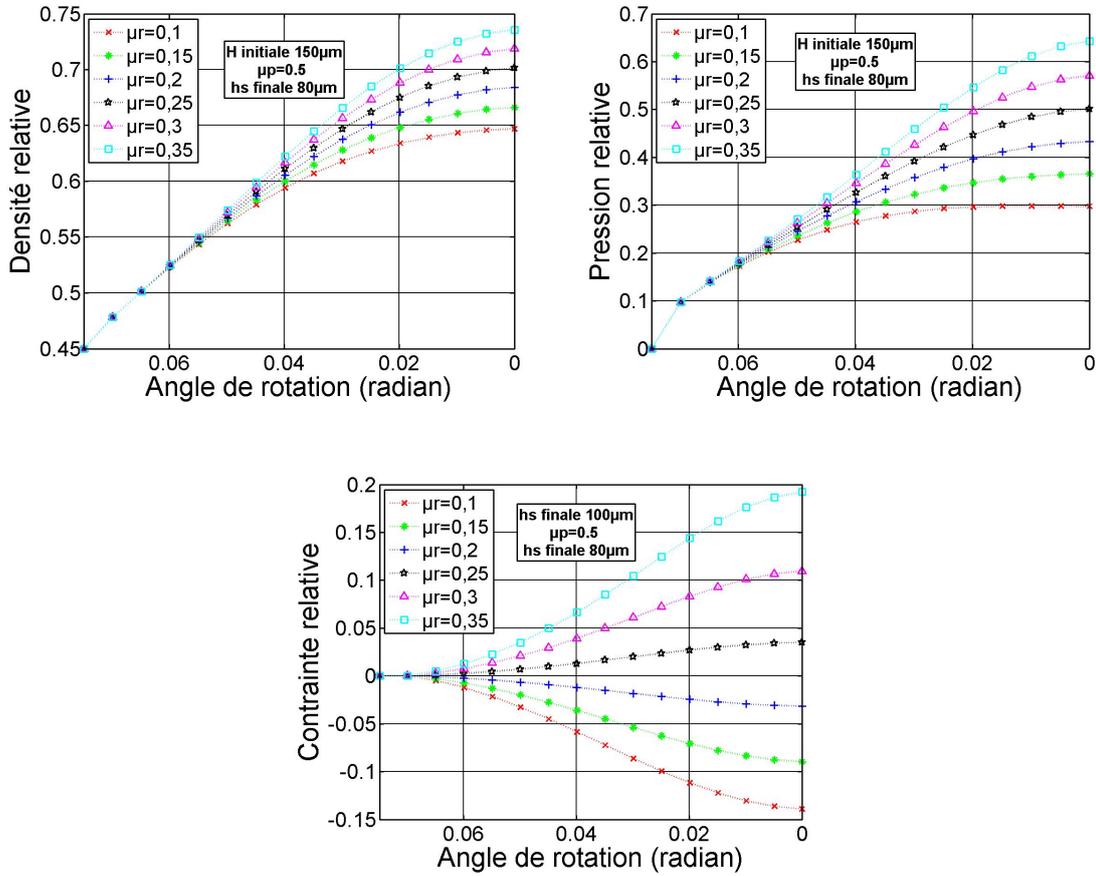


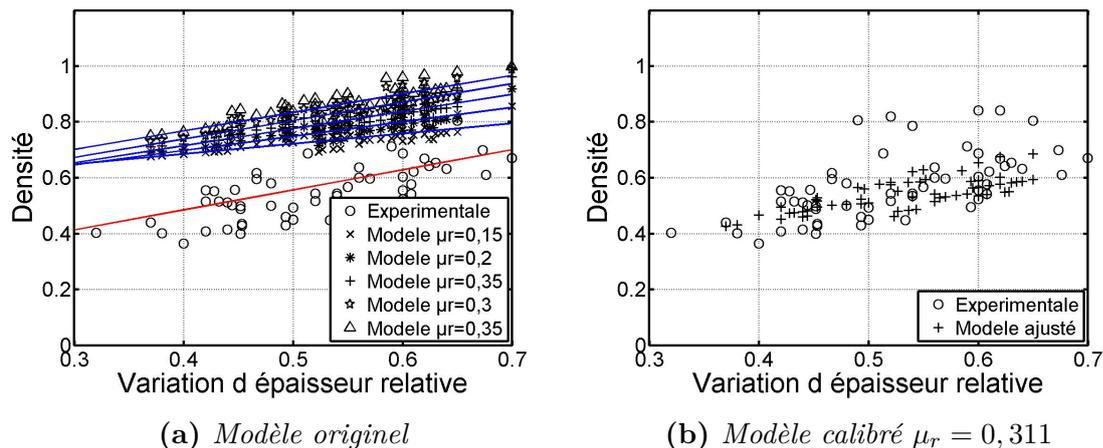
Figure 3.22 – Évolution des caractéristiques physiques de la poudre en fonction de l'angle de rotation pour divers coefficients de friction μ_r

Le choix du coefficient de friction détermine le mécanisme physique de compaction. Pour un coefficient faible ($\mu_r < 0,2$), le mécanisme d'absorption de la poudre par le rouleau lors d'une rotation positive est négligeable, face au raclage de la poudre provoqué par la translation du rouleau. La tranche de poudre n subit alors une compression de la part du rouleau, mise en évidence par une contrainte longitudinale négative. En revanche, pour des coefficients de friction plus importants, c'est le mécanisme d'absorption de la poudre, induit par l'effet rotatif du rouleau qui prime, et la poudre est alors sollicitée en traction, d'où une contrainte positive. Cette observation est cohérente avec les mécanismes de mise en couche explicités en 3.2.3. Enfin, l'augmentation de μ_r induit une augmentation de la pression de contact ainsi que de la densité de la couche de poudre. Il est donc raisonnable de sélectionner un μ_r de l'ordre de 0,3 [93] [91].

Les variations d'épaisseurs relatives définies par le mécanisme de compactations multiples en 3.3.1 sont considérées comme une variation d'épaisseur relative totale

3.4 Représentation mathématique du lit de poudre

définie entre l'épaisseur de la couche initiale sacrificielle (e_s), considérée comme une épaisseur expérimentale (e_{ex}) initiale (d'après les résultats en 3.3.1) et l'épaisseur finale (e_{ex4}). Le modèle précédent est appliqué à chaque chemin de compaction pour des coefficients de friction (μ_r) variables. Le fit linéaire de nos données expérimentales décrit un système dont la pente est de 0,71. La calibration du modèle est effectuée par identification pour un μ_r de 0,311 (cohérent avec la littérature) et un offset de 0,3 (figure 3.23b).



(a) *Modèle originel* (b) *Modèle calibré $\mu_r = 0,311$*
Figure 3.23 – *Variation de la densité expérimentale et modélisée en fonction de la variation d'épaisseur relative*

Les résultats montrent une bonne adéquation entre les valeurs expérimentales et le modèle défini. La nécessité d'un offset lors de la calibration est principalement due à la non prise en compte des pertes de matière par le modèle. En effet, la vitesse de rotation étant plus faible que la vitesse de translation, une partie de la poudre est évincée du système. De plus, les effets de bords dus à l'étalement de la poudre, induisant un déplacement de masse longitudinalement, qui ne sont pas non plus pris en compte dans le modèle. La considération d'une poudre cohésive, réagissant de manière équivalente en traction et en compression est également source d'erreur. Les variations locales entre les résultats expérimentaux et le modèle, quant à elles, sont dues à l'hypothèse d'une densité initiale de 0,45 pour toutes les couches de poudre initiales.

Le modèle calibré permet de prédire l'évolution de la densité relative du lit de poudre en fonction des paramètres de mise en couche.

3.4 Représentation mathématique du lit de poudre

3.4.1 Définition du modèle

La prédiction des paramètres intrinsèques locaux (à l'échelle du laser) du lit de poudre, peut être déterminée par la modélisation de ce dernier, à savoir, l'arran-

gement attendu des particules dans le lit en partant d'une distribution de taille et en cherchant à atteindre un lit de densité définie précédemment. La minimisation du nombre de paramètres est en contre-indication avec l'utilisation d'un modèle de type éléments finis. Ainsi, une routine mathématique est développée sur Matlab. Cette dernière a pour objectif de déterminer les positions optimales, sans recouvrement, de chaque particule du lit de poudre à partir de sa densité et la granulométrie des particules. Chaque position est équivalente au centre commun de trois sphères fictives dont la surface passe par le centre d'une des sphères adjacentes (figure 3.24).

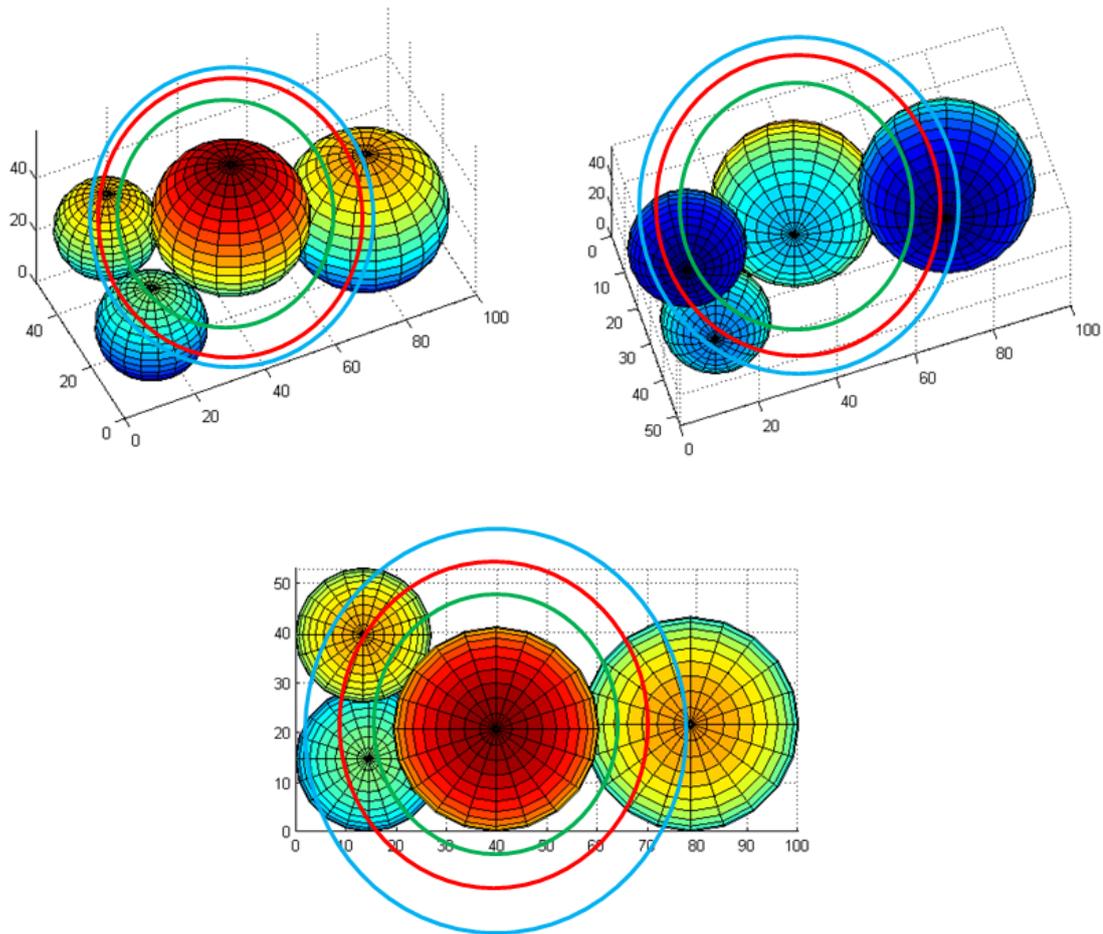


Figure 3.24 – *Sélection de la position sans chevauchement aléatoire de la particule*

Afin de gagner en temps de calcul, le lit de poudre est virtuellement subdivisé en mailles élémentaires. Dans un premier temps, la granulométrie obtenue dans la partie 2.2.2.1 est adaptée aux dimensions de la boîte de calcul (maille), puis discrétisée suivant un pas de $1 \mu m$ (figure 3.25).

3.4 Représentation mathématique du lit de poudre

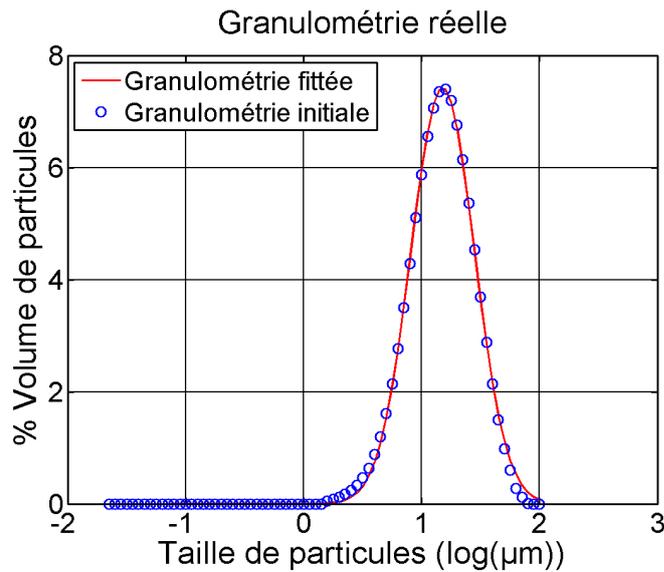


Figure 3.25 – Discretisation de la granulométrie expérimentale

Par la suite, une particule est aléatoirement sélectionnée dans le vecteur précédemment construit. Les différentes positions possibles pour cette particule sont définies par :

$$\begin{cases} (x_1 - x)^2 + (y_1 - y)^2 + (z_1 - z)^2 = R_1^2 + R^2 \\ (x_2 - x)^2 + (y_2 - y)^2 + (z_2 - z)^2 = R_1^2 + R^2 \\ (x_3 - x)^2 + (y_3 - y)^2 + (z_3 - z)^2 = R_1^2 + R^2 \end{cases} \quad (3.26)$$

Avec x_i, y_i, z_i les positions cartésiennes des particules « i » présentes dans la boîte de calcul, x, y, z les positions cartésiennes des particules sélectionnées aléatoirement, et R_i et R les rayons respectifs des particules.

La résolution de ce système par pivot de Gauss induit l'apparition des termes :

$$\frac{1}{x_2 - x_1} ; \frac{1}{y_2 - y_1} ; \frac{1}{z_2 - z_1} \quad (3.27)$$

Ces résultats, physiquement acceptables pour la particule, sont arbitrairement supprimés lors du calcul. Une fois toutes les positions admissibles par la particule déterminée, une sélection aléatoire de ladite position est effectuée, et la particule est supprimée de la granulométrie initiale. La fin du calcul est imposée lorsque la densité atteint la valeur escomptée. Cette dernière peut être définie via le modèle précédent, ou dans un premier temps, imposée à 50%. Différentes mailles sont alors accessibles (figure 3.26).

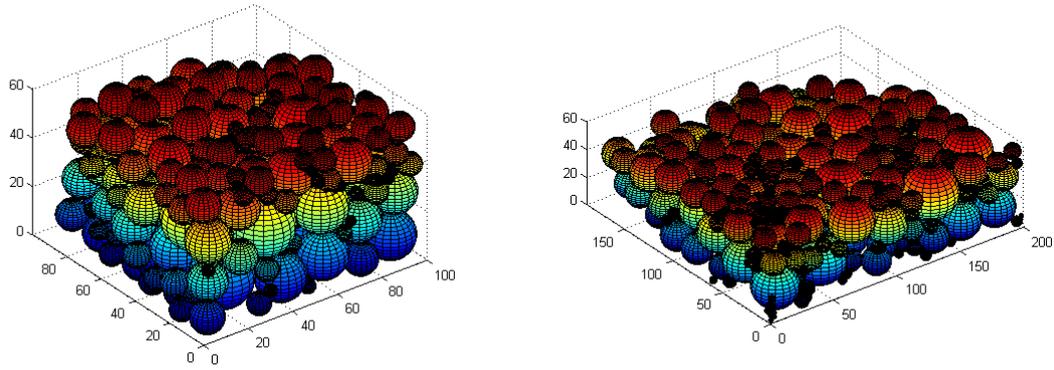


Figure 3.26 – Modélisation mathématique de lits de poudre de mailles de $100 \times 100 \times 60 \mu m^3$ et $200 \times 200 \times 60 \mu m^3$

3.4.2 Impact des dimensions de mailles

Variation de la granulométrie

Il est indéniable que la taille de la maille influence considérablement la granulométrie modélisée (figure 3.27). Pour une boîte de calcul de $50 \times 50 \times 60 \mu m^3$, le lit de poudre est concentré en petites particules. Les grosses particules étant trop volumineuses pour s'insérer dans la boîte de calcul, le manque de matière est comblé par un décalage non négligeable de la granulométrie. L'augmentation de la taille de maille tend à minimiser la différence entre la granulométrie expérimentale et la granulométrie modélisée.

Cependant, le temps de calcul est considérablement plus long (tableau 3.2) pour des mailles plus grandes. Cette variation est notamment due à la succession des routines afin d'optimiser la granulométrie finale. Au vu des résultats présentés, les mailles de 100×100 semblent être le meilleur compromis. Le partitionnement du volume complet en sous volumes distincts permettrait également une diminution considérable du temps de calcul, et d'obtenir une distribution statistique similaire.

Tableau 3.2 – Description des variations d'épaisseurs relatives appliquées pour chaque chemin de compaction

| Dimension de maille (μm^3) | 50x50x60 | 100x100x60 | 150x150x60 | 200x200x60 |
|-----------------------------------|----------|------------|------------|------------|
| Temps de calcul | 58 s | 1 h 42 min | 5 h 40 min | 9 h 10 min |

3.4 Représentation mathématique du lit de poudre

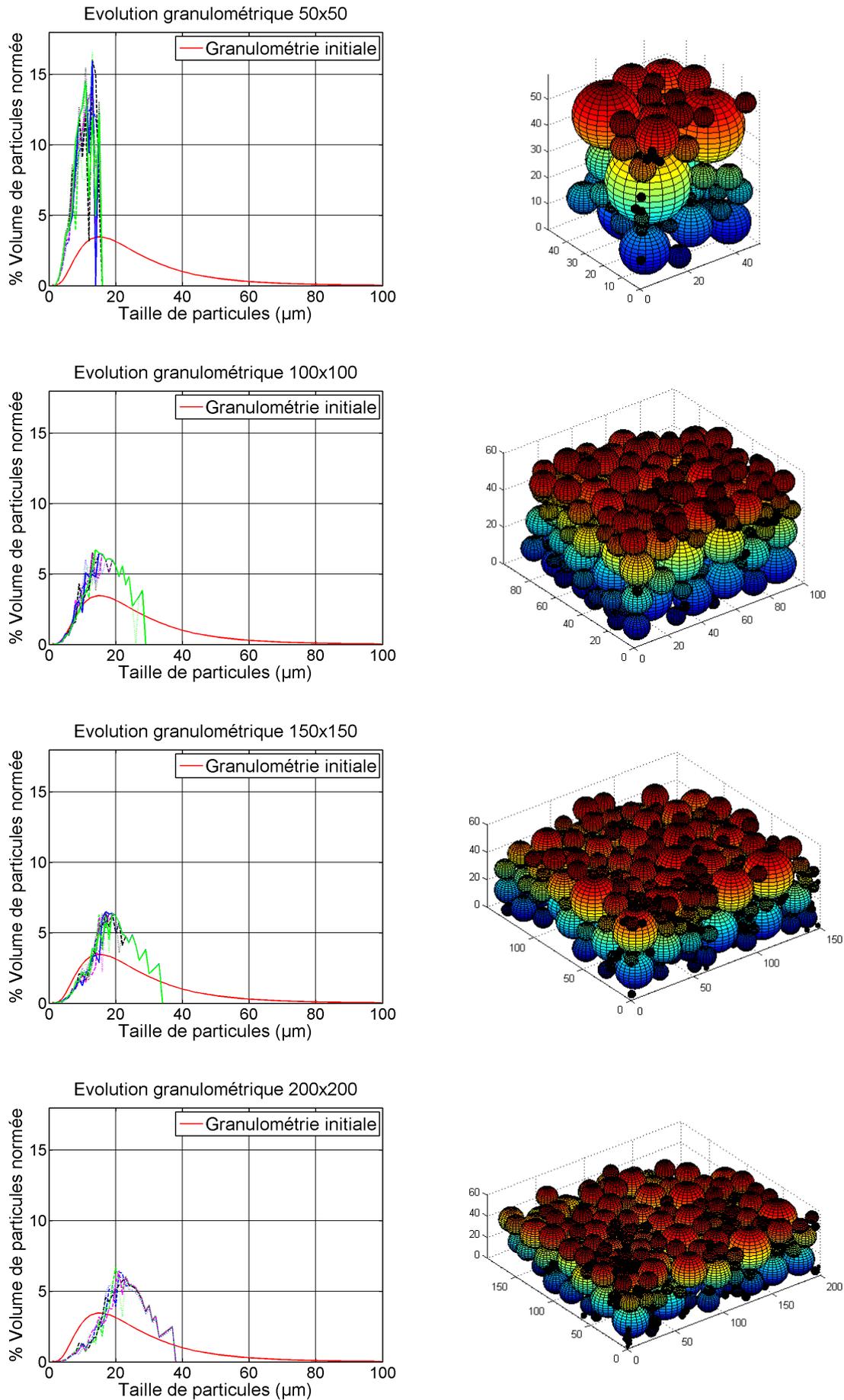


Figure 3.27 – Évolution des granulométries en fonction des dimensions de mailles élémentaires de lits de poudre

Effets de bords

Le contact des particules avec les bords de la maille étant ponctuel, l'existence d'effets de bords est attendu. Pour mieux analyser la part des effets de bords dans ce modèle, nous pouvons définir les principaux paramètres intrinsèques au lit de poudre qui nous intéressent, à savoir la surface équivalente (S_e) locale par unité de volume de solide, défini par :

$$S_e = \frac{3 \cdot \sum R_i^2}{\sum R_i^3} \quad (3.28)$$

Ainsi que le coefficient d'extinction optique [96] défini par :

$$\beta_e = \frac{1}{4} \cdot \frac{\Theta}{1 - \Theta} \cdot S_e \quad (3.29)$$

L'évolution de ces paramètres est suivie en fonction de la diminution des axes latéraux de la maille de calcul. L'impact des effets de bords est analysé sur une diminution du volume final, en conservant toutes les particules déterminées pour la maille initiale. La variation des bords est considérée entre 0 et 10 μm (figure 3.28).

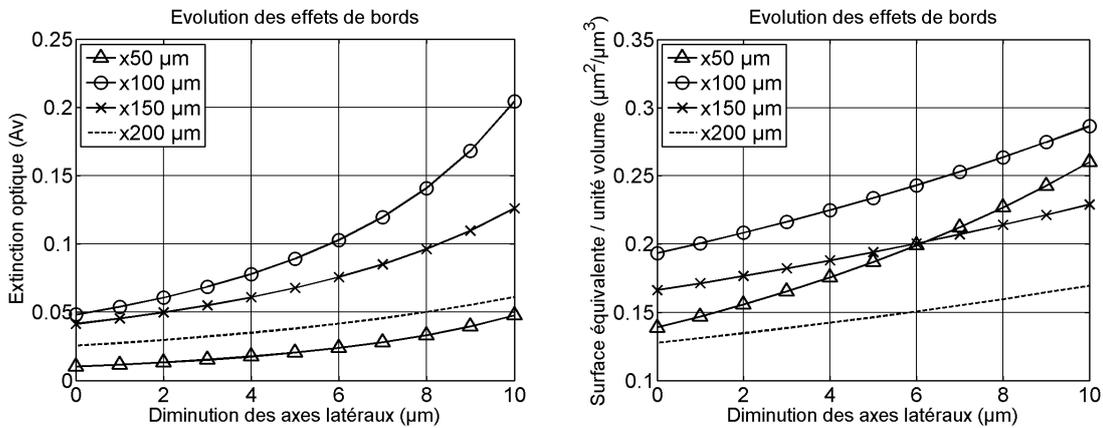


Figure 3.28 – Évolution des paramètres intrinsèques locaux en fonction de la diminution du volume apparent pour différentes mailles de calcul

De manière générique, l'augmentation de la maille de calcul tend à diminuer l'extinction optique et la surface équivalente, à l'exception des mailles dont le coté est inférieur à 100 μm , due à la forte différence de granulométrie. L'impact de la diminution du volume apparent sur les paramètres intrinsèques demeure négligeable jusqu'à 2 μm . Pour une diminution plus importante, β_e et S_e augmentent d'autant plus vite que la maille est petite.

3.5 Conclusion

3.4.3 Paramètres intrinsèques locaux

L'objectif étant de définir les paramètres du lit de poudre impactant localement l'interaction laser-matière, il convient de concevoir un lit de poudre virtuel dont les dimensions finales sont $800 \times 200 \times 80 \mu m^3$ (dimensions visées pour implémenter un modèle thermique sur une courte distance). Le lit de poudre est donc constitué de blocs de mailles unitaires. Cette stratégie permet de diminuer fortement le temps de calcul en imposant des mailles unitaires de $100 \times 100 \times 80 \mu m^3$. De plus, la granulométrie sélectionnée est définie pour la maille totale, diminuant le « shift » vers les petites particules. La conception de type mosaïque permet un brassage des paramètres en interaction locale avec le laser. A contrario des valeurs globales, β ainsi que S_e varient en fonction de la localisation dans le lit de poudre, définissant un lit de poudre physiquement plus représentatif (figure 3.29).

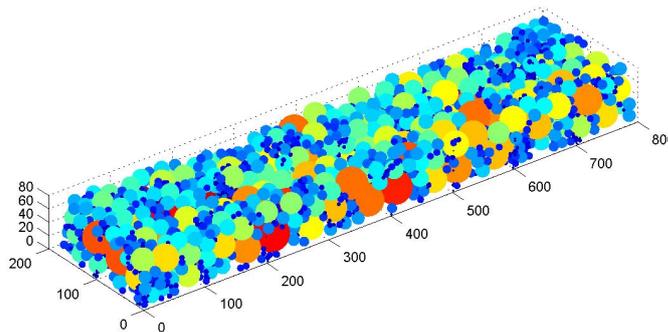


Figure 3.29 – Modélisation d'un lit de poudre de type mosaïque

3.5 Conclusion

La mise en place d'un protocole de mise en couche ainsi que sa modélisation ont été présentées dans ce chapitre. Les différents mécanismes de conditionnement de la poudre ont été analysés en fonction des paramètres du rouleau d'application. Un mécanisme de fluidification a pu être observé lors de l'application d'une rotation dite négative, tandis qu'une densification du lit de poudre peut être obtenue lors de l'application d'une rotation dite positive. L'application de ces deux effets couplés à une stratégie de compactations successives sur une couche sacrificielle permet, entre autre, l'obtention d'un panel de lits de poudre plans, homogènes et de densités relatives allant de 0,3 à 0,7.

Le modèle de Katashinski et Shtern [91] a été adapté à cette étude afin de modé-

liser l'évolution de la densité relative du lit de poudre en fonction des paramètres du procédé de mise en couche. L'étude de la cinématique et des paramètres de forces de lamination couplée à la théorie des tranches permet une bonne approximation de l'évolution des contraintes appliquées au lit de poudre. Différents mécanismes de densification ont pu être observés en fonction du taux de compaction appliqué. Ainsi, l'augmentation de la pression et de la contrainte longitudinale pour de faibles taux de compaction ($\eta < 33\%$) permettent une densification croissante néanmoins faible du lit de poudre. Un premier seuil de densification est alors atteint. L'augmentation de la pression pour un taux de compaction intermédiaire ($33 < \eta < 56\%$) induit une réaction des parois de chaque tranche de poudre aux contraintes longitudinales. Nous observons alors une diminution des contraintes longitudinales, jusqu'à annulation de ces dernières. Un second seuil de densification est alors atteint. Enfin, une augmentation de pression pour un taux de compaction important ($\eta > 56\%$) implique le passage de la poudre d'un état de tension longitudinale à un état de compaction longitudinale, favorisé par des contraintes longitudinales négatives. La densification est alors possible via un réarrangement des particules. Les résultats modélisés, après calibration, sont en très bonne adéquation avec les données expérimentales.

Enfin, une représentation mathématique du lit de poudre est proposée. Cette dernière permet de définir les paramètres locaux du lit de poudre, et notamment le coefficient d'extinction, en fonction de la densité relative du lit de poudre. Une augmentation de la taille de la boîte de calcul provoque une variation de la granulométrie modélisée. Les paramètres calculés sont alors fortement impactés par ces effets de bord. La conception d'un lit de poudre volumineux constitué de maille élémentaire permet de pallier à la variation de granulométrie, et permet une variation du coefficient d'absorption locale, représentativement plus physique.

Chapitre 4

Procédé de fusion laser

Sommaire

| | | |
|-------|--|-----|
| 4.1 | Introduction | 90 |
| 4.2 | Évolution morphologique des cordons unitaires | 90 |
| 4.2.1 | Impact de la densité énergétique | 90 |
| 4.2.2 | Impact du lit de poudre | 94 |
| 4.3 | Évolution microstructurale des cordons unitaires | 96 |
| 4.3.1 | Analyse de la zone thermiquement impactée | 97 |
| 4.3.2 | Analyse de la phase martensitique | 99 |
| 4.4 | Évolution des grains β antérieurs | 104 |
| 4.4.1 | Identification des variants héréditaires | 104 |
| 4.4.2 | Analyse des anciens grains β | 110 |
| 4.5 | Conclusion | 113 |

4.1 Introduction

Le concept même de fabrication additive réside dans le principe de superposition de couches 2D, elles-mêmes obtenues par superposition de cordons unitaires. L'intégrité de la pièce 3D réside en partie en la maîtrise desdits cordons unitaires. L'analyse des évolutions morphologiques des cordons est exposée dans une première partie. Un soin particulier est porté à la dissociation des paramètres laser et des paramètres de mise en couche. Enfin, l'évolution microstructurale des cordons unitaires est présentée dans une troisième partie. En particulier, l'analyse de la phase martensitique est détaillée par reconstitution des anciens grains β , couplée à une analyse fine de la microstructure.

4.2 Évolution morphologique des cordons unitaires

4.2.1 Impact de la densité énergétique

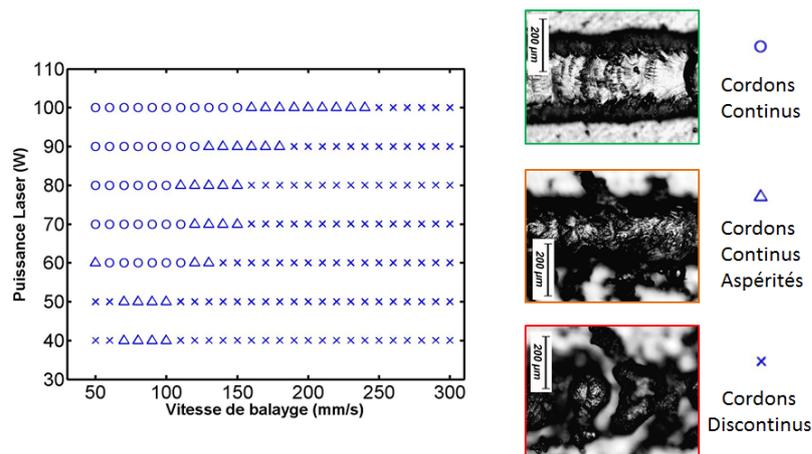


Figure 4.1 – Évolution de morphologie des cordons en fonction des paramètres d'édification pour une épaisseur de couche de $80 \mu m$

Comme indiqué dans la partie 1.3.3.1, le mécanisme de fusion est fortement impacté par la densité d'énergie surfacique (dEs) (équation 1.19). Une valeur de dEs trop faible ne permet pas l'obtention d'une fusion continue, voire, aboutit à une délamination du cordon avec le substrat, tandis qu'un surplus d'énergie conduit à une sublimation ainsi qu'à la formation d'éjectas provoquant la formation de cordons discontinus. Dans notre cas, la densité énergétique n'est pas suffisante pour obtenir un effet « balling ». Il convient dans un premier temps de définir les densités énergétiques nécessaires à l'obtention d'une édification continue. Afin de s'affranchir de l'impact du lit de poudre sur la formation des cordons, nous fixons l'épaisseur du lit de poudre à $80 \pm 4 \mu m$ et la densité relative à $55 \pm 3,5 \%$.

4.2 Évolution morphologique des cordons unitaires

L'utilisation de puissances inférieures à 60 W ne permet pas, dans les conditions de mise en forme sélectionnées, d'obtenir des cordons continus sans aspérités. L'augmentation de puissance permet d'élargir la fenêtre de conception de cordons continus (avec et sans aspérités), d'après la figure 4.1. Dans la suite de cette étude, les résultats présentant des discontinuités ne sont pas pris en compte, et seuls les paramètres optimaux sont utilisés pour la confection de cordons unitaires. La densité énergétique seule ne suffit pas à définir les paramètres optimaux. L'analyse de la section transverse des cordons obtenus d'après le protocole défini en 1.3.2.1 nous permet de corréler l'évolution morphologique des cordons avec la densité énergétique pour chaque puissance laser définie.

Les résultats expérimentaux sont fittés via une régression polynomiale d'ordre 2 et tracés en corrélation avec les courbes de régression pour une meilleure visualisation des tendances obtenues. Il est important de souligner que les paramètres des polynômes ne sont pas physiques, mais sont néanmoins très utiles pour la visualisation des évolutions morphologiques des cordons en fonction des paramètres. D'après la figure 4.2a, une croissance de la largeur des cordons en fonction de la densité énergétique est observable. De plus, plus la puissance est élevée, plus la largeur est importante à densité énergétique constante. Les mêmes conclusions peuvent être faites concernant la profondeur du bain de fusion d'après la figure 4.2b. Nous assistons cependant à une augmentation de la profondeur bien plus importante pour une puissance de 90 W.

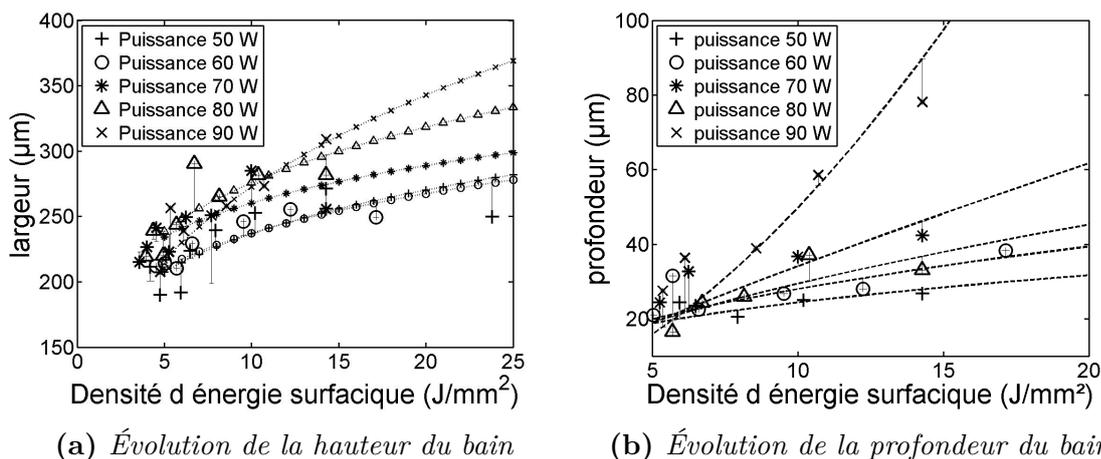


Figure 4.2 – Évolution des paramètres morphologiques des bains de fusion en fonction de la densité énergétique pour chaque puissance

L'évolution de la hauteur du bain de fusion (figure 4.3) montre un mécanisme d'évolution distinct de la largeur et de la profondeur. En effet, pour une densité énergétique inférieure à 13 J/mm^2 , nous pouvons observer une croissance de la hauteur du bain de fusion. Un optimum local est alors atteint. En revanche, pour une

valeur de dEs supérieure à $13 J/mm^2$, la hauteur du bain de fusion décroît. Enfin, pour une densité énergétique fixée, la hauteur du bain de fusion est en moyenne inversement proportionnelle à la puissance laser. Le paramètre de densité énergétique n'est donc pas suffisant à lui seul pour expliquer ces évolutions. L'utilisation de puissances plus élevées permettant d'obtenir une meilleure stabilité du bain de fusion, il est intéressant d'observer une diminution globale de hauteur pour une puissance plus élevée. Une dualité peut être ainsi soulignée lors d'un apport d'énergie, entre une augmentation de la quantité de poudre fondue, et la quantité de substrat fondue. Ce phénomène serait dû à une compétition entre les mécanismes de conduction et de convection. En effet, plus la puissance augmente, plus le flux Eulérien est important. Les mécanismes radiatifs et convectifs sont alors favorisés, au détriment de la conduction. De plus, la puissance laser pourrait augmenter la pression de vapeur au dessus du bain de fusion, et ainsi favoriser l'affaissement du cordon.

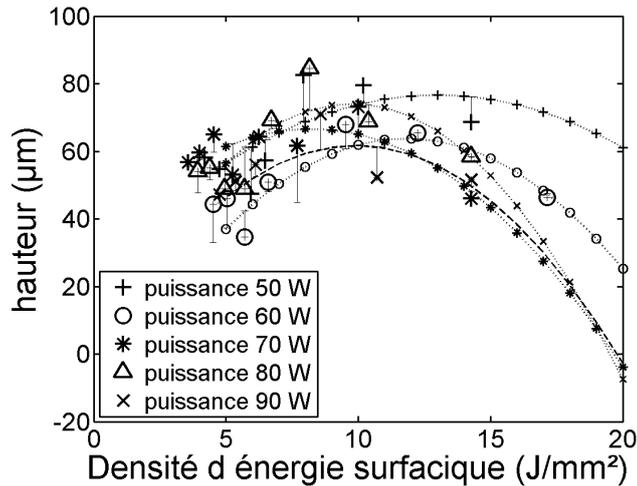


Figure 4.3 – Évolution de la hauteur du bain de fusion en fonction de la densité énergétique pour chaque puissance

D'après la figure 4.4, la surface totale du bain de fusion est majoritairement dépendante de l'évolution de la hauteur de ce dernier, hormis pour une puissance de $90 W$ où l'évolution de la profondeur masque le mécanisme d'affaissement du cordon. Qui plus est, cette surface est, contrairement à la hauteur du bain de fusion, proportionnelle à la puissance laser. Il est à noter que les interpolations choisies ne sont bien adaptées qu'à l'intervalle $[0 20] J/mm^2$.

La quantité de matière fondue augmente avec la densité d'énergie. Le bain de fusion croît alors dans toutes les directions possibles. Pour de fortes puissances, cette croissance est préférentiellement orientée vers « l'intérieur », en pénétrant plus profondément dans le substrat. Pour de plus faibles puissances, en revanche, l'évolution est favorisée en hauteur. Au-delà d'une quantité d'énergie seuil ($13 J/mm^2$ dans notre cas), les tensions capillaires ne sont plus suffisantes pour maintenir la crois-

4.2 Évolution morphologique des cordons unitaires

sance du bain de fusion en z , et nous assistons à un affaissement du cordon couplé à une croissance de la hauteur et de la profondeur.

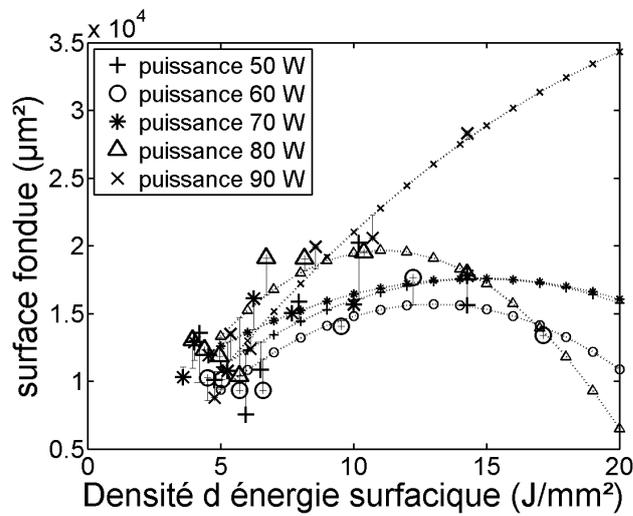
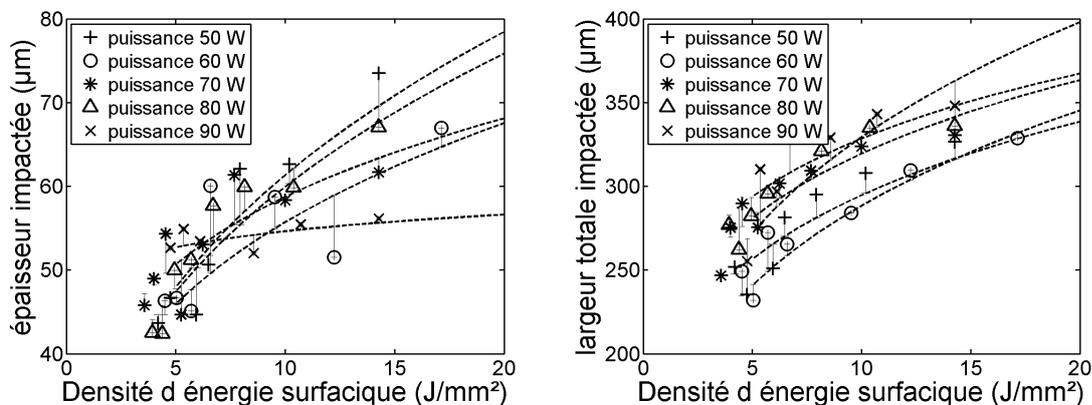


Figure 4.4 – Évolution de la surface du bain de fusion en fonction de la densité énergétique pour chaque puissance

On s'intéresse maintenant à l'épaisseur de la zone thermiquement impactée selon la procédure définie en 2.4.2.1. D'après la figure 4.5a l'épaisseur de la zone thermiquement impactée croît avec la densité d'énergie surfacique, et est inversement proportionnelle à la puissance laser définie. Un apport plus conséquent d'énergie permet la fusion d'une quantité de matière et un impact thermique plus importants. Cependant, l'utilisation de fortes puissances laser est moins favorable à la diffusion de chaleur dans les couches précédentes. La largeur totale impactée (figure 4.5b) est également croissante avec la densité d'énergie, mais est proportionnelle à la puissance laser.



(a) Évolution de l'épaisseur de la zone thermiquement impactée

(b) Évolution de la largeur de la zone thermiquement impactée

Figure 4.5 – Évolution de l'épaisseur et de la largeur de la zone thermiquement impactée en fonction de la densité énergétique pour chaque puissance

Ces évolutions tendent à démontrer que le bain de fusion agit comme un puits thermique. Ainsi, pour un volume plus important de matière fondue, la quantité d'énergie diffusée dans le substrat (ou les couches antérieures) est amoindrie.

4.2.2 Impact du lit de poudre

Afin d'analyser l'impact du lit de poudre sur le mécanisme de fusion, nous fixons les paramètres intrinsèques laser. Au vu des résultats présentés en 4.2.1, nous fixons la puissance à 100 W et la vitesse de balayage à 70 mm/s.

Impact de la hauteur du lit de poudre

Dans un premier temps, nous fixons la densité relative du lit de poudre à $55 \pm 3,5 \%$ afin de pouvoir analyser l'impact de la hauteur de poudre.

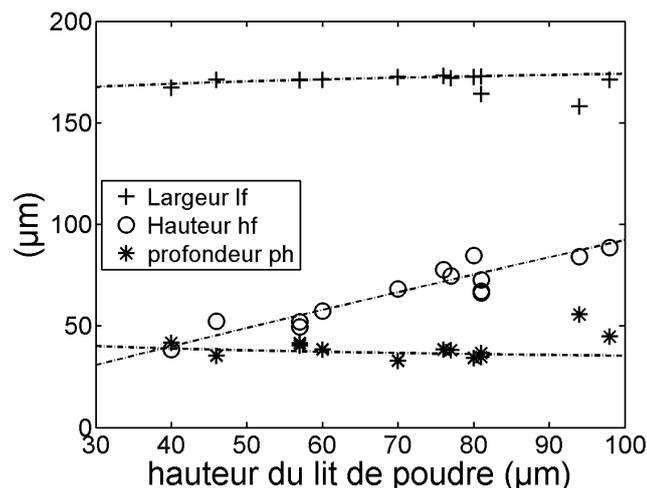


Figure 4.6 – Évolution de la hauteur, de la largeur et de la profondeur du bain de fusion en fonction de l'épaisseur du lit de poudre

D'après la figure 4.6 il apparaît que la hauteur du lit de poudre n'impacte pas la largeur du bain de fusion. La profondeur de la zone fondue, quant à elle, décroît légèrement avec la hauteur du lit de poudre, ce qui peut être interprété comme un effet de puits thermique lors de la fusion d'une quantité de poudre plus importante. Enfin, la hauteur du lit de poudre est naturellement directement corrélée à l'épaisseur du bain de fusion. Aucune tendance n'a pu être déduite de l'évolution morphologique de la zone thermiquement affectée. Au vu de ces évolutions, on peut admettre pour ce jeu de paramètres que l'épaisseur du lit de poudre n'influe que sur la hauteur finale du cordon unitaire. D'après ces observations, de nouvelles stratégies de fabrication peuvent être envisagées afin d'améliorer la vitesse de production. Il faut néanmoins considérer que l'évolution des contraintes résiduelles, ainsi qu'un apport insuffisant en énergie peuvent infirmer les dites stratégies.

4.2 Évolution morphologique des cordons unitaires

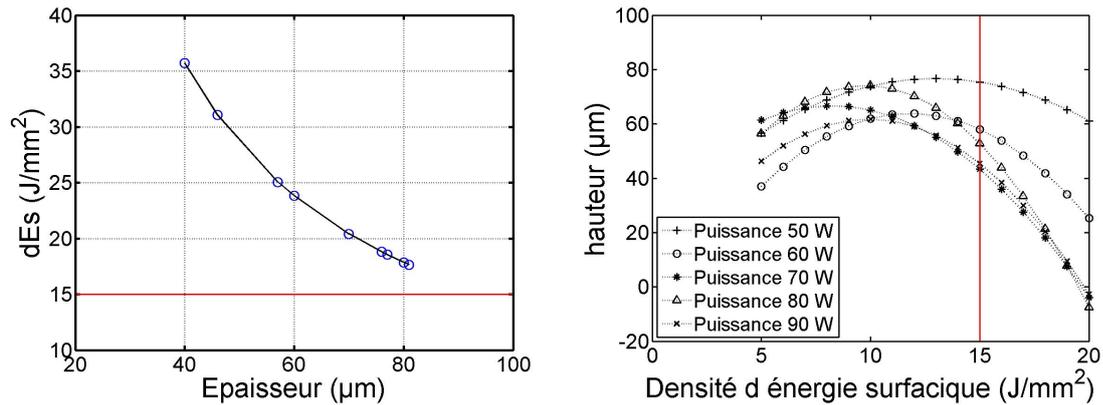


Figure 4.7 – Mise en corrélation des mécanismes de fusion pour une variation d'épaisseur de lit de poudre et de densité d'énergie

Dans la partie 4.2.1, nous avons démontré qu'une augmentation de densité énergétique pouvait induire une augmentation de la hauteur du bain de fusion pour des densités d'énergie surfacique inférieures à 13 J/mm^2 ou une diminution de cette hauteur pour des densités d'énergie supérieures à 13 J/mm^2 . Dans le cas stabilisé d'une puissance à 100 W couplée à une vitesse de balayage de 70 mm/s , une variation de hauteur de poudre correspond à une densité d'énergie toujours inférieure à 15 J/mm^2 . Ainsi, une augmentation de hauteur de poudre augmente bien la hauteur finale du bain de fusion en diminuant la densité énergétique (figure 4.7).

Impact de la densité du lit de poudre

Dans un second temps, la hauteur est fixée à $80 \pm 4 \mu\text{m}$ afin d'analyser l'impact de la densité relative du lit de poudre sur la morphologie du cordon.

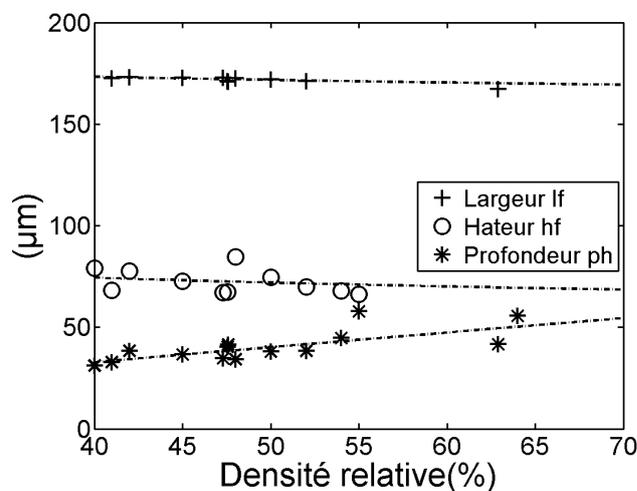


Figure 4.8 – Évolution de l'épaisseur, de la largeur et de la profondeur du bain de fusion en fonction de la densité relative du lit de poudre

La figure 4.8 met en évidence une stabilité de la largeur du cordon quelle que soit la densité relative définie. La hauteur, quant à elle, est en moyenne stable avec quelques variations hypothétiquement dues aux variations de mise en couche. Enfin, il est possible de noter que l'augmentation de densité relative induit une pénétration plus importante du bain de fusion dans le substrat. Ainsi, là où l'augmentation de densité diminue généralement le phénomène de pénétration laser, la diminution des pores est favorable au mécanisme de conduction thermique. Dans ce cas précis, il semble que le phénomène de puits thermique ne soit pas effectif. Les données expérimentales observées lors de l'augmentation de la densité relative révèlent une lacune en matière fondue. Nous conjecturons que l'augmentation de densité relative est accompagnée de pertes de matière plus importantes lors du procédé de fusion. L'apparition de bulles de gaz, pourrait provoquer, lors du dégazage, une éjection de la poudre en relation à la densité relative du lit de poudre.

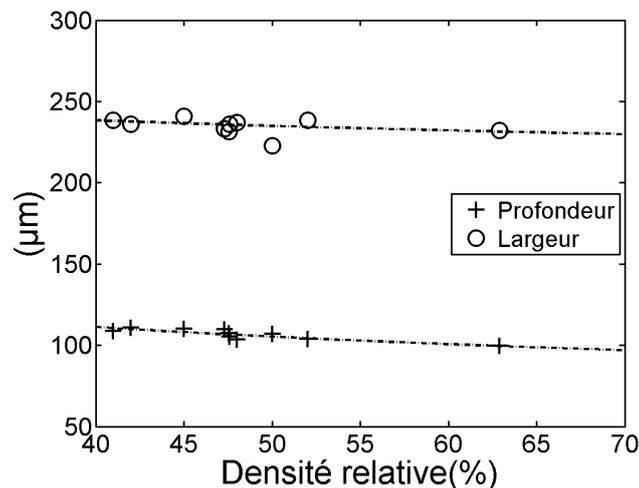


Figure 4.9 – Évolution de la profondeur et de la largeur de la zone thermiquement affectée en fonction de la densité relative du lit de poudre

L'analyse de la zone thermiquement affectée (figure 4.9) montre une diminution de la largeur ainsi que de l'épaisseur de cette dernière avec la densité. Une fois de plus, la croissance de la profondeur du bain de fusion induit une diminution de la zone thermiquement impactée due aux pertes thermiques lors du procédé de fusion (partie 4.2.1).

4.3 Évolution microstructurale des cordons unitaires

Comme présenté figure 4.10, tous les cordons unitaires obtenus par fusion laser présentent 4 phases, à savoir :

- une zone fondue dont la microstructure est trempée à l'argon, et se présente sous phase martensitique,

4.3 Évolution microstructurale des cordons unitaires

- une zone de transition fondue/non fondue,
- une première zone thermiquement impactée favorisant la croissance des grains β ,
- une seconde zone thermiquement impactée de transformation partielle.

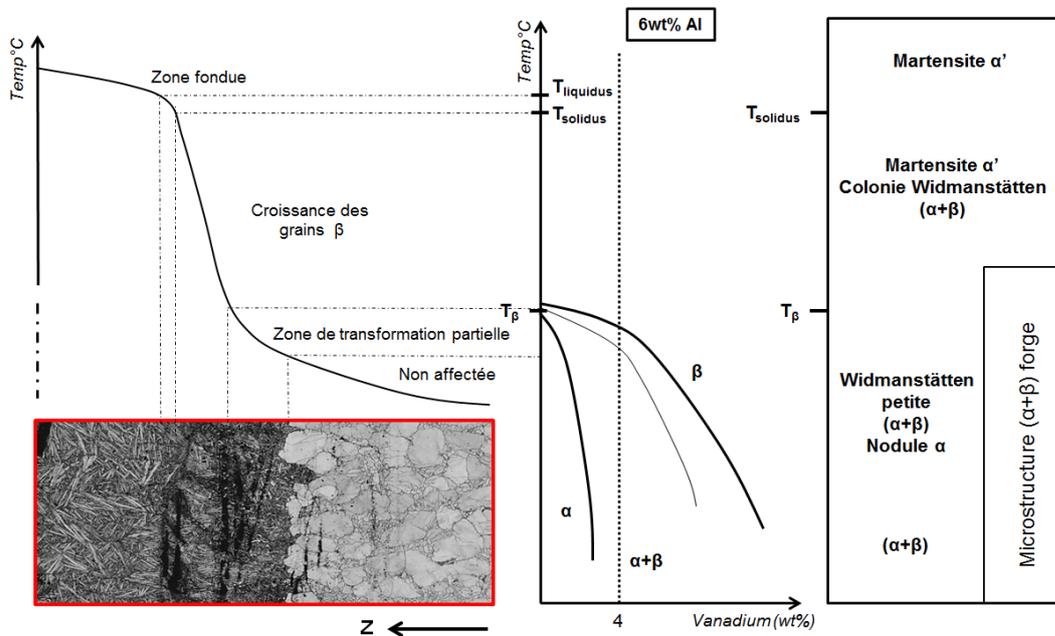


Figure 4.10 – Résumé des évolutions microstructurales

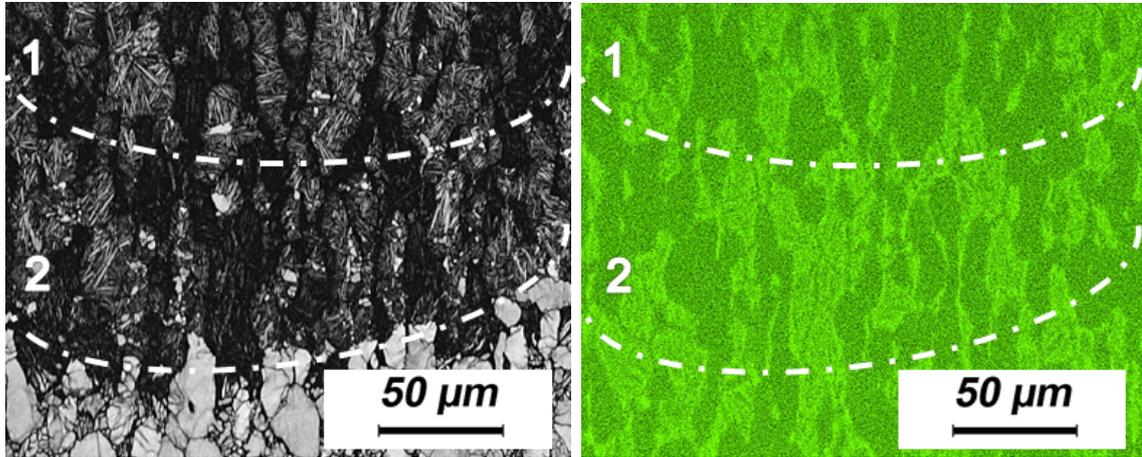
Au vu de la complexité microstructurale et de la difficulté de mise en évidence de la zone de transition bain de fusion/zone thermiquement impactée, l'analyse de cette zone n'a été réalisée que de manière qualitative.

4.3.1 Analyse de la zone thermiquement impactée

Sur la figure 4.11a, on peut distinguer deux zones différentes dans la partie thermiquement affectée. Une première zone, proche du bain de fusion, dans laquelle la croissance des grains β est favorisée. La deuxième zone est située à proximité du substrat non affecté. Dans la première zone, proche du bain de fusion, l'analyse EBSD en bande contraste révèle la formation de lamelles α obtenues par nucléation/croissance, assimilables à des colonies de Widmanstätten, dans les anciens nodules α du substrat. Cependant, lors de l'édification du cordon, les nodules α se sont transformés en β sans pour autant s'homogénéiser chimiquement avec le reste de la microstructure. Ces lamelles sont visibles dans la zone pointée par la flèche rouge sur la figure 4.11a.

Dans la zone 1 toujours, on voit, dans les zones de faible qualité d'indexation, des lamelles α . Ces zones pointées par la flèche bleue sur la figure 4.11a et montrant une forte concentration de vanadium (environ 10%)(figure 4.11b), correspondent aux

zones β transformées du substrat (aiguille α dans du β) retransformées en β lors du passage du laser, mais non homogénéisées avec le reste de la structure. Lorsque la structure se refroidit, des lamelles α moins nombreuses que dans les anciens nodules re-précipitent très finement pour produire ces zones.



(a) Cartographies EBSD- Bande Contraste

(b) Cartographie EDX

Figure 4.11 – Cartographies EBSD- Bande Contraste et EDX du vanadium des zones thermiquement impactées

Dans la seconde zone, nous pouvons également observer la phase β_t au niveau des anciens grains $\alpha + \beta$ du substrat. Il est à souligner que l'indexation y semble légèrement meilleure que dans la zone 1, mais aucune différence microstructurale n'a pu être mise en évidence. Les anciens grains β , quant à eux, sont également constitués de colonies de Widmanstätten. D'après Murgau [97], la taille des lamelles est inversement proportionnelle à la vitesse de refroidissement. La taille plus petite des lamelles dans la zone 2 indique donc une vitesse de refroidissement plus grande. La diffusion thermique y est donc favorisée. Dans ces anciens nodules α nous pouvons également observer la présence de zones α équiaxes non présentes dans la zone 1, dont les nodules sont complètement aiguillés, pointées par la flèche verte sur la figure 4.11a. On peut supposer deux raisons à la présence de zones α équiaxes dans les anciens nodules α dans la zone 2.

- D'après Murgau [97], une augmentation de la vitesse de refroidissement permet une stabilisation de la phase α , via dérive de la température T_β , qui si la vitesse de refroidissement diminue par la suite permet la nucléation et la croissance d'une phase α non lamellaire α_{gb} aux joints de grains des anciens grains β . Ces conditions étant très éloignées du contexte de ce travail, car la vitesse de refroidissement est très rapide pendant tout le process et les zones α équiaxes sont plutôt intra-nodulaires.
- L'explication la plus plausible est certainement la variation de composition chimique comme explicité dans la partie 1.2.3.2, qui peut être à l'origine d'une

4.3 Évolution microstructurale des cordons unitaires

variation locale du T_β stabilisant localement la phase β . Les variations locales de compositions en vanadium et aluminium peuvent donc être à l'origine d'une variation locale de température T_β stabilisant la phase α dans les anciens grains α . Ces nodules sont donc une rémanence des anciens grains α . Cette hypothèse est cohérente avec la forme dentelée du front thermique situé entre la zone 2 et le substrat non thermiquement impacté.

Il semble donc que, dans la zone 2, la transformation des nodules α en β , ne soit pas complète, contrairement aux nodules α de la zone 1, qui présente intégralement une structure aiguillée au moment où ils se refroidissent. Dans la zone 2, une seule partie des nodules α se transforment en β qui au refroidissement sont le siège de structure aiguillée β_t . Les autres parties du nodule non transformé restent α pendant tout le process, et donc post-mortem .

De manière générale, la zone thermiquement affectée se caractérise par la présence de lamelles α , de type Widmanstätten, dans une matrice β_t . Cette microstructure est obtenue depuis le domaine β . La non homogénéité chimique, héritée du substrat, fait apparaître des zones α -gènes et des zones β -gènes, influençant le ratio lamelles α /phase β_t . Ces rémanences, héritées du substrat, sont dues à une variation de la température T_β provoquée par l'inhomogénéité chimique. La rapidité du chauffage ne laisse pas le temps aux zones α et β_t de s'homogénéiser à chaud.

4.3.2 Analyse de la phase martensitique

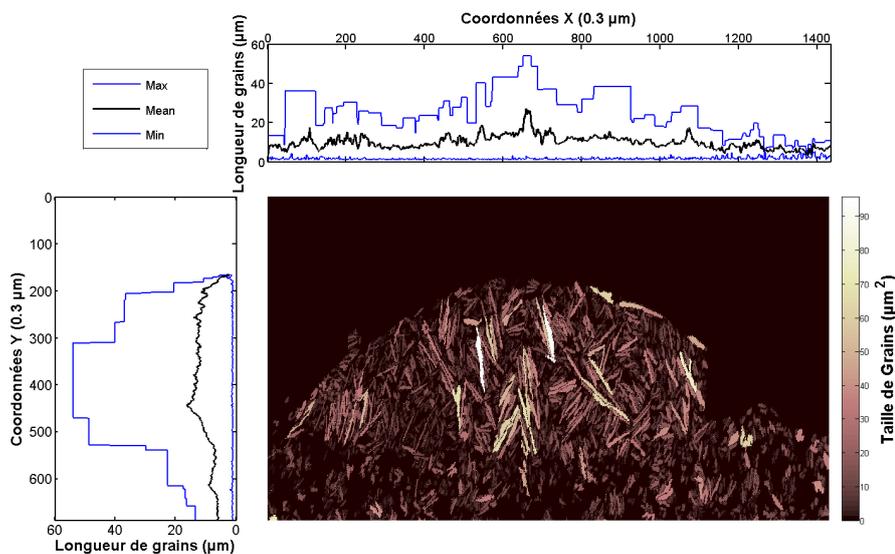


Figure 4.12 – Identification des lamelles alpha en fonction de leur surface et de leur position dans le bain de fusion

L'analyse de la zone martensitique requiert une détection fine et une séparation de chaque lamelle présente dans le bain de fusion. L'automatisation de cette démarche est effectuée via Matlab. Dans un premier temps, un background est effectué pour chaque cartographie EBSD. Ce dernier est alors soustrait à la cartographie initiale, et un ajustement du contraste avec une saturation basse à 1% et haute à 20% est opéré. Le seuil adéquat de taux de gris est calculé afin d'enlever le bruit résiduel, et de binariser l'image. Enfin, chaque lamelle est reconstituée par identification des pixels partageant une connectivité de 4.

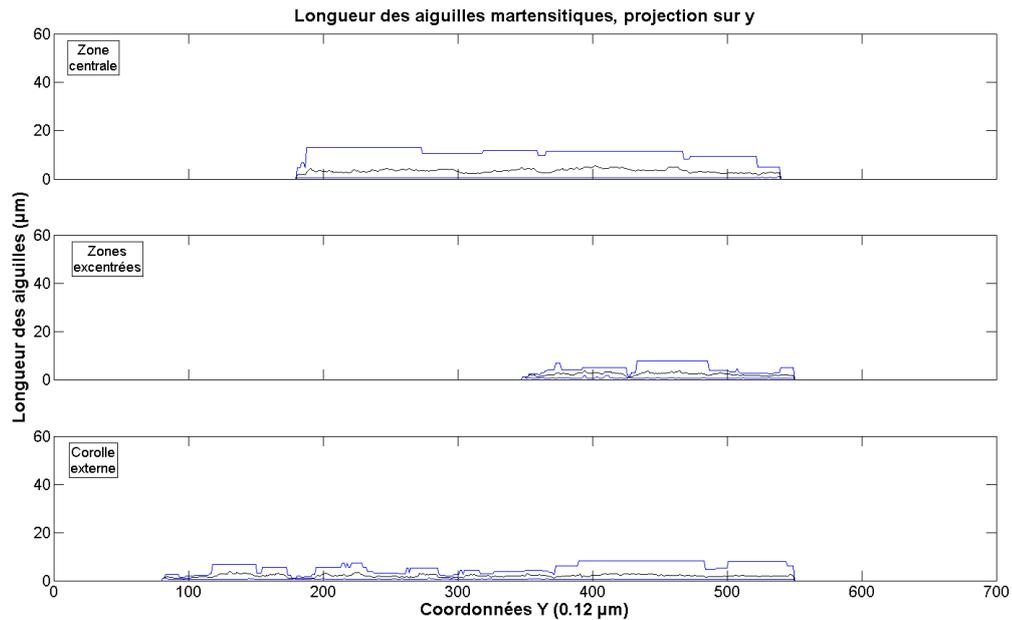
La figure 4.12 met en évidence l'évolution des surfaces des lamelles alpha en fonction de leur position dans le bain de fusion. Nous pouvons observer dans un premier temps une concentration des lamelles de couleur très claire, donc de surface importante, au centre du bain de fusion. Les lamelles légèrement moins claires, de tailles moyennes, se situent principalement de part et d'autre de cette zone centrale. Enfin, les plus petites lamelles sont localisées au niveau de l'interphase externe du bain de fusion. Nous pouvons ainsi définir trois zones au sein du bain de fusion, à savoir : le cœur, les zones périphériques, et enfin, la périphérie externe. Les courbes représentatives des longueurs de chaque lamelle en fonction de leur position respective (figure 4.12) mettent parfaitement en valeur cette évolution, en arborant un mode gaussien.

4.3.2.1 Impact de la densité énergétique

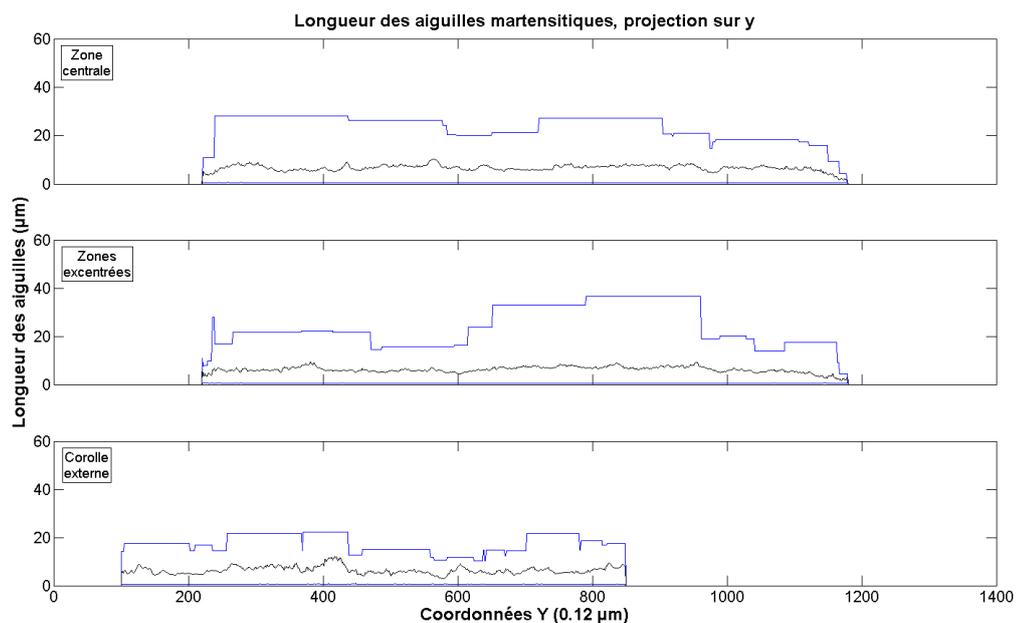
En plus de l'évolution de répartition des lamelles en fonction de la zone fondue au sein du bain de fusion, il est possible de mettre en évidence une variation de la microstructure corrélée à la densité énergétique utilisée à l'édification du cordon unitaire pour un lit de poudre de $80 \pm 4 \mu m$ et une densité de $55 \pm 3,5\%$. En effet, d'après la figure 4.13, nous pouvons observer une nette diminution de la longueur des lamelles alpha lors de la diminution de densité énergétique dans les trois zones définies précédemment. Le phénomène est également observable pour l'évolution des largeurs de lamelles alpha dans les trois zones du bain de fusion.

Afin de suivre cette évolution, une répartition de population en nombre est effectuée via Matlab. Chaque lamelle est considérée de manière ponctuelle en son centre de gravité avec les caractéristiques morphologiques qui lui sont associées (longueur, largeur, surface, angle d'Euler). Cette simplification de la micrographie altère légèrement le positionnement des lamelles, mais permet une localisation individuelle en fonction des trois zones du bain de fusion.

4.3 Évolution microstructurale des cordons unitaires



(a) Évolution des longueurs de lamelles pour $P=100W$ et $v=240 \text{ mm.s}^{-1}$



(b) Évolution des longueurs de lamelles pour $P=100W$ et $v=70 \text{ mm.s}^{-1}$

Figure 4.13 – Évolution des longueurs des lamelles alpha pour différentes densité d'énergie dans les différentes zones du bain de fusion

La répartition de population en nombre souligne bien une croissance plus importante des lamelles alpha avec une augmentation de la densité énergétique. La figure 4.14 indique que pour une densité énergétique de $5,21 \text{ J/mm}^2$, plus de 95 % des lamelles ont une surface inférieure ou égale à 2 µm^2 , tandis que pour une densité énergétique de $13,89 \text{ J/mm}^2$, 95 % des lamelles ont une surface inférieure ou égale

à $15 \mu m^2$ au niveau du cœur du bain de fusion. Ces observations sont cohérentes avec l'évolution de la longueur des lamelles au niveau de la zone centrale. En effet, 95 % des lamelles ont une longueur inférieure à $3,5 \mu m$ pour une densité énergétique de $5,21 J/mm^2$, contre une longueur de $13 \mu m$ pour une densité énergétique de $13,89 J/mm^2$.

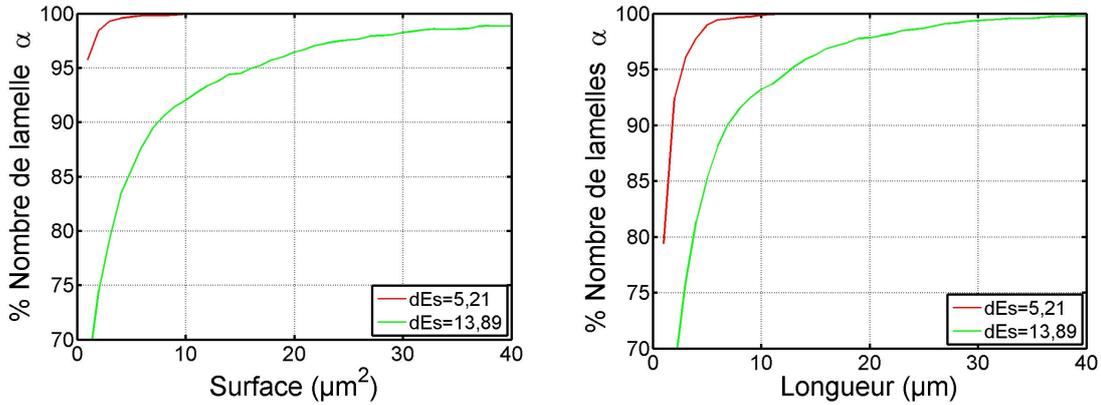


Figure 4.14 – Répartition des populations des lamelles alpha pour différentes densités d'énergie dans la zone centrale

La figure 4.15 indique que pour une densité énergétique de $5,21 J/mm^2$, plus de 95 % des lamelles ont une surface inférieure ou égale à $2 \mu m^2$, tandis que pour une densité énergétique de $13,89 J/mm^2$, 95 % des lamelles ont une surface inférieure ou égale à $12 \mu m^2$ au niveau des zones périphériques du bain de fusion. De même, 95 % des lamelles ont une longueur inférieure à $3 \mu m$ pour une densité énergétique de $5,21 J/mm^2$, contre une longueur de $10 \mu m$ pour une densité d'énergie de $13,89 J/mm^2$. Nous pouvons, une fois de plus, souligner la diminution des tailles de lamelles entre les zones centrales et périphériques dues à la différence de chemin thermique au sein du bain de fusion.

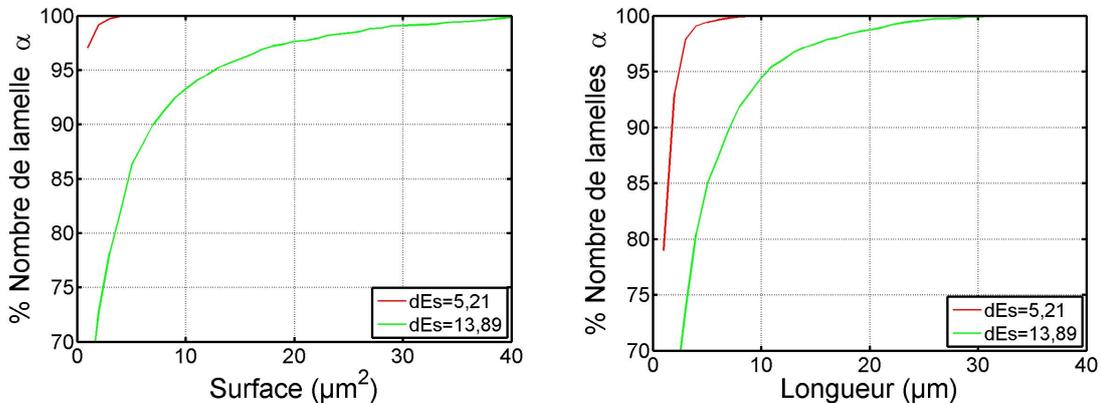


Figure 4.15 – Répartition des populations des lamelles alpha pour différentes densités d'énergie dans la zone périphérique

4.3 Évolution microstructurale des cordons unitaires

4.3.2.2 Impact de la densité de lit de poudre

La répartition de population est également analysée pour une puissance fixée à 100 W, et la vitesse de balayage à 70 mm/s pour un lit de poudre de hauteur $80 \pm 4 \mu\text{m}$. Au niveau de la zone centrale, la figure 4.16 met en évidence l'évolution de répartition des lamelles en fonction de leur surface pour différentes densités relatives de lit de poudre. Nous pouvons observer une croissance des lamelles alpha avec la densification du lit de poudre. En effet, pour une densité relative de 0,82, 95 % des lamelles ont une surface inférieure ou égale à $7 \mu\text{m}^2$, tandis que pour une densité relative de 0,62, 95 % des lamelles ont une surface inférieure ou égale à $5 \mu\text{m}^2$ et enfin, pour une densité relative de lit de poudre de 0,56, 95 % des lamelles ont une surface inférieure ou égale à $2 \mu\text{m}^2$. Les observations sont similaires pour l'évolution des longueurs de lamelles en fonction des densités relatives de lit de poudre avec une évolution moins prononcée pour les densités de 0,82 et 0,62. Les mêmes conclusions sont effectuées pour l'évolution des longueurs et des surfaces des lamelles alpha en fonction de la densité de lit de poudre dans la zone périphérique (figure 4.17).

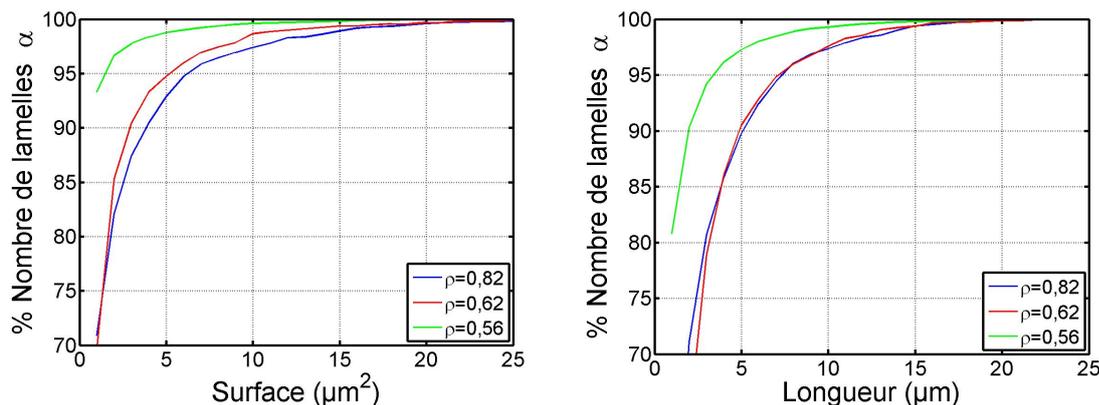


Figure 4.16 – Répartition des populations des lamelles alpha en fonction de leur surface pour différentes densités relatives de lit de poudre dans la zone centrale

De manière générale, la densité énergétique affecte la taille des lamelles en relation directe avec la vitesse de refroidissement. L'augmentation de densité relative du lit de poudre implique une quantité de matière plus importante dans le mécanisme de fusion (poudre et substrat), d'après la partie 4.2.2. De plus, la pénétration du laser étant favorisée, toujours d'après la partie 4.2.2, la cinétique de refroidissement est supposée plus lente pour de fortes densités relatives de poudre. En conséquence, l'augmentation de la taille des lamelles α est cohérente avec une augmentation de densité relative du lit de poudre.

Nous avons détecté deux zones en sous-surface du bain de fusion, montrant la transformation progressive du matériau bimodal. À l'intérieur du bain de fusion, on met clairement en évidence des zones attestant de vitesses de refroidissement plus ou

moins rapides selon leur proximité avec le centre du bain de fusion. la microstructure initiale du substrat se devine toujours dans la zone non fondue sous le cordon, bien que la transformation β ait eu lieu de manière intégrale. Par contre, les temps très courts passés à haute température dans cette zone n'ont pas permis d'effacer les hérédités chimiques des nodules α et des zones β_t du matériau initial.

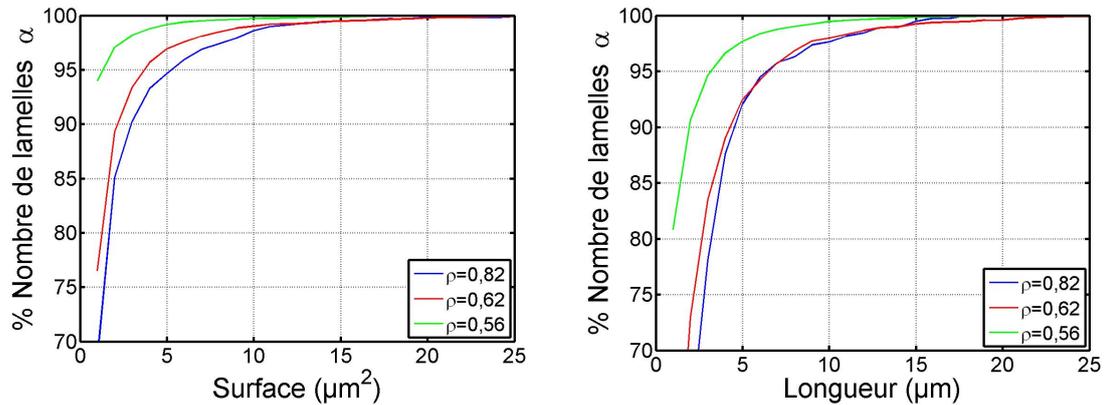


Figure 4.17 – Répartition des populations des lamelles alpha en fonction de leur surface pour différentes densités relatives de lit de poudre dans la zone périphérique

4.4 Évolution des grains β antérieurs

4.4.1 Identification des variants héréditaires

4.4.1.1 Analyse des anciens grains β

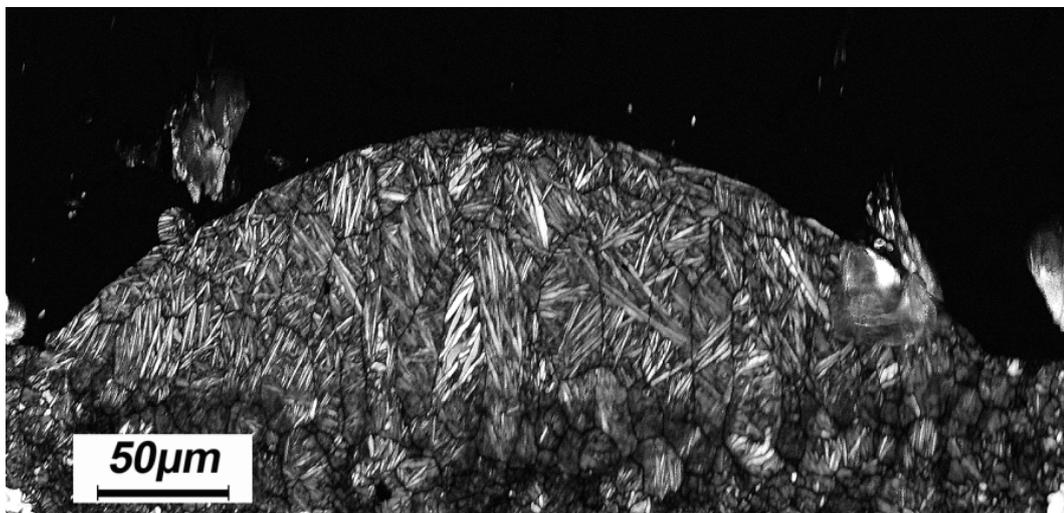


Figure 4.18 – Cartographies EBSD- Bande Contraste d'un cordon unitaire obtenu pour une puissance de 100W et une vitesse de balayage de 90 mm/s

4.4 Évolution des grains β antérieurs

Nous souhaitons désormais quantifier l'évolution des anciens grains β en fonction des paramètres du procédé. La complexité de cette opération est due à la transformation totale de la phase β en martensite α' . Une analyse EBSD préliminaire du bain de fusion (figure 4.18) met en évidence la subdivision des aiguilles α' en colonies délimitées par de fines zones de non indexation.

Il semble que ces zones de non indexation délimitant les colonies α soient les anciens joints de grains β . L'analyse des joints de grains du même cordon, correspondant à une désorientation supérieure ou égale à 15° , représentés en rouge sur la figure 4.19, met en évidence la désorientation entre les aiguilles α' et la matrice β , et fait ressortir les zones de non indexation. Afin de montrer qualitativement la correspondance entre les zones de non indexation et les anciens joints de grains β , nous tentons de reconstituer ces derniers grâce aux relations de parentés effectives entre le grain β et les aiguilles α (d'après la partie 1.2.1.2). Il est à noter qu'une texture peut se créer par sélection des grains qui croissent plus rapidement (certainement les grains $[100]_\beta$). On en tiendra compte dans l'interprétation de la reconstitution des grains β .

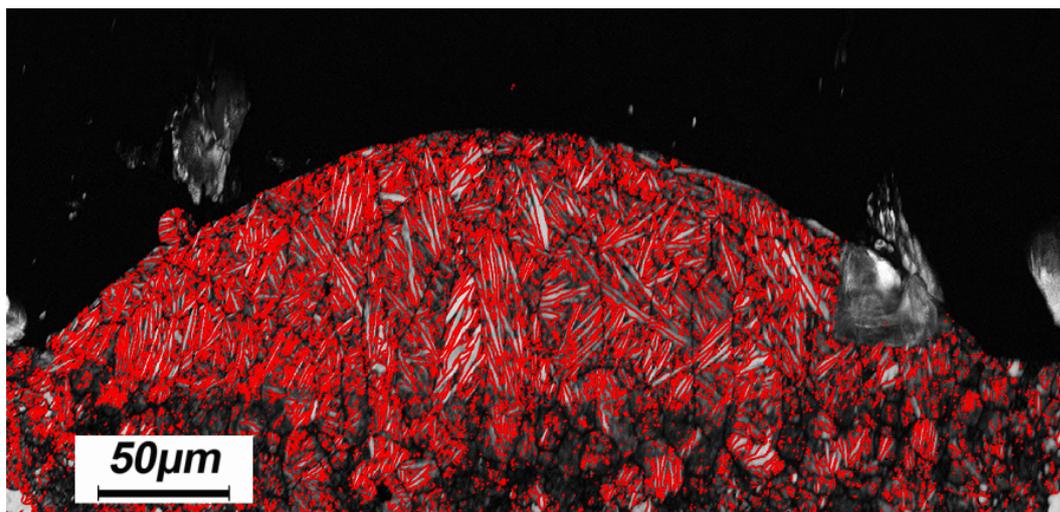


Figure 4.19 – Cartographies EBSD- Bande Contraste d'un cordon unitaire obtenu pour une puissance de 100W et une vitesse de balayage de 90 mm/s affichant les joints de grains

4.4.1.2 Prise en compte des relations de Burgers à la transformation β

Nous vérifions donc la cohérence de ces joints de grains au moyen de la théorie de reconstitution des anciens grains β . Dans le cas du TA6V, la relation décrivant l'orientation d'une lamelle α en accord avec la phase parente est décrite par les relations de Burgers comme explicité dans la partie 1.2.1.2. Les relations cristallographiques et déformations associées à la transformation β/α peuvent être schématisées comme ci-contre (figure 4.20):

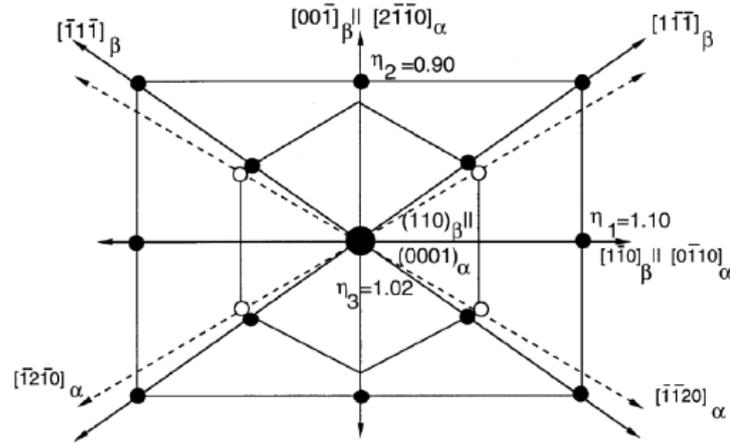


Figure 4.20 – Schématisation des relations cristallographiques et des déformations associées à la transformation β/α [98]

Dans ses travaux, Humbert développe une description mathématique de la relation de Burgers en utilisant des matrices de rotation [11] [12] [9]. En effet, pour une orientation donnée de la phase α , il est possible d'obtenir la matrice d'orientation de la phase β parente (B^β) par rotation de la matrice d'orientation g^α (décrite dans la partie 2.4.2.2) comme le montre l'équation 4.1 :

$$D.S_p^\beta.B^\beta = S_j^\alpha.g_j^\alpha \quad (4.1)$$

Avec j et p les variants respectifs sélectionnés pour les phases α et β , S^β et S^α les opérateurs des symétries respectifs des phases β et α , et D la matrice de rotation décrivant la relation de Burgers [99].

Cette relation étant vérifiée pour tous variants, elle est applicable pour un variant k provenant du même parent p (équation 4.2).

$$D.S_p^\beta.B^\beta = S_k^\alpha.g_k^\alpha \quad (4.2)$$

On peut ainsi en déduire l'égalité 4.3 :

$$S_j^\alpha.g_j^\alpha = S_k^\alpha.g_k^\alpha \quad (4.3)$$

Humbert démontre ainsi que la désorientation (Δg^α) entre deux variants provenant d'un même parent peut être également définie par une matrice de rotation en considérant la matrice de désorientation (équation 4.4) :

$$\Delta g^\alpha = g_j^\alpha.(g_k^\alpha)^{-1} \quad (4.4)$$

4.4 Évolution des grains β antérieurs

La stratégie de reconstitution se base alors sur l'identification des variants provenant d'un même parent β . En considérant les 12 variants de la relation de Burgers, il existe un total de 12 x 12 rotations pouvant décrire la même désorientation entre les variants i et k . Chaque rotation peut être exprimée via un angle de rotation ω et un axe \vec{n} . Après application des symétries du système hexagonal (annexe B), Humbert démontre l'existence de 5 types de désorientations entre deux variants apparentés (tableau 4.1) [13].

Tableau 4.1 – Désorientations spécifiques entre les colonies α provenant d'un parent commun

| ω | \vec{n} |
|----------|--|
| 10°529 | $\vec{c}=[0001]$ |
| 60° | $\vec{a}_2=[11\bar{2}0]$ |
| 60°832 | \vec{d}_1 à 80°97 de \vec{c} dans le plan (\vec{d}_3, \vec{c}) |
| 63°252 | \vec{d}_2 à 72°73 de \vec{a} dans le plan (\vec{a}_2, \vec{c}) |
| 90° | \vec{d}_3 à 5°26 de \vec{a} dans le plan basale |

4.4.1.3 Identification des variants apparentés

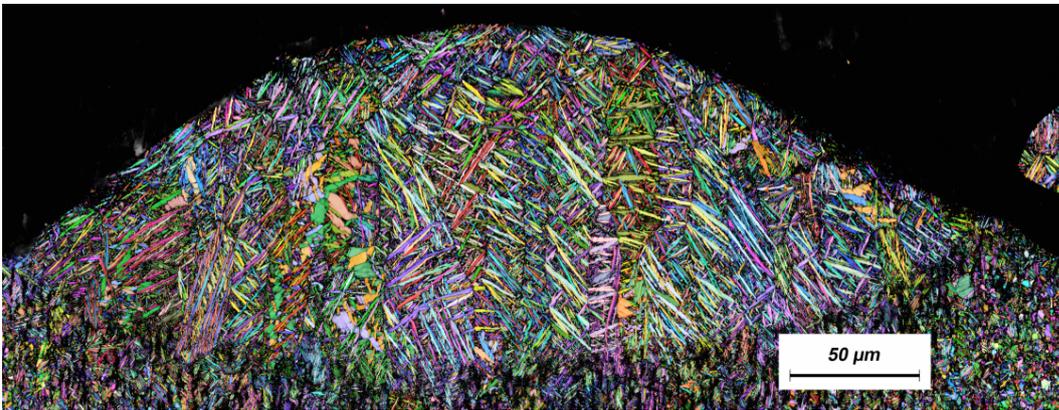


Figure 4.21 – Analyse EBSD- Euler d'une section de cordon unitaire

L'analyse EBSD, comme explicité dans la partie 2.4.2.2, nous permet d'avoir accès à l'orientation de chaque lamelle α en représentant les angles d'Euler (figure 4.21). L'identification des variants apparentés s'effectue via une routine semi-autonome sur Matlab. Après sélection manuelle d'un variant (pixel) défini par EBSD, la routine calcule la matrice de désorientation pour chaque pixel de la cartographie. Les 5 matrices de désorientation précédemment définies ($M1, -, M5$) sont alors appliquées à chaque désorientation (Δg_i^α). Enfin, la désorientation entre M_n et (Δg^α) est minimisée grâce aux relations de symétries de l'espace hexagonal. Ce procédé ne permet

pas de remonter jusqu'au variant du grain parent, mais permet de déterminer la parenté des lamelles α en considérant une hérédité pour une désorientation finale inférieure à 15° . Afin d'accéder à une meilleure appréciation des interfaces entre lamelles, on applique une procédure de seuillage induisant un légère diminution du taux d'indexation locale. Si l'analyse EBSD est probante, un taux d'indexation locale relativement faible, également due à un fort écrouissage locale, peut engendrer des erreurs de mesure.

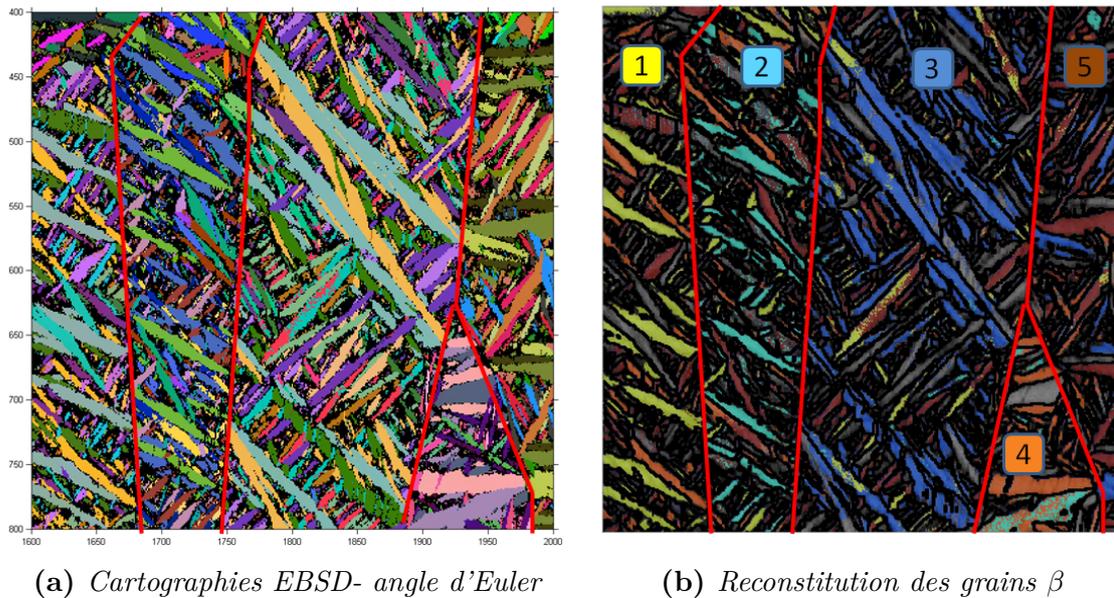


Figure 4.22 – Représentation de la parenté des lamelles corrélée aux données EBSD-Euler d'une section de cordon unitaire

Par souci de lisibilité, un parent est associé à une couleur. Le grain β 1 est associé à la couleur jaune le grain 2 à la couleur bleu claire, le grain 3 au bleu foncé, le grain 4 à l'orange et le grain 5 au brun. Nous pouvons, dans un premier temps, observer la bonne cohérence entre les joints de grains définis par la reconstitution des grains β (figure 4.22-b), et les zones de non indexation identifiées sur les cartographies EBSD (figure 4.22-a).

On retrouve, par cette méthode, des lamelles dont la largeur est plus fine. Deux raisons à cela : le seuillage effectué préalablement, et d'autre part, les fortes désorientations des lamelles, dues aux contraintes produites lors de la transformation martensitique, dont certaines parties n'appartiennent plus à la gamme de désorientation angulaire du grain β parent. La reconstitution n'est donc pas assez sélective et des lamelles sont mal positionnées par rapport à leur orientation cristalline. Enfin, les joints des anciens grains β définis par le modèle (en rouge sur la figure 4.22-b), semblent cohérents avec les zones de non indexation délimitant les colonies d'aiguilles α' . Les limites des surfaces intégrant les lamelles d'orientation unique semblent bien correspondre avec les joints de grains identifiés.

4.4 Évolution des grains β antérieurs

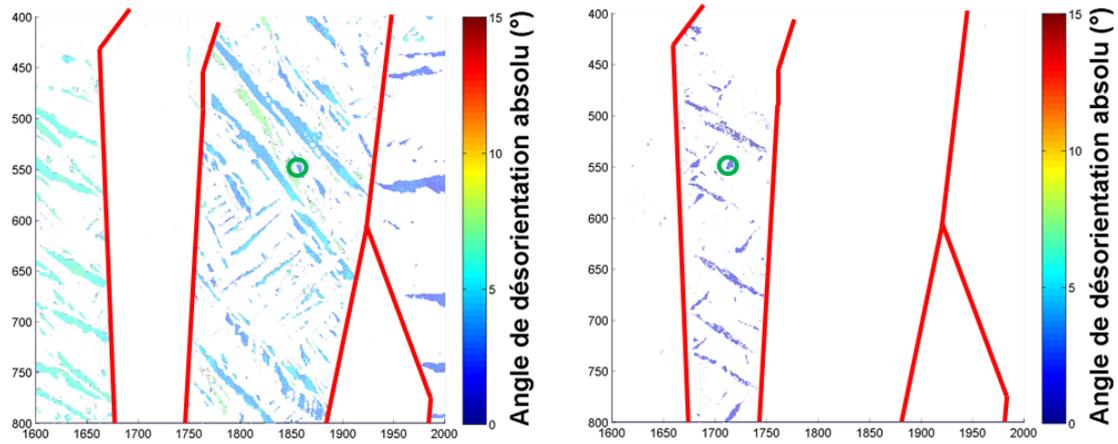


Figure 4.23 – Représentation des angles de désorientation absolu de désorientation des lamelles pour différents jeux de variants initiaux

Au vu des résultats de la figure 4.23, on peut supposer qu'un effet texture interfère avec la reconstruction des anciens grains β créés verticalement lors de la solidification. En effet, les grains β croissent verticalement dans le liquide, et une sélection d'orientation de vitesse de croissance maximale devrait s'opérer. Aussi la détection des pixels appartenant à un grain peut amener à l'identification de zones plus larges que le grain visé, à savoir les grains appartenant à la composante (figure 4.23-a). Le choix du pixel initial sur la figure 4.23-b car le grain détecté est sans doute en dehors de la composante de texture présente dans la zone analysée. En effet, si la désorientation de lamelles semble faible à l'intérieur des grains verticaux (excepté celle liée à la déformation), les grains, entre eux, semblent peu désorientés et peuvent appartenir à une composante commune β . Il faudrait remonter à l'orientation β pour s'assurer de l'existence de cette composante dans le β solidifié. Des imprécisions apparaissent clairement lors de la reconstitution des grains β , et l'orientation de certaines lamelles ne correspond pas à celles des autres détectées dans le grain parent. Néanmoins, comme vu sur la figure 4.23-a, des groupes de lamelles, dont les bordures sont en bonnes adéquations avec la forme pressentie des grains β , se forment. Des artefacts apparaissent liés à la procédure de choix du pixel par rapport auquel la désorientation est calculé pour tous les autres. Les figures 4.23-a et 4.23-b sont deux exemples de désorientations calculées pour deux pixels distincts indiqués par un rond vert sur la figure.

Au vu de ces résultats, il semble évident que l'effet de déformation parasite l'analyse. Ainsi nous retrouvons des effets de textures ciblant plusieurs grains β valable pour une même orientation α . La relation de Burgers ne semble pas traduire intégra-

lement la transformation $\beta \alpha$. La déformation du grain β par sollicitation thermo-mécanique, lors du refroidissement, peut potentiellement impacter cette relation. Cependant, nous retrouvons bien les zones de non indexation délimitant les colonies alpha comme étant les anciens joints de grains β . Ainsi, pour la suite de cette étude, l'analyse de ces derniers sera effectuée directement sur les cartographies EBSD en Band Contrast.

4.4.2 Analyse des anciens grains β

4.4.2.1 Impact de la densité énergétique

Une analyse semi automatisée des cartographies EBSD en Band Contrast, couplée à une routine de seuillage par traitement d'image permet de mettre en évidence les zones de non indexation assimilées aux anciens joints de grains β . La mesure de ces derniers est alors effectuée via le logiciel Analysis. Dans un premier temps, l'évolution des anciens grains β est corrélée à la densité d'énergie. Pour ce faire, les cordons sont obtenus dans des conditions similaires à la partie 4.2.1, pour un lit de poudre de densité moyenne de 0,55, une hauteur de 80 μm , une puissance laser de 100 W et une vitesse de balayage variable.

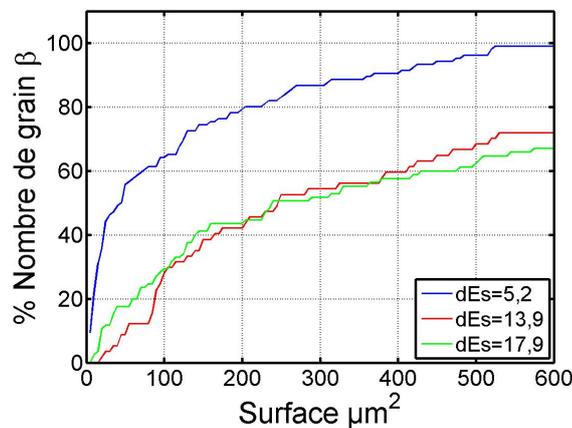


Figure 4.24 – Répartition des anciens grains β en nombre en fonction de la densité énergétique

Le suivi des anciens grains β lors de l'analyse EBSD permet, entre autres, de mettre en évidence l'existence de plusieurs catégories de grains dépendant de leur taille (surface). Nous définissons ainsi les grains de surface inférieure à 100 μm^2 comme petits ; les grains dont la surface est comprise entre 100 et 400 μm^2 comme de taille moyenne ; et enfin, pour une taille supérieure à 400 μm^2 , les grains sont considérés comme grands. La figure 4.24 représente la répartition de population des anciens grains β pour diverses densités énergétiques surfaciques. Nous pouvons

4.4 Évolution des grains β antérieurs

noter que l'augmentation de la densité d'énergie induit une croissance de grains β proportionnelle à cette dernière. Une augmentation importante de la vitesse de balayage permet donc théoriquement une diminution des tailles de grains β .

À l'instar de l'évolution des lamelles α , il est possible de regrouper les différentes catégories de grains en fonction de leur localisation dans le cordon. Il est notable (figure 4.25) que si les petits grains β sont concentrés dans la zone externe, les côtés et le cœur du cordon sont constitués tous deux des grains de moyennes et grandes tailles. Plus les grains sont de tailles importantes, plus ils sont localisés vers le centre du cordon, ce qui est cohérent avec l'hypothèse de gradient de refroidissement allant des extrémités vers l'intérieur du bain de fusion. Enfin, une augmentation de densité d'énergie semble induire une augmentation des tailles de grains β . La variation de densité d'énergie étant principalement due à une diminution de vitesse de balayage, nous imposons par là même une diminution de la vitesse de refroidissement, laissant ainsi la possibilité aux grains β de croître.

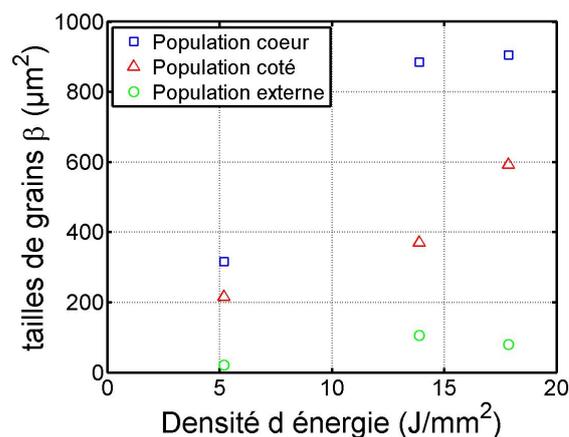


Figure 4.25 – Évolution des tailles de grains β en fonction de la densité d'énergie et de leur position dans le cordon

4.4.2.2 Impact du lit de poudre

La hauteur du lit de poudre impactant principalement la hauteur du cordon, nous nous focalisons principalement sur l'impact de la densité de lit de poudre sur l'évolution des anciens grains β au sein du cordon de fusion. La paramétrie d'obtention de ces derniers est identique à celle définie dans la partie 4.2.2.

La répartition de population des grains β en fonction de leur surface, corrélée à la densité du lit de poudre, semble mettre en évidence deux tendances distinctes (figure 4.26). Pour les fortes densités (supérieures à 0,65), plus la densité est élevée, plus la population de grains est composée de gros grains. À l'inverse, pour les faibles densités de lit de poudre, plus la densité est faible, plus la population est composée de gros grains. Il est également possible que la population définie pour une densité

de 0,56 soit une aberration de mesure, il n'y aurait alors qu'une seule tendance en considérant que les valeurs pour les densités 0,62 et 0,67 sont quasiment identiques.

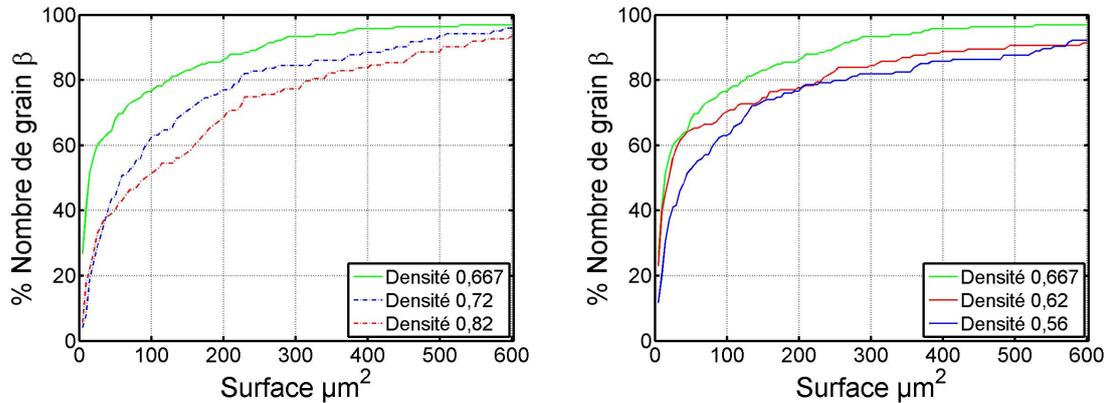


Figure 4.26 – Répartition des anciens grains β en nombre en fonction de la densité du lit de poudre

Nous retrouvons les trois zones distinctes définies précédemment, à savoir : le cœur, les cotés du cordon et la périphérie externe. L'analyse des tailles de grains moyennées est résumée dans la figure 4.27. La répartition des différentes catégories de grains β y est très claire. En effet, les grains de petites surfaces sont concentrés à la périphérie externe, les grains moyens, quant à eux, se retrouvent au niveau des cotés du cordon, et enfin, les gros grains sont exclusivement situés au niveau du cœur du cordon. Nous pouvons également corrélérer l'évolution de ces répartitions avec l'évolution de la densité du lit de poudre. Ainsi, si les populations situées en périphérie et sur les cotés du cordon ne sont pas impactées par la densité du lit de poudre, la population de cœur dénote une évolution majeure. D'après la figure 4.27, l'augmentation de la densité du lit de poudre induirait une diminution non négligeable de la taille moyenne des grains situés au cœur du cordon. Cette observation tend à démontrer que l'augmentation de densité relative du lit de poudre conduit à une augmentation de la vitesse de refroidissement pour les températures supérieures à la température T_β . Nous pouvons supposer que lors du refroidissement, les mouvements (de types Marangoni) du bain de fusion induisent un refroidissement d'autant plus lent que le bain est dense. Une fois le bain solidifié, la diffusivité thermique tend à diminuer avec la baisse de température, induisant une diminution progressive de la vitesse de refroidissement. Enfin, il est possible que l'effet de puits thermique favorisé par l'apport de matière lors d'une augmentation de densité relative du lit de poudre induise une montée en température plus faible, et donc, un temps relatif plus court dans le domaine β , provoquant une diminution de la taille des anciens grains β .

4.5 Conclusion

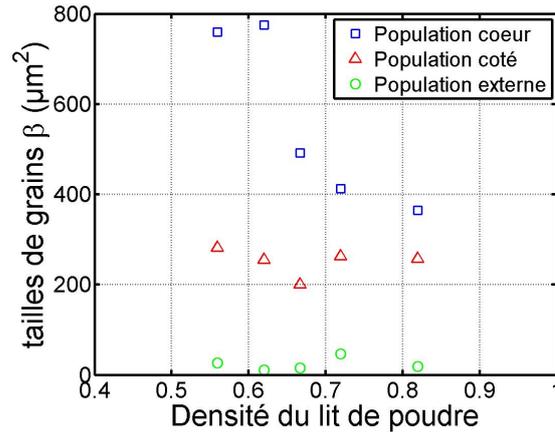


Figure 4.27 – Évolution des tailles de grains β en fonction de la densité relative du lit de poudre et de leur position dans le cordon

L'erreur relative aux mesures d'épaisseur de lit de poudre est estimée à $\pm 4\mu\text{m}$, au vu des paramètres implémentés dans la routine de l'Alicona, soit une erreur relative de $\pm 0,001 J/\text{mm}^2$ sur dEs. En considérant une erreur relative à la mesure de $\pm 1\mu\text{m}$ lors de l'analyse d'image, et une erreur de $\pm 3,5\%$ sur la mesure de masse volumique apparente, nous pouvons considérer que les évolutions analysées dans cette partie sont supérieures au bruit de mesure.

4.5 Conclusion

L'analyse des évolutions morphologiques des cordons unitaires nous apprend qu'une augmentation de densité énergétique surfacique induit une augmentation des dimensions dudit cordon. À partir d'une valeur de dEs seuil (comprise entre 13 et $15 J/\text{mm}^2$), le cordon tend à s'affaisser sur lui-même, et sa largeur et sa profondeur augmentent d'autant plus au détriment de sa hauteur. Il semble que ce phénomène soit favorisé par les fortes puissances laser. D'autre part, l'augmentation de la densité relative du lit de poudre, induit la formation d'un puits thermique, augmentant ainsi la pénétration du bain de fusion.

La zone thermiquement affectée est caractérisée par une microstructure de type Widmanstätten dans une matrice β_t . Elle laisse entrevoir, à travers la présence de nodules α rémanents, une inhomogénéité microstructurale héritée de sa composition chimique locale.

Dans le bain de fusion, quant à lui de type martensitique, nous avons mis en évidence un gradient de taille des aiguilles α selon leur proximité avec la périphérie du bain de fusion. Les tailles les plus importantes étant concentrées en son centre, le refroidissement est supposé effectué des bords du bain vers son centre.

La théorie de reconstitution des anciens grains β , appliquée au bain de fusion, nous

a permis de révéler et quantifier ces derniers. Ainsi, une augmentation de densité d'énergie induirait une croissance plus prononcée des anciens grains β , et ceux, dans toutes les zones du bain de fusion. Enfin, l'augmentation de la densité relative du lit de poudre aurait l'effet inverse. La vitesse de refroidissement semble donc accélérée par la densité relative de poudre, pour des température supérieures à T_β .

Chapitre 5

Modélisation thermique et microstructurale

Sommaire

| | | |
|------------|---|------------|
| 5.1 | Introduction | 116 |
| 5.2 | Modèle thermique | 116 |
| 5.2.1 | Modèle radiatif | 116 |
| 5.2.2 | Adaptation du modèle | 123 |
| 5.3 | Résultats modélisés | 128 |
| 5.3.1 | Évolution de la température | 128 |
| 5.3.2 | Évolution morphologique | 135 |
| 5.4 | Modèle microstructural | 141 |
| 5.4.1 | Généralité sur les modèles microstructuraux | 141 |
| 5.4.2 | Modèle de transformation de phase appliqué | 144 |
| 5.4.3 | Résultats modélisés | 149 |
| 5.5 | Conclusion | 157 |

5.1 Introduction

L'analyse de l'évolution des cordons unitaires ayant été effectuée en fonction des différents paramètres du procédé de fusion, il convient d'intégrer la prédiction de cette évolution par l'intermédiaire d'un modèle physique. Ce modèle nous offre ainsi une meilleure compréhension des mécanismes présents au sein du bain de fusion. Ce chapitre a pour but de mettre en place un modèle physique prédictif de l'évolution d'un cordon de fusion en fonction des paramètres de mise en couche et des paramètres laser. Une première partie est ainsi dédiée à l'établissement d'un modèle thermique, déterminant l'évolution de température au sein du bain de fusion, lors de la formation de ce dernier. L'analyse des résultats obtenus par le modèle, ainsi que leur comparaison avec les données expérimentales, sont développées dans une deuxième partie. La mise en place d'un modèle prédictif de l'évolution microstructurale, dépendant des variations thermiques précédemment modélisées, fait l'objet d'une troisième partie. L'impact énergétique et l'impact de la mise en forme du lit de poudre sur l'évolution microstructurale y sont abordés.

5.2 Modèle thermique

5.2.1 Modèle radiatif

L'objectif, au demeurant, étant de modéliser l'interaction laser/matière lors de l'édification d'un cordon unitaire, il convient de tenter de calculer la température induite par la déposition énergétique du laser. La difficulté de cette opération réside en la prédiction de la fraction d'énergie absorbée, ainsi que dans sa distribution en profondeur, lors de la pénétration du faisceau laser due au phénomène de réflexions multiples. Le modèle de Ray permet une modélisation très fine de l'interaction laser/matière. Cependant, il nécessite le détail spécifique de la structure du lit de poudre, il dépend grandement de la forme des particules, de leur dimension et de leurs coordonnées. Afin d'éviter ces difficultés, nous nous basons sur les travaux de Gusarov. Ce dernier s'appuie sur l'adaptation d'un modèle radiatif en supposant une consolidation lente. Dans ce modèle, une pénétration de laser obtenue via les pores du lit de poudre [100] est estimée. L'absorption et la réflexion de la poudre sont supposées homogènes. L'énergie laser déposée est alors considérée comme volumique.

5.2.1.1 Propriété du corps radiatif dans une poudre métallique

La radiation au sein de la poudre est caractérisée par la distribution d'intensité angulaire $I_a(z, \Omega)$. Il est possible de définir le terme $\Omega I_a(z, \Omega) d\Omega$ comme étant la densité de flux d'énergie transférée par les photons. La densité de flux d'énergie radiative nette en est l'intégrale dans toutes les directions (équation 5.1):

5.2 Modèle thermique

$$Q = \int_{\alpha\pi} \Omega I_a d\Omega \quad (5.1)$$

Les phénomènes d'absorption et de dispersion de l'intensité de radiation angulaire sont définis par l'équation de transfert radiatif (équation 5.2):

$$\Omega \nabla I_a = (\sigma + \kappa) I_a + \frac{\sigma}{4\pi} \int_{4\pi} I_a(\Omega') P(\Omega' \rightarrow \Omega) d\Omega' \quad (5.2)$$

Avec σ et κ , les coefficients respectifs de dispersion et d'absorption, et $P(\Omega' \rightarrow \Omega)$, la fonction de phase de dispersion représentant la probabilité qu'une radiation se propageant dans la direction Ω' soit dispersé dans la direction Ω telle que (équation 5.3):

$$\frac{1}{4\pi} \int_{4\pi} P(\Omega' \rightarrow \Omega) d\Omega' = 1 \quad (5.3)$$

On définit alors le coefficient d'extinction et l'albédo respectivement égaux à (équation 5.4):

$$\begin{cases} \beta_e = \sigma + \kappa \\ \omega = \frac{\sigma}{\beta_e} \end{cases} \quad (5.4)$$

En se basant sur la théorie de Mie, et en supposant que les particules, de rayon moyen R , sont suffisamment volumineuses pour appliquer les approximations de l'optique géométrique, il en découle [96] (équation 5.5):

$$\begin{cases} \beta_i = \pi R^2 n \\ \omega_i = \rho_r \end{cases} \quad (5.5)$$

Avec n , le nombre de particules par unité de volume et ρ_r , la réflectance hémisphérique de la surface de particule. En pratique, les formules de l'optique géométrique sont applicables si (équation 5.6):

$$\frac{\pi D}{\lambda_o} \geq 5 \quad (5.6)$$

Donc, cette théorie n'est valide que pour des particules sphériques, de diamètre supérieur à $1.7 \mu m$, et si chaque particule disperse la lumière de manière indépendamment de ses voisins.

Le lit de poudre est notamment caractérisé par sa porosité ϵ , et la surface spécifique par unité de masse V . On considère que la radiation ne peut pénétrer dans les particules et est concentrée dans les pores. Ainsi, la surface spécifique par unité de volume de pore est égale à $S_s = \delta(1 - \epsilon)U\epsilon$, avec δ , la densité de phase solide. La distribution de surface spécifique donnée en fonction de la direction de sa normale est spécifiée par l'aire de la surface spécifique directionnelle $s(\Omega)$, telle que

$s(\Omega)d\Omega$ soit l'aire de la surface des particules de vecteur normal Ω comprise dans l'angle solide $d\Omega$ par unité de volume de pores. Ainsi, les coefficients d'extinction et de dispersion sont obtenus en intégrant dans toutes les directions, pour un angle d'incidence inférieur à $\pi/2$ (figure 5.4 et figure 5.2).

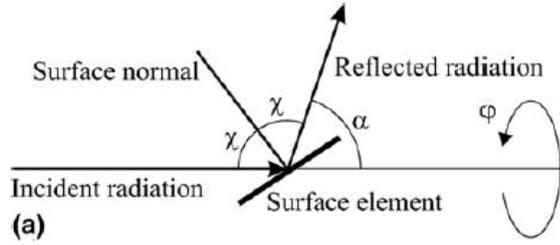


Figure 5.1 – Schématisation de la dispersion radiative pour une réflexion spéculaire [96]

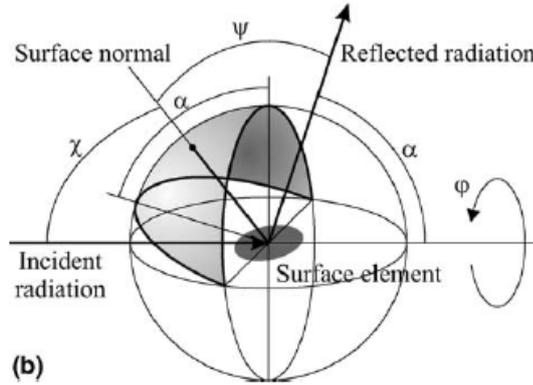


Figure 5.2 – Schématisation de la dispersion radiative pour une réflexion diffuse [96]

On obtient alors l'équation 5.7:

$$\begin{cases} \beta_e = \int_{2\pi} \cos\chi \cdot s(\Omega) d\Omega \\ \sigma = \int_{2\pi} \rho'(\Omega) \cos\chi \cdot s(\Omega) d\Omega \end{cases} \quad (5.7)$$

Avec $d\Omega = d\varphi d\cos\chi$, et où φ est l'angle azimut. Dans l'hypothèse où aucune orientation préférentielle n'existe, la distribution de surface est isotropique, d'où (équation 5.8):

$$s(\Omega)d\Omega = Sd\Omega/4 \quad (5.8)$$

Avec S_a , l'aire de la surface spécifique de poudre par unité de volume de pores. Nous pouvons alors écrire (équation 5.9):

$$\begin{cases} \beta_e = S_a/4 \\ \omega = \rho_r \end{cases} \quad (5.9)$$

Avec ρ_r , la réflectivité hémisphérique de la poudre densifiée.

5.2 Modèle thermique

5.2.1.2 Théorie du modèle radiatif

La figure 5.3 schématise le transfert radiatif au sein d'un lit de poudre d'épaisseur L , irradié de manière uniforme par une densité de puissance Q_o d'incidence normale. Le faisceau collimaté incident est dispersé au sein de la poudre, donnant lieu à une propagation radiative caractérisée par son intensité angulaire $I_a(z, \Theta)$, à la profondeur z et d'angle polaire Θ .

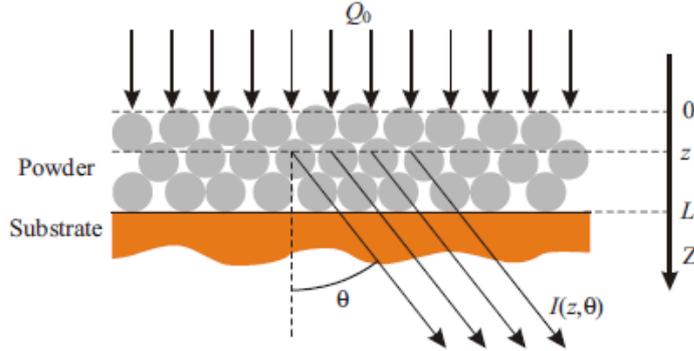


Figure 5.3 – Schématisation de transfert radiatif au sein d'un lit de poudre [96]

En supposant que la zone irradiée est suffisamment grande, la poudre est considérée comme homogène, et l'équation de transfert radiatif généralisée (équation 5.10) est réduite à [96] :

$$\mu \frac{\partial I_a(z, \mu)}{\partial z} = \beta_e \left\{ \frac{\omega}{2} \int_{-1}^1 I_a(z, \mu') P(\mu', \mu) d\mu' - I_a(z, \mu) \right\} \quad (5.10)$$

Avec $\mu = \cos(\Theta)$, ω l'albedo de dispersion simple (atténuation), $P(\mu', \mu)$ est la fonction de phase de dispersion. Le coefficient d'extinction β_e peut être défini par la théorie du modèle d'extinction. La fonction de phase de dispersion peut être obtenue d'après la réflectivité directionnelle de la poudre. Dans le cas de particules sphériques, la loi de réflexion spéculaire permet de considérer la réflectivité directionnelle comme constante [96]. Il en résulte une dispersion isotropique (équation 5.11):

$$P(\mu', \mu) = 1 \quad (5.11)$$

La condition limite en $z = 0$ spécifie une radiation incidente normale, d'où (équation 5.12):

$$I_a(0, \mu) = \frac{Q_o}{2\pi} \delta(\mu - 1) \quad \text{pour } \mu > 0 \quad (5.12)$$

Avec δ_i , la fonction Dirac delta. La réflexion spéculaire de réflectivité ρ_r , pour $z = L$, peut être définie par (équation 5.13):

$$I_a(L, \mu) = \rho_r I_a(L, -\mu) \quad \text{pour } \mu > 0 \quad (5.13)$$

L'intensité radiative est alors définie par deux termes de collimation et un terme de diffusion [100] (équation 5.14):

$$I_a(z, \mu) = \frac{Q_+(z)}{2\pi} \delta_i(\mu - 1) + \frac{Q_-(z)}{2\pi} \delta_i(\mu - 1) + F(z, \mu) \quad (5.14)$$

Q_+ et Q_- sont respectivement les densités de puissances transmises et réfléchies. La radiation collimatée provenant de la radiation incidente, de sa réflexion, et de F , définit l'intensité d'énergie diffuse au sein de la poudre. En considérant les équations 5.12-5.13-5.14 avec l'équation 5.10, il en découle l'équation 5.15:

$$\begin{cases} \frac{dQ_+}{dz} = -\beta_e Q_+ \\ \frac{dQ_-}{dz} = -\beta_e Q_- \\ Q_+(0) = Q_0 \\ Q_-(L) = \rho_r Q_+(L) \end{cases} \quad (5.15)$$

La solution à ce système est alors (équation 5.16):

$$\begin{cases} Q_+ = Q_0 e^{-\xi} \\ Q_- = Q_0 e^{-2\lambda_a} \end{cases} \quad (5.16)$$

Avec $\xi = \beta_e z$, les coordonnées adimensionnelles et $\lambda_a = \beta_e L$, l'épaisseur optique. Gusarov décrit ensuite la radiation diffuse par [96] (équation 5.17):

$$\mu \frac{\partial F(z, \mu)}{\partial z} = \frac{\beta_e \omega}{4\pi} \{Q_+(z)P(1, \mu) + Q_-(z)\} \beta_e \left\{ \frac{\omega}{2} \int_{-1}^1 F(z, \mu') P(\mu', \mu) d\mu' - F(z, \mu) \right\} \quad (5.17)$$

Avec (équation 5.18):

$$\begin{cases} F(0, \mu) = 0 & \text{pour } \mu > 0 \\ F(L, \mu) = \rho_r F(L, -\mu) & \text{pour } \mu < 0 \end{cases} \quad (5.18)$$

Dans le cas de la méthode des deux flux, une solution approchée du système précédent cherche (équation 5.19):

$$F(z, \mu) = F_+(z)h(\mu) + F_-(z)[1 - h(\mu)] \quad (5.19)$$

Avec h , le pas de la fonction de Heaviside. En intégrant μ entre 0 et 1 puis entre -1 et 0, le système donne (équation 5.20):

$$\begin{cases} +\frac{1}{2} \frac{df_+}{d\xi} = \frac{\rho_r}{2} (q_+ + q_- + f_+ + f_-) - f_+ \\ -\frac{1}{2} \frac{df_-}{d\xi} = \frac{\rho_r}{2} (q_+ + q_- + f_+ + f_-) - f_- \end{cases} \quad (5.20)$$

Avec (équation 5.21):

5.2 Modèle thermique

$$\left\{ \begin{array}{l} f_+ = \frac{2\pi F_+}{Q_0} \\ f_- = \frac{2\pi F_-}{Q_0} \\ q_+ = \frac{Q_+}{Q_0} e^{-\xi} \\ q_- = \frac{Q_-}{Q_0} e^{\xi-2\lambda_a} \end{array} \right. \quad (5.21)$$

En prenant en compte les conditions limites, il en découle (équation 5.22):

$$\left\{ \begin{array}{l} f_+(0) = 0 \\ f_-(\lambda) = \rho_r f_+(\lambda_a) \end{array} \right. \quad (5.22)$$

La solution de l'équation 5.20 est alors 5.23:

$$\left\{ \begin{array}{l} f_+ + f_- = C_1 \cdot e^{-2a\xi} + C_2 \cdot e^{2a\xi} - \frac{4\rho_r(e^{-\xi} + \rho e^{\xi-2\lambda_a})}{4\rho_r - 3} \\ f_+ - f_- = C_1 \cdot e^{-2a\xi} - aC_2 \cdot e^{2a\xi} - \frac{2\rho_r(e^{-\xi} + \rho e^{\xi-2\lambda_a})}{4\rho_r - 3} \end{array} \right. \quad (5.23)$$

avec $a = \sqrt{1 - \rho_r}$, et C_1 et C_2 constantes définies d'après les conditions limites telles que (équation 5.24):

$$\left\{ \begin{array}{l} C_1 = 2\rho_r \frac{(1-a)(1-\rho_r e^2)e^{-\lambda_a} - [1+a-\rho_r(1-a)]e^{2a\lambda_a}(3+\rho_r e^{-2\lambda_a})}{(4\rho_r-3)D_v} \\ C_2 = 2\rho_r \frac{-(1+a)(1-\rho_r e^2)e^{-\lambda_a} + [1-a-\rho_r(1+a)]e^{-2a\lambda_a}(3+\rho_r e^{-2\lambda_a})}{(4\rho_r-3)D_v} \end{array} \right. \quad (5.24)$$

Avec (équation 5.25):

$$D_v = (1-a)[1-a-\rho_r(1+a)]e^{-2a\lambda_a} - (1+a)[1+a-\rho_r(1-a)]e^{2a\lambda_a} \quad (5.25)$$

La densité d'énergie du flux radiatif net est définie par [96] (équation 5.26):

$$Q = 2\pi \int_{-1}^1 I_a \mu d\mu = \pi(F_+ - F_-) + Q_+ - Q_- \quad (5.26)$$

Il est alors possible de transformer cette équation de manière adimensionnelle (équation 5.27-5.28):

$$q = \frac{Q}{Q_0} = \frac{f_+ - f_-}{2} + q_+ - q_- \quad (5.27)$$

$$q = \frac{\rho_r a}{(4\rho_r - 3)D_v} \left\{ (1 - \rho_r^2) e^{-\lambda_a} [(1 - a) e^{-2a\xi} + (1 + a) e^{2a\xi}] - (3 + \rho_r e^{-2\lambda_a}) \right. \\ \left. \times \{ [1 + a - \rho_r(1 - a)] e^{2a(\lambda_a - \xi)} + [1 - a - \rho_r(1 + a)] e^{\rho_r 2a(\xi - \lambda_a)} \} \right\} - \frac{3(1 - \rho_r)(e^{-\xi} - \rho_r e^{\xi - 2\lambda_a})}{4\rho_r - 3} \quad (5.28)$$

La source de chaleur volumique due à l'absorption radiative est donnée par (équation 5.29):

$$U = -\frac{dQ}{dz} = -\beta_e Q_0 \frac{dq}{dz} \quad (5.29)$$

À ce stade, la modélisation thermique devient une résolution de l'équation de la chaleur (équation 5.30):

$$\frac{\partial H}{\partial t} - v_{bal} \frac{\partial H}{\partial x} = \frac{\partial}{\partial x} \left(k \frac{\partial T}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(k \frac{\partial T}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(k \frac{\partial T}{\partial z} \right) + U \quad (5.30)$$

Avec H , l'enthalpie volumique, T la température, k la conductivité thermique, t le temps et v_{bal} la vitesse de balayage laser. Afin de prendre en compte la différence de conductivité thermique entre la matière densifiée et le lit de poudre, une fonction de phase Φ est introduite telle que (équation 5.31-5.32):

$$k = k_p + (k_d - k_p) \cdot \Phi \quad (5.31)$$

$$\Phi = \begin{cases} 0, & z < L \\ 1, & z \geq L \end{cases} \quad (5.32)$$

Avec k_p et k_d , les conductivités thermiques respectives du lit de poudre et de la matière densifiée. La température est liée à l'enthalpie par l'équation d'état (équation 5.33):

$$T = \begin{cases} \frac{H}{C_s} & , H \leq C_s T_f \\ T_f & , C_s T_f < H < C_s T_f + H_f \\ T_f + \frac{H - C_s T_f - H_f}{C_s} & , H \leq C_s T_f \end{cases} \quad (5.33)$$

Avec C_s et C_l les chaleurs spécifiques respectives des phases solide et liquide, T_f la température de fusion, et H_f la chaleur latente de fusion.

Le domaine de calcul est subdivisé en $N_x \times N_y \times N_z$ cellules unitaires de tailles $\Delta x, \Delta y, \Delta z$. Les paramètres typiques de calcul sont fixés pour $N_x \times N_y \times N_z = 280 \times 80 \times 80$ et $\Delta x = \Delta y = \Delta z = 2,5 \mu m$. L'équation de la chaleur est alors approximée par son développement aux différences finies du second ordre dans l'espace et du premier ordre dans le temps (équation 5.34):

5.2 Modèle thermique

$$\begin{aligned}
& \frac{H_{ijl}(t + \Delta t) - H_{ijl}(t)}{\Delta t} - v_{bal} \frac{H_{i+0,5,jl}(t) - H_{i+0,5,jl}(t)}{\Delta x} = \\
& \frac{1}{\Delta x} \left[\frac{k(T_{i+1,jl}) + k(T_{ijl})}{2} \cdot \frac{T_{i+1,jl}(t) - T_{ijl}(t)}{\Delta x} \right. \\
& \left. - \frac{k(T_{ijl}) + k(T_{i-1,jl})}{2} \cdot \frac{T_{ijl}(t) - T_{i-1,jl}(t)}{\Delta x} \right] \\
& \frac{1}{\Delta y} \left[\frac{k(T_{ij+1,l}) + k(T_{ijl})}{2} \cdot \frac{T_{ij+1,l}(t) - T_{ijl}(t)}{\Delta y} \right. \\
& \left. - \frac{k(T_{ijl}) + k(T_{ij-1,l})}{2} \cdot \frac{T_{ijl}(t) - T_{ij-1,l}(t)}{\Delta y} \right] \\
& \frac{1}{\Delta z} \left[\frac{k(T_{ijl+1}) + k(T_{ijl})}{2} \cdot \frac{T_{ijl+1}(t) - T_{ijl}(t)}{\Delta z} \right. \\
& \left. - \frac{k(T_{ijl}) + k(T_{ijl-1})}{2} \cdot \frac{T_{ijl}(t) - T_{ijl-1}(t)}{\Delta z} \right] + U_{ijl}
\end{aligned} \tag{5.34}$$

Avec Δt , le pas d'incrément de temps, H_{ijl} est la fonction de maillage pour l'enthalpie, T_{ijl} est calculé d'après l'équation d'état 5.33 et la valeur de semi-intégrale $H_{i+0,5,jl}$ est obtenue par la méthode de limite de pente minmod. Le pas de temps est imposé par les conditions de stabilité du modèle explicite (équation 5.35), l'une relative au terme de diffusion thermique, et l'autre, relative au terme de transport par convection :

$$\begin{cases} \Delta t < \frac{\Delta x^2}{8a_d} \\ \Delta t < v_{bal} \Delta x \end{cases} \tag{5.35}$$

Avec a_d , la diffusivité thermique maximale sur tout le domaine de température. La résolution de la dérivée particulaire impose une résolution de type Eulérienne.

5.2.2 Adaptation du modèle

L'adaptation de ce modèle thermique passe par un calibrage des paramètres physiques via différents modèles de la littérature.

5.2.2.1 Paramètres physiques

Conductivité thermique

La conductivité thermique du lit de poudre est définie d'après le modèle de Maxwell par la relation (équation 5.36):

$$\frac{k_p}{k_g} = \left(1 - 2\phi \frac{1 - k_s/k_g}{2 + k_s/k_g} \right) / \left(1 + \phi \frac{1 - k_s/k_g}{2 + k_s/k_g} \right) \tag{5.36}$$

Avec k_s et k_g , les conductivités thermiques respectives des phases solide et gazeuse du lit de poudre, et ϕ , la fraction volumique des pores [101] [102].

Source de chaleur volumique

La densité de puissance laser de type gaussienne est définie par [103] (équation 5.37):

$$Q_0 = Q_m \exp\left(-\frac{x^2 + y^2}{R^2}\right) \quad (5.37)$$

Avec R , le rayon du spot laser et Q_m la densité de puissance laser totale définie par (équation 5.38):

$$W = \int_0^R Q_0(r) r dr = \frac{\pi}{3} R^2 Q_m \quad (5.38)$$

Où W est la puissance laser nominale. La source de chaleur due aux radiations au sein du lit de poudre non fondu est alors donnée par l'équation 5.29. Dès lors que la poudre atteint la température de fusion T_f , la source de chaleur est considérée comme localement nulle.

Interaction convective

La chambre de fabrication étant sous balayage d'argon constant, nous intégrons un terme convectif local. Toute particule, ou élément fondu, en contact direct avec l'atmosphère de la chambre et n'interagissant pas avec le spot laser, en subit les effets (figure 5.4).

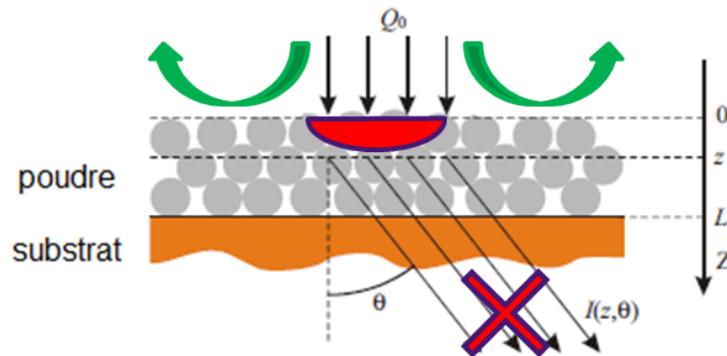


Figure 5.4 – Schématisation de l'interaction radiative

Nous émettons l'hypothèse que le flux de gaz dans la chambre de fabrication induit un transfert de chaleur convectif forcé. D'après les lois de Newton, le coefficient de transfert de chaleur convectif forcé h_c dépend principalement des propriétés du fluide, de l'état de surface du matériau, et du type d'écoulement (laminaire ou turbulent). La vitesse du fluide au niveau du matériau est supposée nulle. Il en résulte ainsi que le transfert de chaleur du solide vers le fluide est intégralement conductif. De cette approximation, nous pouvons déduire (équation 5.39):

5.2 Modèle thermique

$$h_c = \frac{-k_f \frac{\partial T}{\partial x}}{T - T_r} \quad (5.39)$$

Avec k_f le coefficient de conductivité thermique du fluide et T_r la température ambiante. Pour des raisons de lacune bibliographique dans le domaine de la convection forcée, nous utilisons les propriétés physiques de l'air en remplacement de l'argon. La suite de la modélisation est effectuée pour $k_f = 0,025$. De plus, le coefficient de transfert de chaleur convectif forcé peut être défini de manière empirique, pour un écoulement turbulent et une surface plane, par [104] (équation 5.40):

$$h_c = 5,74.v_g^{0,8}.\Delta x^{-0,2} \quad (5.40)$$

Avec v_g , la vitesse du gaz. Il est à noter que ce type d'écoulement est quantifié pour des surfaces macrométriques et planes; l'application d'une telle loi à l'échelle micrométrique peut être controversée.

5.2.2.2 Résolution de l'équation de la chaleur

La résolution de l'ensemble des phénomènes couplés est facilitée par une résolution Lagrangienne du problème, contrairement à la résolution Eulérienne proposée par Gusarov [96]. Dans notre cas, le terme représentatif de la quantité de mouvement est directement introduit dans la représentation de la densité d'énergie du flux radiatif net adimensionnelle laser. Le déplacement de la source laser est ainsi décrit sur un maillage fixe. De ce point de vue, même s'il est difficile de décrire le régime transitoire, cette approche semble plus adaptée pour la SLM. Par ailleurs, la résolution Eulérienne est très instable et poserait des problèmes structurels au code pour prendre en compte le retrait de la matière. Il en résulte une équation de la chaleur sous la forme (équation 5.41):

$$\frac{\partial H}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(k \frac{\partial T}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(k \frac{\partial T}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(k \frac{\partial T}{\partial z} \right) + U \quad (5.41)$$

Le domaine de calcul est subdivisé en $N_x \times N_y \times N_z$ cellules unitaires parallélépipédique de tailles $\Delta x, \Delta y, \Delta z$. Les paramètres de calcul sont fixés pour $N_x \times N_y \times N_z = 100 \times 200 \times 60$ et on impose $\Delta x = \Delta y = \Delta z = 4\mu m$.

La convergence du modèle est vérifiée en effectuant le calcul pour un pas de $2\mu m$, et aucune variation significative n'est observée. On prend soin d'apprécier l'accès au régime permanent. Pour ce faire, nous analysons l'évolution de la température située sous le laser en fonction de son mouvement. La température est prise dans

l'extrémité haute du bain de fusion (figure 5.5). Il est à noter que plus la densité énergétique est forte, plus le régime permanent est atteint rapidement, cependant, plus les données sont bruitées. En plus de l'instabilité du modèle, ces fluctuations peuvent être engendrées par la discrétisation du mouvement laser due au pas spatial.

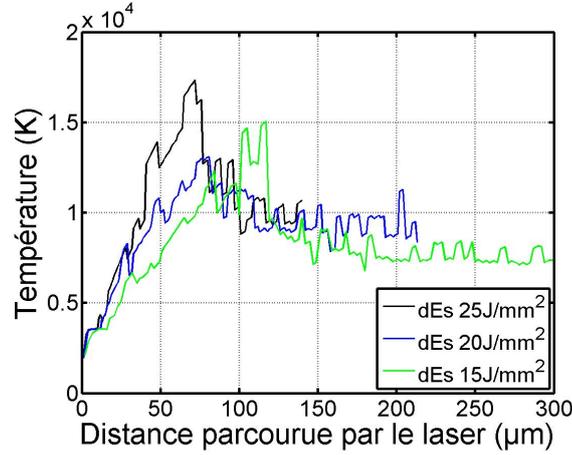


Figure 5.5 – Évolution de la température sous le laser en tous points de l'extrémité du cordon

L'équation de la chaleur est alors approximée par son développement aux différences finies du second ordre dans l'espace et du premier ordre dans le temps (équation 5.42):

$$\begin{aligned}
 \frac{H_{ijl}(t + \Delta t) - H_{ijl}(t)}{\Delta t} = & \\
 \frac{1}{\Delta x} \left[\frac{k(T_{i+1,jl}) + k(T_{ijl})}{2} \cdot \frac{T_{i+1,jl}(t) - T_{ijl}(t)}{\Delta x} \right. & \\
 \left. - \frac{k(T_{ijl}) + k(T_{i-1,jl})}{2} \cdot \frac{T_{ijl}(t) - T_{i-1,jl}(t)}{\Delta x} \right] & \\
 \frac{1}{\Delta y} \left[\frac{k(T_{ij+1,l}) + k(T_{ijl})}{2} \cdot \frac{T_{ij+1,l}(t) - T_{ijl}(t)}{\Delta y} \right. & \\
 \left. - \frac{k(T_{ijl}) + k(T_{ij-1,l})}{2} \cdot \frac{T_{ijl}(t) - T_{ij-1,l}(t)}{\Delta y} \right] & \\
 \frac{1}{\Delta z} \left[\frac{k(T_{ijl+1}) + k(T_{ijl})}{2} \cdot \frac{T_{ijl+1}(t) - T_{ijl}(t)}{\Delta z} \right. & \\
 \left. - \frac{k(T_{ijl}) + k(T_{ijl-1})}{2} \cdot \frac{T_{ijl}(t) - T_{ijl-1}(t)}{\Delta z} \right] + U_{ijl} &
 \end{aligned} \tag{5.42}$$

D'après les conditions de stabilité du modèle explicite en temps (équation 5.35), le pas de temps est de l'ordre de $2,8 \cdot 10^{-7}$ s en moyenne. La transformation α/β , ainsi que la transformation liquide/vapeur, sont intégrées au calcul via l'équation d'état (équation 5.43):

5.2 Modèle thermique

$$T = \begin{cases} \frac{H}{C_s} & , H \leq C_s T_b \\ T_b & , C_s T_b < H < C_s T_b + H_b \\ \frac{H - (C_s T_b - H_b)}{C_s} & , C_s T_b + H_b \leq H \leq C_s T_f + H_b \\ T_f & , C_s T_f + H_b \leq H \leq C_s T_f + H_b + H_f \\ \frac{H - (C_s T_f + H_b + H_f)}{C_l} + T_f & , C_s T_f + H_b + H_f \leq H \\ & \leq C_s T_f + H_b + H_f + C_s(T_v - T_f) \\ T_v & , C_s T_f + H_b + H_f + C_s(T_v - T_f) \leq H \\ & \leq C_s T_f + H_b + H_f + C_s(T_v - T_f) + H_v \\ \frac{H - (C_s T_f + H_b + H_f + C_s(T_v - T_f) + H_v)}{C_v} & , C_s T_f + H_b + H_f + C_s(T_v - T_f) + H_v < H \end{cases} \quad (5.43)$$

Avec H_v la chaleur latente de vaporisation, T_b et T_v respectivement les températures T_β et de vaporisation. L'enthalpie est ainsi déterminée par l'équation 5.42, puis l'utilisation des relations 5.43 permet la détermination de la température. A chaque pas de temps, une triple boucle de calcul permet d'évaluer l'enthalpie H_{ijl} puis la température T_{ijl} .

5.2.2.3 Routine de retrait

Les changements d'états survenant au sein du matériau imposent une variation de volume non négligeable. La prise en compte de ce phénomène est modélisée par une routine itérative de retrait. Une matrice fantôme de même dimension est couplée aux matrices de calcul d'enthalpie et de température. Cette dernière suit l'évolution de masse de la matière fondue. La zone de substrat et les zones précédemment densifiées sont arbitrairement imputées d'une densité égale à 1. Lorsque la température atteint la température de fusion au sein d'une maille de calcul, une cellule représentative de la poudre est affublée d'une masse dense égale à la densité relative de la poudre.

Un premier redimensionnement est alors effectué dans l'axe x, et une redistribution des masses densifiées est obtenue en concentrant ces dernières vers le centre du bain de fusion. S'ensuit alors un redimensionnement en z, en concentrant les masses vers le substrat, permettant d'homogénéiser les masses en 2 dimensions (figure 5.6). Lors de cette densification, le flux thermique associé n'intègre pas la dérivée particulière. Cette formulation rend alors l'estimation du mouvement Eulérien de chaleur délicate, et la complexité du champ de chaleur lié à la réorganisation du cordon ne nous permet pas de prendre en compte la convection de chaleur au sein du bain de fusion.

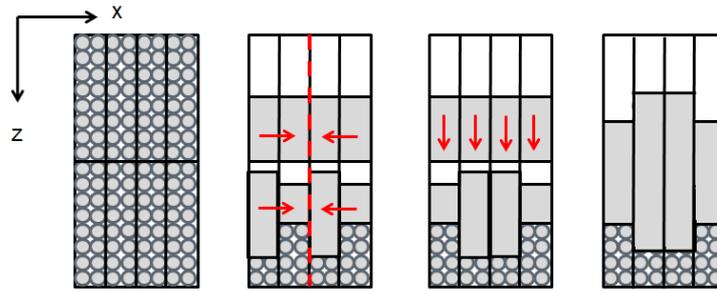


Figure 5.6 – Schématisation de la routine retrait

5.3 Résultats modélisés

5.3.1 Évolution de la température

Une fois le modèle calibré, nous y appliquons les paramètres de mise en couche et les paramètres laser utilisés dans les parties 4.2.2 afin d’analyser, dans un premier temps, l’évolution de la température au sein du cordon, puis d’y corréler les évolutions morphologiques expérimentales. La figure 5.7 représente l’évolution des températures, de l’enthalpie et de la densité relative de matériau fondu lors de l’édification d’un cordon pour une puissance laser de 100 W , une vitesse de balayage de 83 m/s , une épaisseur de couche de $80\text{ }\mu\text{m}$, et une densité de lit de poudre de 55% .

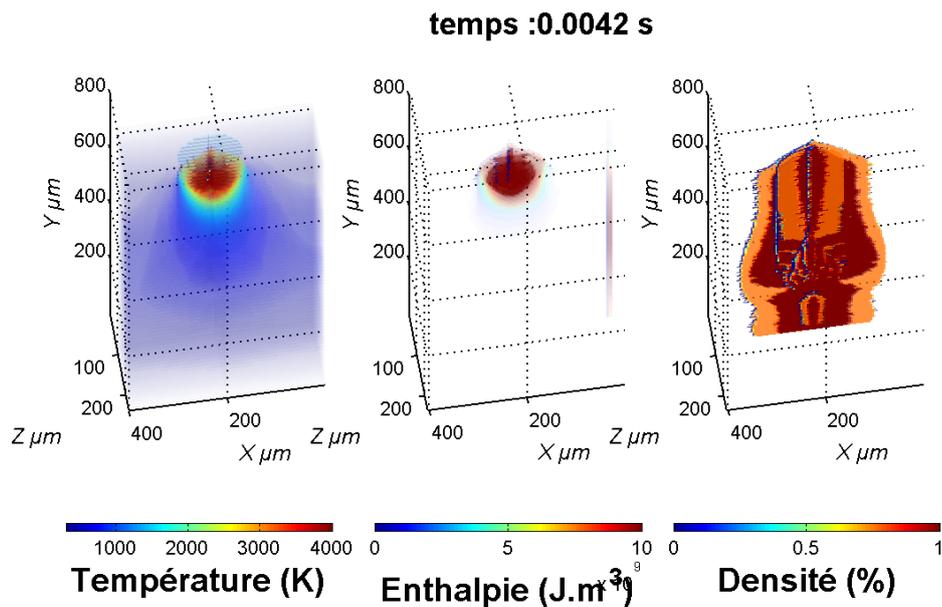


Figure 5.7 – Représentation de la température, de l’enthalpie et de la densité de matériau densifié

5.3 Résultats modélisés

5.3.1.1 Stabilité du cordon

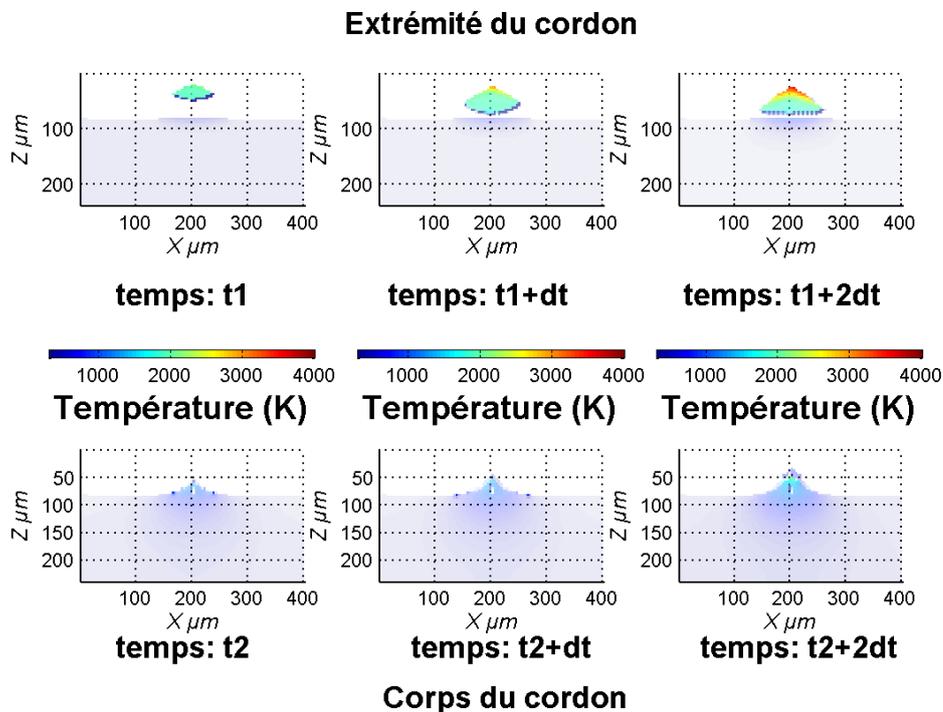


Figure 5.8 – Évolution de la température au sein du bain de fusion dans les zones extrême et centrale du cordon de solidification

Il est à noter, avant toute analyse, que le cordon se scinde en deux parties distinctes comme le montre la représentation de densité relative de la figure 5.7. Une première partie instable en forme de cône correspondant à l'extrémité du cordon, et une partie stabilisée correspondant au corps du cordon. Cette juxtaposition illustre la mise en place du régime permanent. La figure 5.8 représente une section transverse de l'évolution de la température calculée pour des intervalles de temps égaux à différentes positions du cordon. Pour des raisons de lisibilité, la température inhérente au gaz n'est pas représentée. La partie externe du cordon est représentative de l'allumage du laser. La densité énergétique provient intégralement du spot laser, et le bain de fusion se forme sur la partie supérieure du lit de poudre. Puis le bain de fusion fait fondre par conduction le lit de poudre sur lequel il repose. Une fois la mise en mouvement du laser effectuée, la formation du bain de fusion est initiée à même le substrat, depuis la partie inférieure du lit de poudre. La densité énergétique provient en premier lieu du bain de fusion adjacent, avant même que le spot laser n'ait atteint la zone de fusion. Ce mécanisme explique pourquoi la quantité de poudre fondue, pour le même intervalle de temps, est plus importante à l'extrémité que dans le corps du cordon. En effet, le mécanisme de fusion à l'extrémité est plus rapide lors de la formation du bain de fusion car en présence directe d'une

plus grande densité énergétique. Cependant, la quantité totale d'énergie vue par la poudre est supérieure dans le corps du cordon. La quantité de poudre fondue est donc, in fine, plus importante.

Pour la suite de cette étude, nous n'étudierons que la partie stable du cordon, afin d'être dans des conditions similaires aux analyses expérimentales des parties 4.2.2. Il est alors possible d'analyser l'évolution de température au sein de la partie stabilisée du cordon.

5.3.1.2 Évolution thermique

Dans cette sous-partie, nous étudions l'évolution de température pour un jeu de paramètre du procédé SLM fixe. Nous choisissons arbitrairement d'analyser l'évolution du modèle pour un cordon théorique obtenu pour une puissance nominale du laser de 100 W , une vitesse de balayage laser de 83 mm/s , une épaisseur de couche de $80\text{ }\mu\text{m}$, et une densité de lit de poudre de 55% ; soit une densité énergétique surfacique de 15 J/mm^2 (cette densité énergétique est expérimentalement supposée optimale).

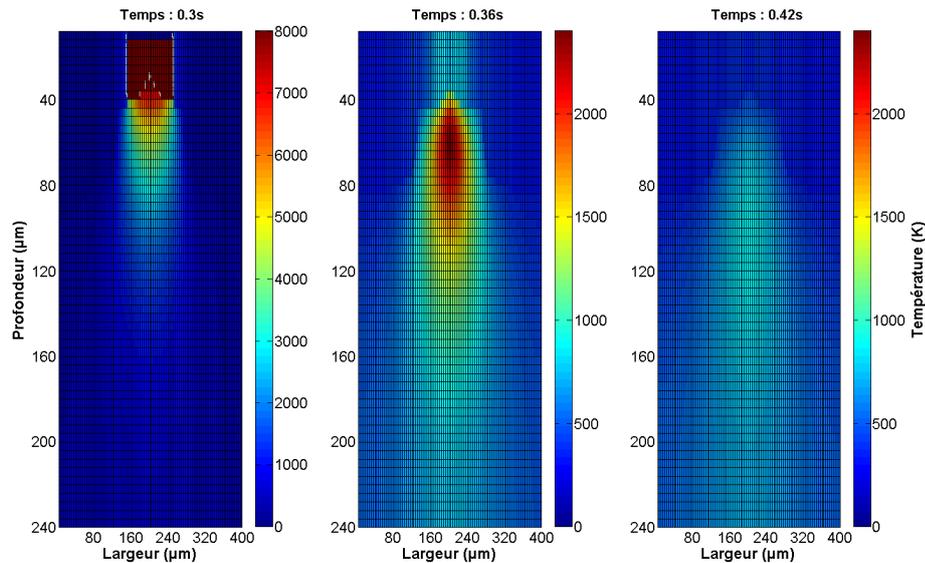


Figure 5.9 – Évolution de la température au sein du cordon unitaire

De manière générale, une fois le cordon formé, la température maximale est atteinte sur la périphérie externe du cordon (en contact avec le spot laser), proportionnellement à la répartition énergétique du spot laser (figure 5.9). Le temps $0,3\text{ s}$ correspond à l'instant où le laser est au dessus de la tranche étudiée. Le refroidissement du cordon est extrême en cette même périphérie, en accord avec la microstructure martensitique de très petite taille observée partie 4.3.2. Le cœur du cordon est alors sujet à un refroidissement plus lent, également en accord avec la formation d'aiguilles α plus développées.

5.3 Résultats modélisés

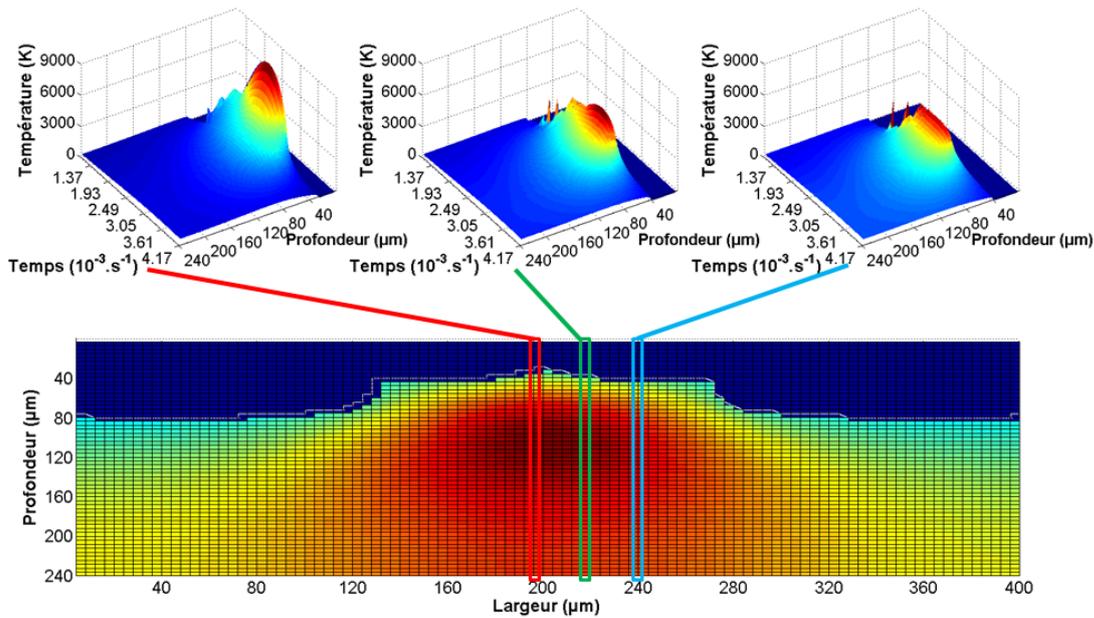


Figure 5.10 – Modélisation de l'évolution de la température en fonction du temps pour trois zones distinctes au sein du cordon unitaire

La figure 5.10 représente l'évolution de la température au cours du temps pour trois zones 1D distinctes du cordon. La vue inférieure donne l'aperçu du cordon. Pour les trois zones, nous pouvons observer une augmentation de la température en début de cycle, avant que le laser n'ait atteint la zone de fusion. Cette évolution de température est instable, et principalement due à l'apport d'énergie du bain de fusion précédemment formé et de la température du gaz avoisinant. Une fois que le laser entre en jeu, la température croît de façon gaussienne en fonction du temps, en accord avec le mouvement du spot laser. La tendance gaussienne tend à s'aplatir de plus en plus à mesure que l'on s'éloigne du centre du cordon. Les vitesses de chauffe et de refroidissement sont donc plus importantes au milieu du cordon que sur les extrémités, et d'autant plus importantes au niveau de la périphérie supérieure.

De même, la température maximale atteinte croît à mesure que l'on se rapproche du centre du cordon. Ce phénomène est en accord avec la distribution énergétique du spot laser. Nous pouvons également noter que les températures maximales sont concentrées à l'extrémité du cordon. Elles vont jusqu'à atteindre 9000 K dans la zone centrale du cordon, au niveau de sa surface. Ces températures, bien que non physiques, ne sont pas pour autant aberrantes dans l'hypothèse de formation d'un plasma. Cet artefact est dû à la non-quantification des pertes de masse par vaporisation, d'une part, et au pas spatial de calcul. En effet, la pénétration laser dans un corps dense est de l'ordre de 50 nm ; le modèle surestime donc la conduction thermique lors du passage de la poudre à l'état densifié. Enfin, même si un redimensionnement 2D est effectué, la non-prise en compte des mouvements convectifs au sein du bain de fusion induit une homogénéisation plus faible de la température, et

donc l'existence de pics de température locaux.

5.3.1.3 Impact des paramètres du procédé SLM

Nous pouvons dès à présent analyser l'impact des paramètres du procédé sur l'évolution de température au sein du cordon unitaire.

Impact de la densité énergétique

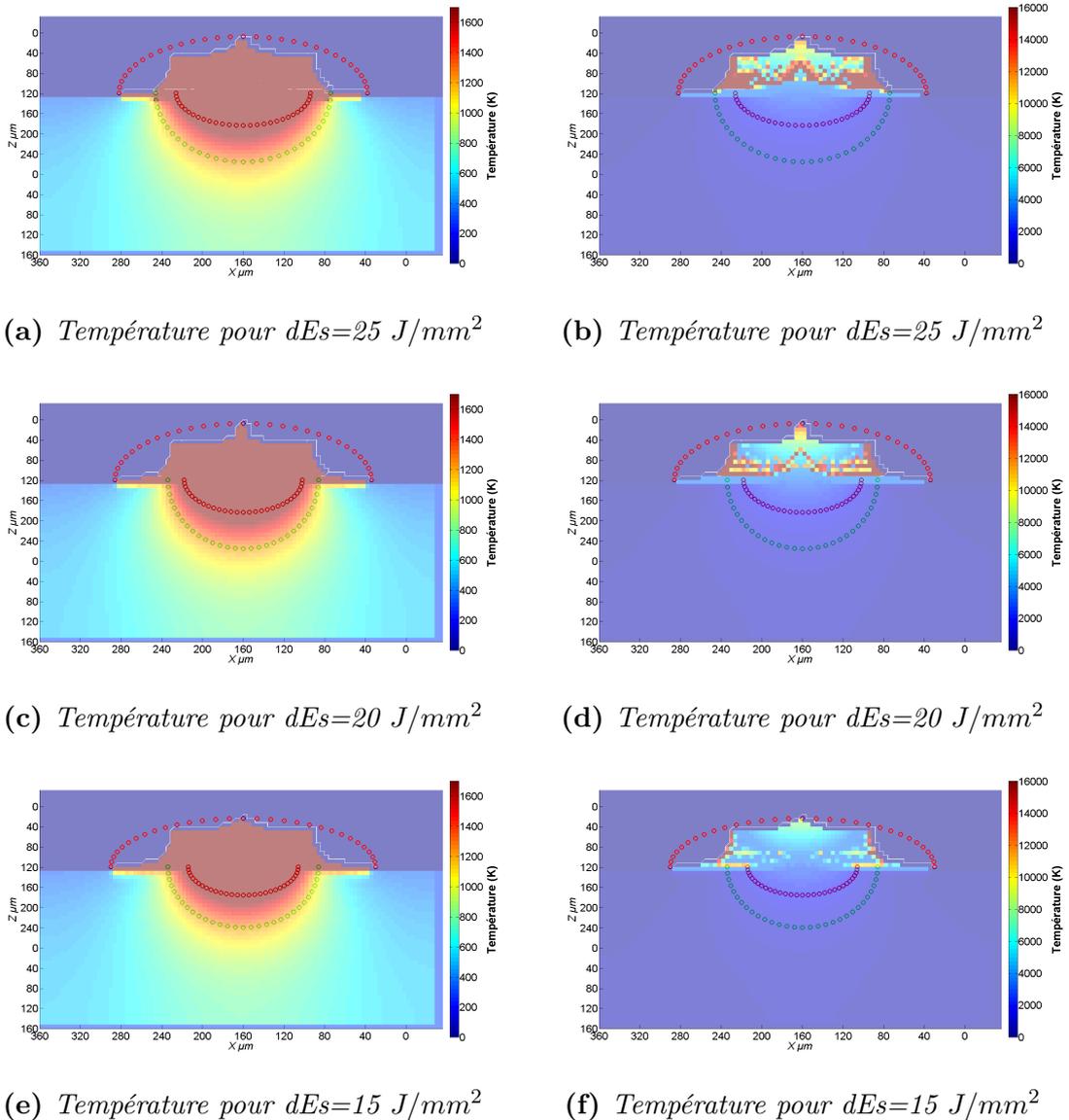


Figure 5.11 – Évolution de la température pour différentes densités énergétiques surfaciques (dEs)

Pour cette analyse, nous fixons les paramètres de mise en couche à 55 % de densité et 80 μm de hauteur. Une augmentation de densité énergétique surfacique, comme modélisée figure 5.11, montre un impact bien plus marqué que ne le laissait supposer les analyses expérimentales (partie 4.2). En effet, outre l'évolution morphologique aisément visible, détaillée dans la sous-partie suivante, l'évolution thermique est

5.3 Résultats modélisés

fortement liée à la variation de densité énergétique. Pour des raisons de lisibilité dues aux écarts de température, les températures maximales sont schématisées, figure 5.11, avec deux échelles distinctes.

Dans un premier temps, il est à noter que toutes les dimensions morphologiques semblent croître avec la densité énergétique. Ces évolutions sont analysées plus précisément dans la sous-partie suivante. Au niveau du bain de fusion, l'apparition d'isothermes de forme circulaire est observable. Ces isothermes sont dues à la routine de retrait, couplée au balayage laser, qui déterminent le bain liquide, sans implémentation de mouvements de matières dans le modèle thermique. Le gradient thermique est, ainsi, d'autant plus important que la densité énergétique est grande. Une proportionnalité non linéaire entre les températures maximales et la densité énergétique peut être soulignée. Ainsi, le passage de 10 à 15 J/mm^2 induit une variation de température maximale de $7,98.10^3$ à $7,06.10^3$ K alors que le passage de 10 à 5 J/mm^2 induit une variation de température maximale de $7,06.10^3$ à $3,58.10^3$ K.

Impact de la densité relative du lit de poudre

À l'instar de la partie expérimentale 4.2, afin d'analyser l'impact de la densité relative du lit de poudre sur le mécanisme de fusion, nous fixons les paramètres laser à une puissance de 100 W, une vitesse de balayage de 70 mm/s et une hauteur de lit de poudre de 80 μm . Dans un premier temps, la taille de la zone thermiquement impactée, tout comme la zone de fusion, est inversement proportionnelle à la densité relative du lit de poudre (figure 5.12). Ainsi, une plus grande quantité de matière potentielle (par augmentation de la densité relative) induit une plus faible densité énergétique potentielle impactant le substrat. Les isothermes circulaires observées précédemment sont également fortement impactées par la variation de densité relative. Plus cette dernière est faible, plus le gradient thermique est important. Cette observation fait écho à l'hypothèse de puits thermique du bain de fusion lors de l'augmentation de la quantité de matière apportée au bain de fusion. Nous pouvons également observer une diminution notable de la température maximale pour une diminution de la densité relative du lit de poudre. Ce phénomène peut être associé à l'augmentation des réflexions multiples pour des densités de lit de poudre plus faibles, et donc, à une densité d'énergie répartie sur un plus grand volume.

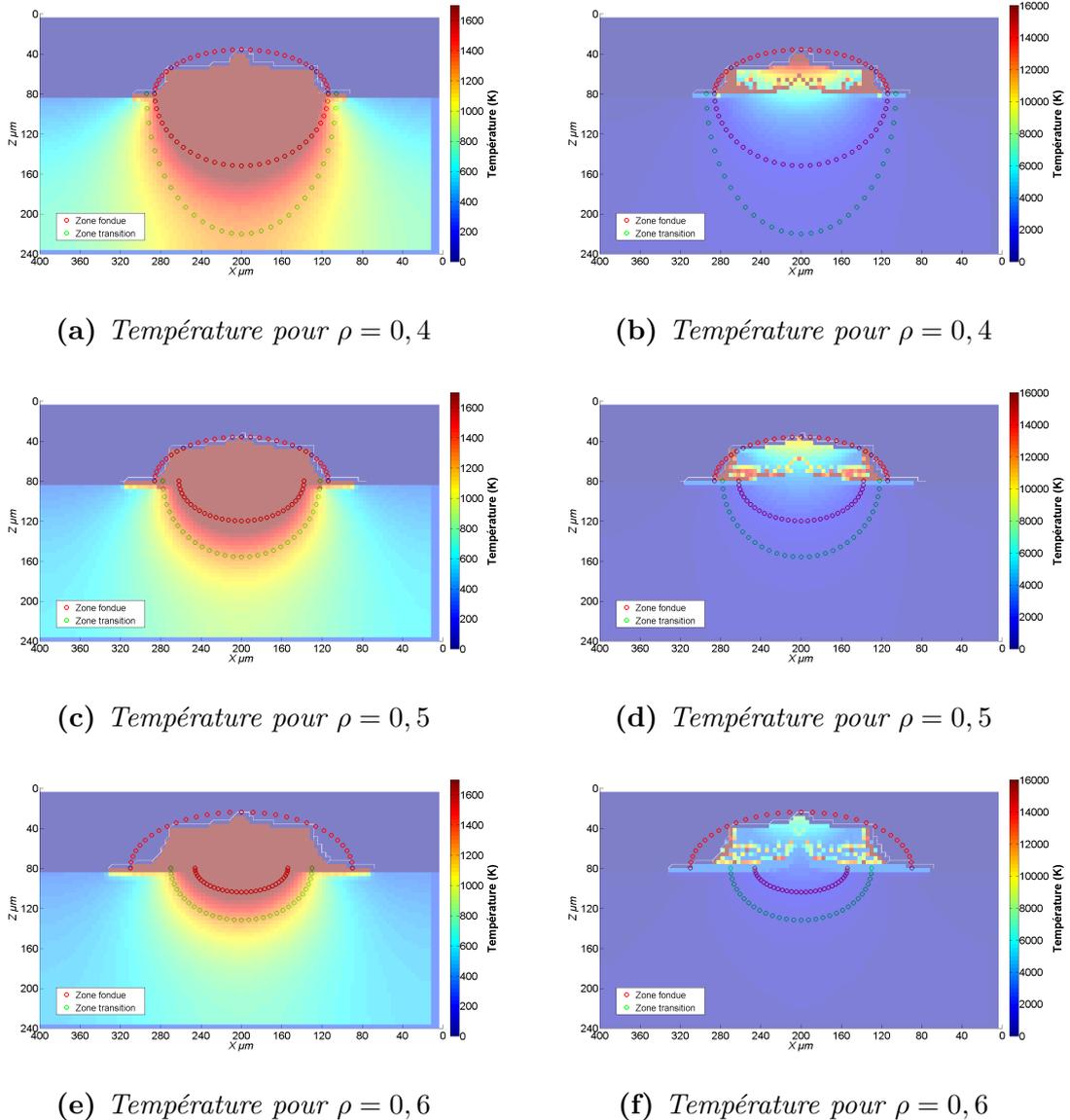


Figure 5.12 – Évolution de la température pour différentes densités relatives de lit de poudre

Nous pouvons, dans un second temps, analyser l'évolution temporelle de la température. Les vitesses de chauffe et de refroidissement sont ainsi représentées figure 5.13, pour la partie centrale unidimensionnelle du cordon unitaire. Pour une densité relative de 0,4, nous pouvons observer une chauffe rapide en tout début de cycle, avant que le spot laser ne soit en ces coordonnées, pour des profondeurs comprises entre 60 et 80 μm . Cette chauffe se situe dans la partie inférieure du cordon, en contact avec le substrat. Il y a donc bien début de création du bain de fusion par conduction avec le bain de fusion voisin. Ces cycles de chauffe sont directement suivis de forts refroidissements, pour une profondeur comprise entre 60 et 100 μm . Ce refroidissement est dû à la réorganisation du bain de fusion via la routine de retrait. Il reste cependant intéressant de souligner que le substrat est également impacté par ce refroidissement, pour les profondeurs comprises entre 80 et 100 μm , tandis que

5.3 Résultats modélisés

les couches inférieures subissent une montée en température constante. Le substrat est bien chauffé avant le futur bain de fusion. Une forte chauffe est observable à $1,93 \cdot 10^{-3}$ s. Ce pic est dû à l'arrivée du spot laser pour ces coordonnées. Le laser induit une fusion quasi instantanée de la partie supérieure du lit de poudre. S'ensuit une phase de forte chauffe (supérieure à $2 \cdot 10^6$ K/s) entre 40 et 120 μm de profondeur, jusqu'à $3,16 \cdot 10^{-3}$ s. Passé ce délai, une courte transition est observable avant un refroidissement de plus de $-2 \cdot 10^6$ K/s, pénétrant jusqu'à 110 μm . Ces valeurs sont en accord avec les vitesses de refroidissement du procédé SLM comprise entre 10^5 et 10^8 K/s [105]. Enfin, trois courbes d'isovitesses sont observables et semblent liées à la discrétisation du mouvement du laser. L'augmentation de densité induit une forte diminution des vitesses de chauffe et de refroidissement. De même, la propagation au sein du substrat est également limitée (en accord avec la diminution de température maximale du bain de fusion explicité précédemment). L'augmentation de densité relative semble également diminuer la pénétration des courbes isovitesses. L'évolution de la densité relative du lit de poudre devrait donc avoir un impact non négligeable sur l'évolution microstructurale du cordon.

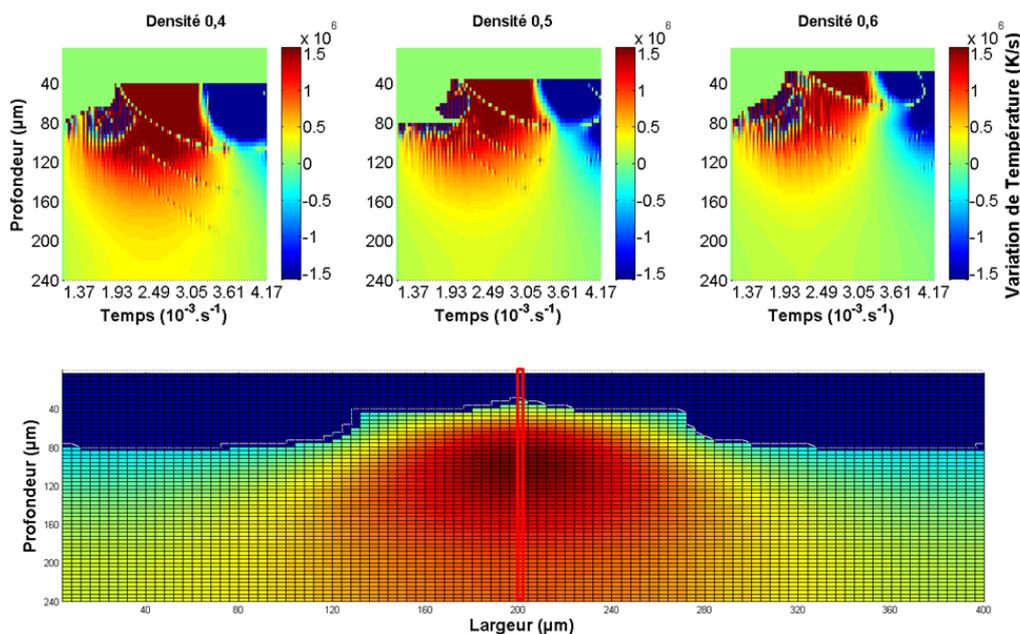


Figure 5.13 – Évolution de la variation temporelle de température pour une zone arbitraire du cordon unitaire

5.3.2 Évolution morphologique

Comme souligné précédemment, l'évolution de la densité énergétique ainsi que de la densité relative du lit de poudre impactent directement la morphologie du cordon. La comparaison entre les données récemment obtenues et les données expérimentales détaillées dans la partie 4.2 nous permet une meilleure interprétation du modèle et

des mécanismes physiques mis en jeu.

5.3.2.1 Impact de la densité énergétique

Dans un premier temps nous étudions l'impact de la densité énergétique surfacique sur l'évolution morphologique des cordons unitaires modélisés (figure 5.14-a). Aucune tendance ne semble permettre de lier la hauteur de ces derniers à la puissance laser (figure 5.14-b). La hauteur modélisée semble importante pour de faibles densités. L'augmentation de densité énergétique induit, par la suite, une diminution de la hauteur du bain de fusion solidifié pour atteindre un minima vers $10 J/mm^2$ avant de croître à nouveau pour de fortes puissances. Comparativement aux données expérimentales, les hauteurs prévisionnelles avoisinent, à quelques microns près, les résultats expérimentaux pour des densités énergétiques inférieures à $5 J/mm^2$ et supérieures à $12 J/mm^2$. Il est possible que la densité énergétique modélisée soit sous-évaluée, induisant ainsi un décalage de l'optimum énergétique de fusion mesuré, supposé à $15 J/mm^2$.

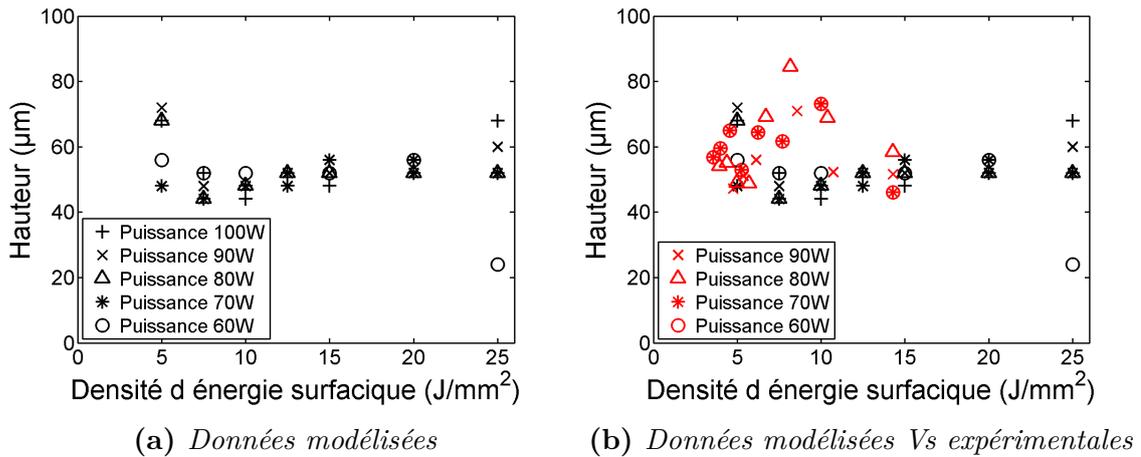


Figure 5.14 – Modélisation de la hauteur du bain de fusion en fonction de la densité énergétique surfacique

La modélisation de la largeur du bain de fusion en fonction de la densité énergétique surfacique (figure 5.15-a) met en valeur la proportionnalité entre la puissance laser et la largeur modélisée, comme observée pour les données expérimentales (figure 5.15-b). Tout comme pour l'évolution de hauteur du bain de fusion, la largeur de ce dernier est plus importante pour les faibles densités énergétiques ($150\mu m$ pour $dEs=5 J/mm^2$), elle diminue jusqu'à un minimum local ($120 \mu m$ pour $dEs=20 J/mm^2$), et augmente progressivement de nouveau. La modélisation semble adopter un comportement inverse à l'évolution observée expérimentalement. Un très fort écart des valeurs est donc observable pour les densités énergétiques faibles.

5.3 Résultats modélisés

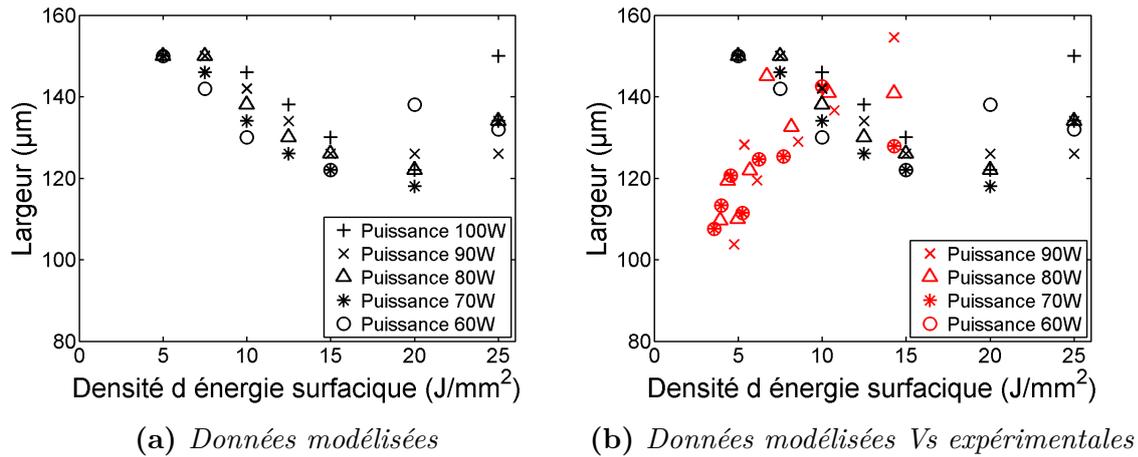


Figure 5.15 – Modélisation de la largeur du bain de fusion en fonction de la densité énergétique surfacique

L'évolution de la profondeur du bain de fusion (figure 5.16-a), quant à elle, évolue proportionnellement à la puissance laser, et de façon quasi linéaire, tout comme les données expérimentales (figure 5.16-b). Cependant, les valeurs modélisées demeurent sous-évaluées par rapport aux données expérimentales.

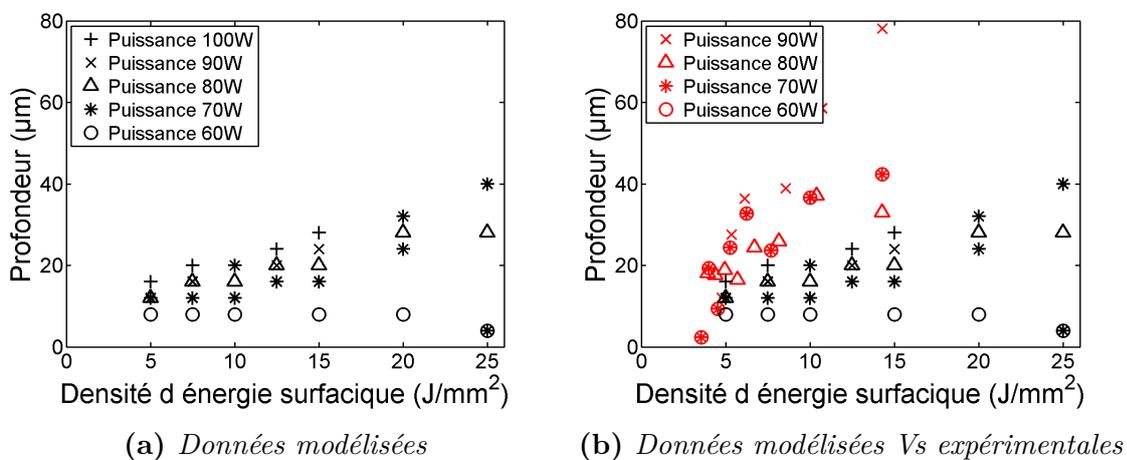


Figure 5.16 – Modélisation de la profondeur du bain de fusion en fonction de la densité énergétique surfacique

L'évolution de la largeur de la zone thermiquement impactée modélisée (figure 5.17-a) est proportionnelle à la puissance laser, ainsi qu'à la densité énergétique. La modification de puissance laser n'a, cependant, qu'un faible impact sur la largeur modélisée. Les données expérimentales sont, néanmoins, largement supérieures à celles modélisées (figure 5.17-b). L'impact physique du laser en dehors de son rayon est donc à intégrer au modèle. En effet, la modélisation gaussienne du laser est définie par son rayon, son impact en dehors de cette zone n'est pas négligeable. Un remodelage de la modélisation gaussienne du laser, dû aux effets de bords, peut être

envisagé. De même, un mécanisme de mouvement de la poudre adjacente, absorbée à un certain pourcentage par le bain de fusion, permettrait d'expliquer les différences de largeurs entre le modèle et les données expérimentales.

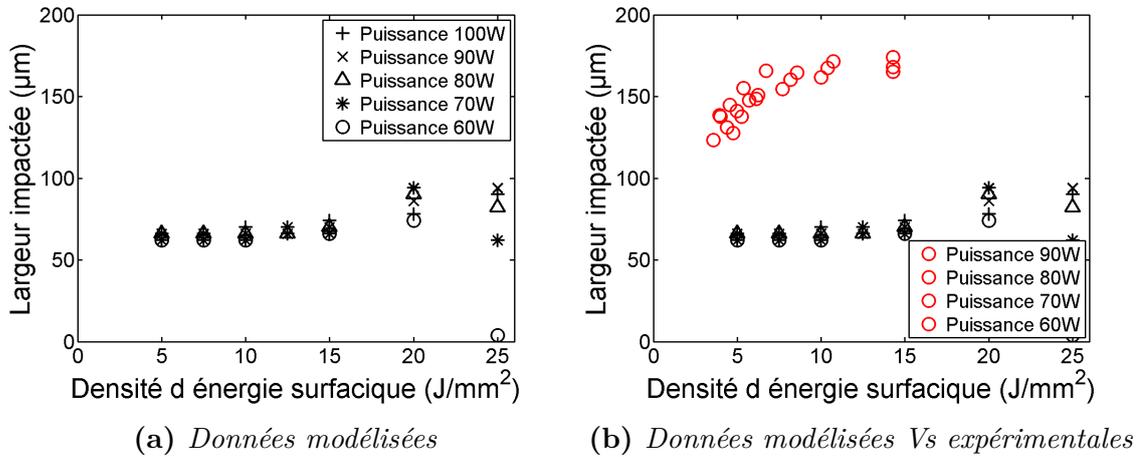


Figure 5.17 – Modélisation de la largeur de la zone thermiquement affectée en fonction de la densité énergétique surfacique

Enfin, la profondeur thermiquement impactée modélisée (figure 5.18-a) est également proportionnelle à la puissance laser ainsi qu'à la densité énergétique surfacique. Elle demeure néanmoins bien inférieure aux profondeurs mesurées expérimentalement. Cette différence peut provenir de la non-évolution de la conductivité thermique avec la température, diminuant ainsi la propagation de la chaleur dans les couches sous-jacentes ; ou d'un mécanisme de fusion plus complexe plus proche de la formation des « key holes ». Ainsi, le bain de fusion à l'état liquide s'écarterait sous le passage du laser permettant une pénétration plus importante et donc un impact thermique plus grand. Ces deux hypothèses sont en accord avec la sous-évaluation de la profondeur du bain de fusion précédemment évaluée.

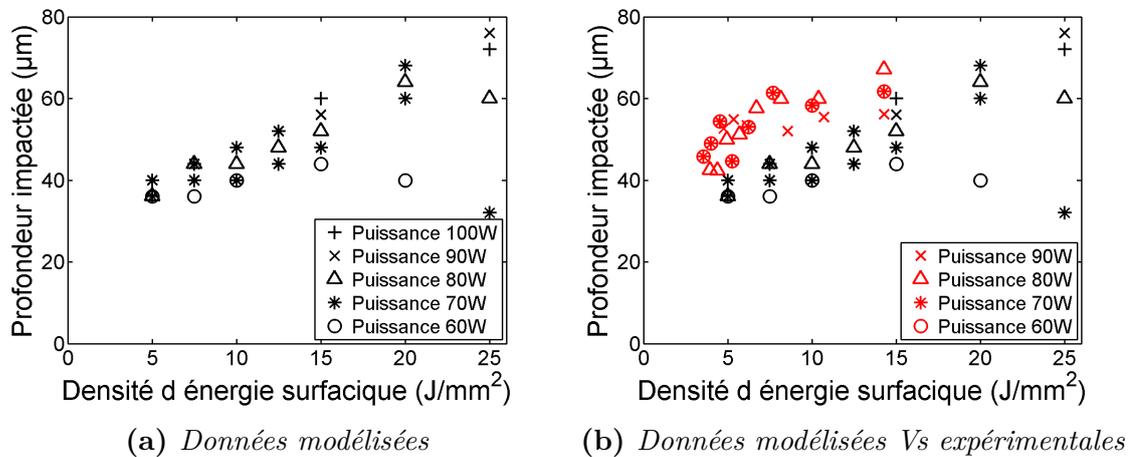


Figure 5.18 – Modélisation de la profondeur de la zone thermiquement affectée en fonction de la densité énergétique surfacique

5.3 Résultats modélisés

5.3.2.2 Impact de la densité du lit de poudre

Les conditions de lasage modélisées sont fixées à l'identique du modèle opératoire de la partie 4.2, soit, une puissance laser de 100 W, une vitesse de balayage de 70 m/s, un lit de poudre de 80 μm pour une densité de 55%.

Les données obtenues grâce au modèle radiatif sont fittées via une fonction polynomiale d'ordre 2 (figure 5.19-a). D'après le modèle radiatif, une augmentation de la densité du lit de poudre induit une augmentation importante de la largeur, passant de 110 à 150 μm , ainsi que de la hauteur du lit de poudre, passant de 44 à 60 μm . A contrario, l'augmentation de densité induit une diminution de la profondeur du bain de fusion. Comme explicité précédemment, la diminution de densité permet une nette augmentation de la pénétration du laser au sein du lit de poudre, la fusion étant par la suite quasi instantanée, la quantité de matière fondue fournie par le lit de poudre fait office d'écran à la fusion du substrat. Enfin l'augmentation de la hauteur et de la largeur du lit de poudre s'explique par la conservation de quantité de matière lors du réarrangement par la routine de retrait.

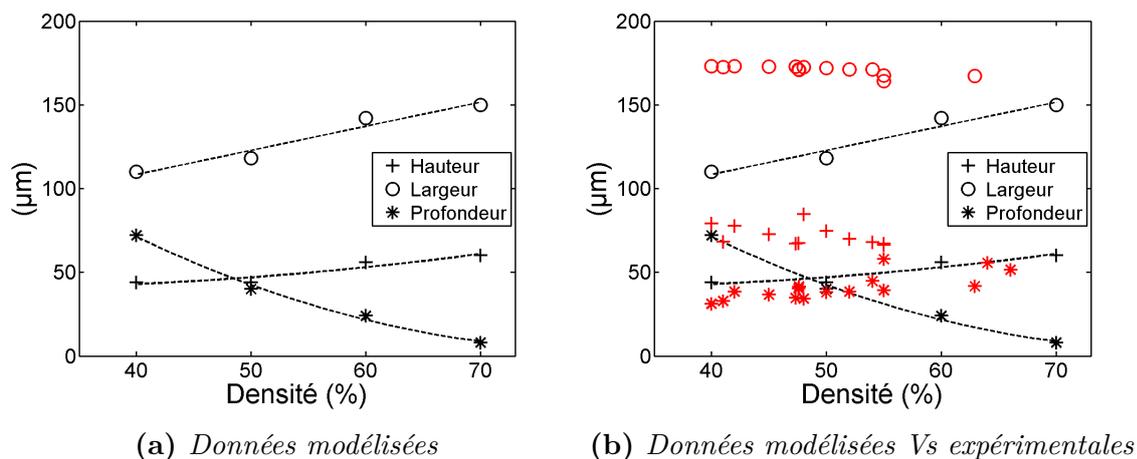


Figure 5.19 – Modélisation de l'épaisseur, de la largeur et de la profondeur du bain de fusion en fonction de la densité du lit de poudre

En comparaison avec les données expérimentales (figure 5.19-b), nous observons une sous-évaluation de la hauteur et de la largeur du cordon. Cette variation peut être expliquée par une sous-évaluation de la taille du spot laser modélisé. En effet, l'impact radial de ce dernier semble excéder ses caractéristiques nominales. Les données expérimentales indiquent également une stabilisation de la hauteur et de la largeur du cordon, contrairement au modèle. La non-prise en compte de perte de matière lors du procédé en est une cause raisonnable. Cependant, la diminution de profondeur lors de la densification du lit de poudre souligne un tout autre phénomène. Cette dernière est due à l'effet de puits thermique discuté dans la partie 4.2, mais remet en cause la possibilité d'augmenter la conductivité grâce à la densité.

Une fois de plus, une sous-évaluation de la quantité d'énergie peut en être la cause. Il est également possible que la variation de conductivité thermique avec la température, non développée dans ce modèle par manque de données applicables à ces conditions, en soit la cause majeure.

L'analyse de la zone thermiquement affectée modélisée souligne une diminution de 34% de la largeur lors du passage d'une densité de lit de poudre de 40 à 70%, tandis que la profondeur de pénétration de la zone thermiquement affectée diminue de 71%. La variation de largeur obtenue par le modèle radiatif arbore une évolution similaire aux données expérimentales, mais demeure bien en deçà des valeurs de largeurs analysées. L'évolution de la profondeur de la zone thermiquement affectée modélisée diminue fortement avec la densité. L'écart avec les données expérimentales en est d'autant plus important. Néanmoins, ces évolutions sont en accord avec la tendance observée expérimentalement, et semblent indiquer un effet de puits thermique non négligeable de la part du bain de fusion. Cette tendance souligne l'importance du taux de recouvrement lors du passage 1D à 2D, considérant l'impact thermique pour les couches sous-jacentes, et le problème de croissance épitaxiale des grains β . Ces écarts d'évolution peuvent également être dus à la calibration de la conductivité thermique en fonction de la température, mais également en fonction de la phase en présence.

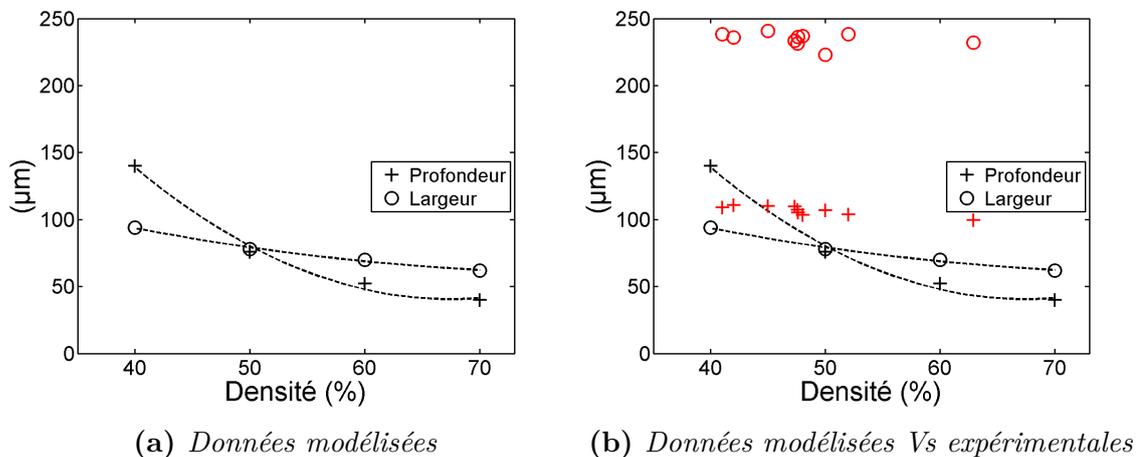


Figure 5.20 – Modélisation de la profondeur et de la largeur de la zone thermiquement affectée en fonction de la masse volumique apparente du lit de poudre

Au-delà d'une compréhension plus approfondie du mécanisme de fusion, le modèle radiatif nous donne accès à l'histoire thermique du cordon unitaire. L'application d'une combinaison en séquence logique de modèles mathématiques à cette histoire thermique mène à la génération de l'évolution microstructurale du matériau.

5.4 Modèle microstructural

5.4.1 Généralité sur les modèles microstructuraux

5.4.1.1 Choix du modèle

Les relations entre les propriétés physiques, les paramètres du procédé et l'évolution microstructurale ont été largement discutées dans la partie 4.3. La prédiction de l'évolution microstructurale est un atout majeur quant à l'optimisation des paramètres initiaux du procédé de fusion laser. Trois grands types de modèles peuvent être répertoriés.

Les modèles statistiques, tels que les réseaux de neurones artificiels, ou les simulations basées sur la méthode de Monte-Carlo, nécessitent de nombreuses données expérimentales afin d'extraire une relation entre les paramètres et les données à prédire. Ils permettent notamment une large variété des distributions statistiques, mais ne peuvent s'appliquer qu'à de très petits domaines.

Les modèles d'approche en champs de phase se basent sur un modèle physique dont les paramètres sont généralement la migration de grains ou encore l'énergie d'interface. Le modèle définit l'évolution microstructurale de manière énergétique, au prix d'un temps de calcul considérable.

Les modèles phénoménologiques se basent sur quelques équations décrivant la relation entre les paramètres du procédé et la microstructure. Le modèle ne considère que le début et la fin de la transformation. Les mécanismes sous-jacents étant négligés, la calibration du modèle est un point clé quant à la qualité des résultats obtenus. Ne représentant pas explicitement la microstructure, ils peuvent être utilisés pour de plus grands domaines.

Au vu de l'accessibilité des données que nous avons, ainsi qu'à une potentielle application à un domaine étendu, nous appliquons le modèle phénoménologique de Murgau [106] pour la suite de cette étude. Les modèles mathématiques utilisés dans ce modèle sont, pour la plupart, destinés à une représentation isotherme. L'adaptabilité de ces modèles à un procédé hors équilibre est effectuée par l'application du principe d'additivité via une estimation du premier ordre (figure 5.21). Autrement dit, la variation continue de température est remplacée par la somme de petites transformations isothermes. Cette approche est appliquée à de nombreux travaux et décrit efficacement la cinétique de transformation de phase des alliages de titane [106].

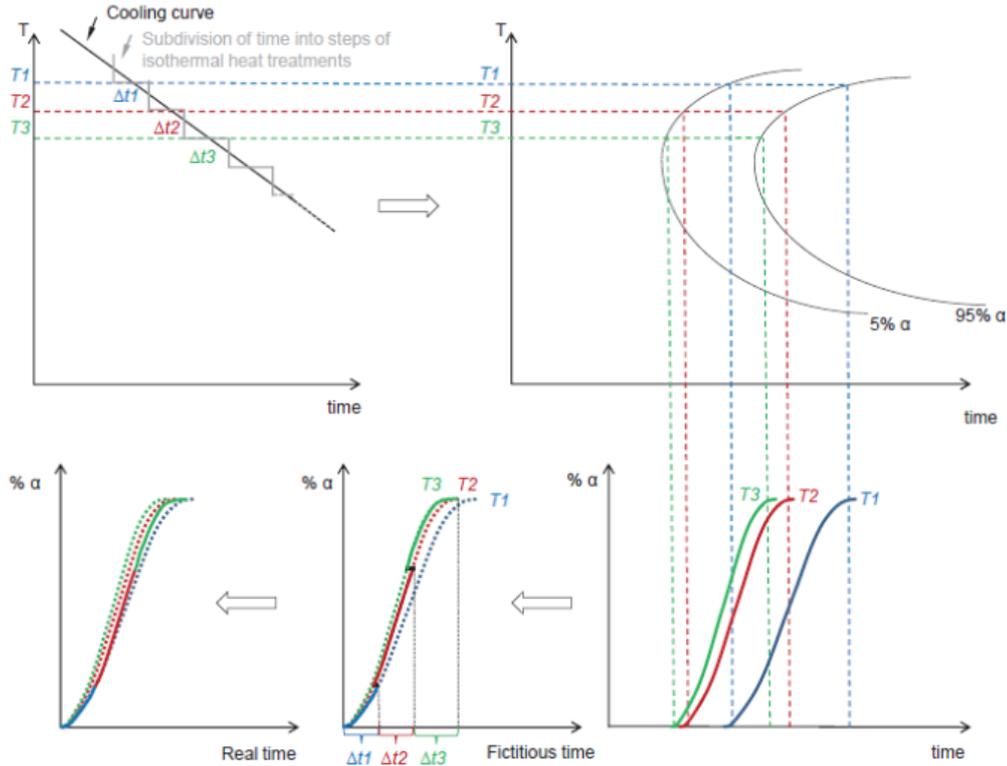


Figure 5.21 – Illustration du principe d'additivité représentant un refroidissement comme étant la somme de courtes isothermes subdivisées par un pas de temps spécifique [106]

5.4.1.2 Modèle utilisé

La microstructure est définie par un jeu de variables d'états X représentatives des fractions de phases. Cinq phases peuvent être alors considérées : alpha nodulaire α , alpha grain boundary α_{gb} , alpha Widmenstätten α_w , alpha martensitique α_m et β . Certaines transformations pouvant apparaître de manière simultanée, une hiérarchie temporelle est arbitrairement imposée aux transformations de phases.

Dans un premier temps, une vérification est effectuée sur l'état (solide ou liquide) du matériau. Le modèle ne prenant pas en compte l'évolution de la phase liquide, les phases solides au sein du bain de fusion sont considérées comme nulles pour une température supérieure ou égale à la température de fusion. Dans le cas contraire, la fraction de phase β à l'équilibre est calculée afin de déterminer s'il y a formation ou décomposition de la phase β . Si la composition en phase β est supérieure à la composition à l'équilibre, il y a alors décomposition de la phase β successivement en α_{gb} , puis en α_w , et enfin, si la température est inférieure à la température de transformation martensitique, en α_m . À l'inverse, la formation de phase β , lorsque la composition est inférieure à la composition à l'équilibre, s'accompagne de la dissolution des phases α en β (figure 5.22).

5.4 Modèle microstructural

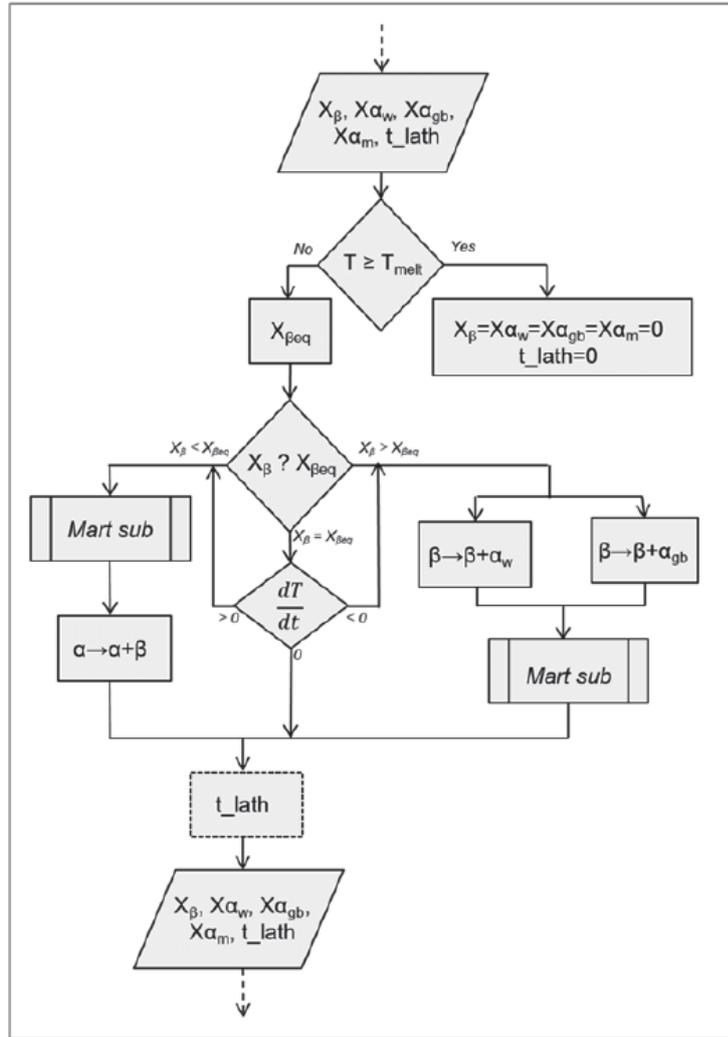


Figure 5.22 – Schématisation du modèle itération de prédiction microstructurale [106]

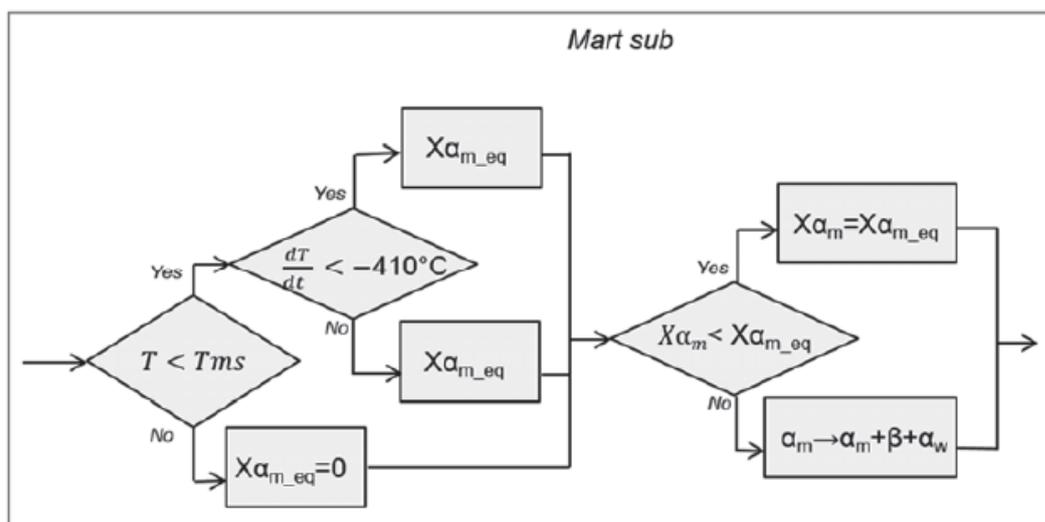


Figure 5.23 – Schématisation du modèle itération de l'évolution martensitique lors de la prédiction microstructurale [106]

La décomposition de la phase β pour une température inférieure à M_s induit la

formation de phase martensitique dont le calcul de composition est schématisé figure 5.23.

5.4.2 Modèle de transformation de phase appliqué

Le modèle de Murgau se subdivise en une partie calculatoire consacrée à la dissolution de la phase β , et en une partie consacrée à la formation de cette dernière. Cependant, l'histoire thermique modélisée dans notre étude ne prend pas en compte les cycles thermiques de remontée en température lors de passages successifs du laser. Ainsi, la partie calculatoire consacrée à la reformation de la phase β n'est pas présentée.

5.4.2.1 Composition de phase à l'équilibre

Dans un premier temps, la détermination des compositions de phases à l'équilibre est effectuée via les données de la littérature. Afin de prendre en compte les fluctuations de phase en fonction de la température et de la composition chimique de l'alliage, et d'éviter les interpolations successives lors de la procédure de calcul, une description polynomiale est introduite définissant $X_{\alpha_{eq}}$ en fonction de la température (figure 5.24) d'après le modèle de Castro et Séraphin [33] (équation 5.44):

$$X_{\alpha}^{eq}(T) = \sum_{i=0}^2 P_i \exp(P_{i+2} \cdot T) \quad (5.44)$$

Avec $P = [73, 59 \ 0, 0027011 \ - \ 73, 12 \ 0, 00270757]$, et T la température en $^{\circ}C$ et telle que $650^{\circ}C < T < T_{\beta}$. Afin de prendre en compte la variation de composition chimique, l'évolution de la température de transition de phase en fonction de la composition chimique est implémentée telle que (équation 5.45):

$$X_{\alpha}^{eq}(T) = \sum_{i=0}^2 P_i \exp\left(P_{i+2} \cdot [T + (996 + T_{\beta})]\right) \quad (5.45)$$

Avec T_{β} définit d'après l'équation 5.46 :

$$T_{\beta} = 882 + 21.1\%Al - 9.5\%Mo + 4.2\%Sn - 6.9\%Zr - 11.8\%V \\ - 12.1\%Cr - 15.4\%Fe + 23.3\%Si + 123\%O \quad (5.46)$$

5.4 Modèle microstructural

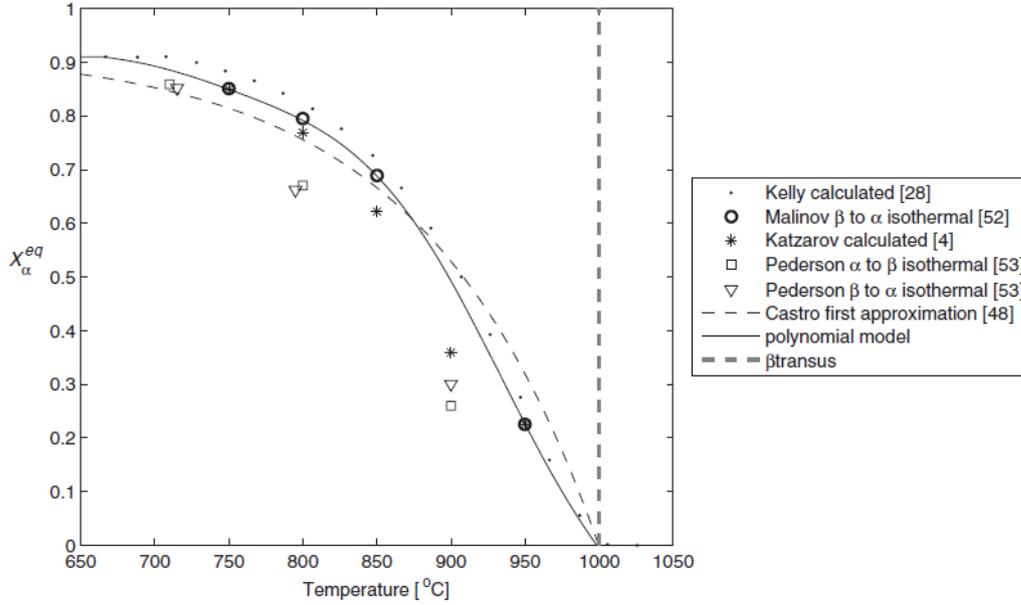


Figure 5.24 – Évolution de X_{α}^{eq} en fonction de la température d'après les données de la littérature [33]

En considérant que $X_{\alpha} = X_{gb} + X_w + X_m$, Murgau définit par la suite l'évolution de chaque phase.

5.4.2.2 Transformation diffusive de β en α

La transformation isotherme de type diffusive de β en α (α , α_{gb} , α_w) peut être modélisée par la modèle Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) tel que (équation 5.47):

$$X_i = 1 - e^{-kt^N} \quad (5.47)$$

Avec X la fraction de phase i , i représentatif des phases α_{gb} ou α_w , t le temps à partir duquel la transformation a débuté, N et k les constantes cinétiques. Dans cette configuration, le modèle JMAK est calibré afin que $X_i = 0\%$ à $t = 0s$. Une adaptation de la fraction de phase initiale est définie dans le modèle de Murgau tel que (équation 5.48):

$$X_{\alpha} = \left(1 - e^{-k_{\beta}\tau^{N_{\beta\alpha}}}\right) X_{\alpha}^{eq} X_{\beta}^0 \quad (5.48)$$

Avec X_{α} la fraction de phase α , $k_{\alpha\beta}$ et $N_{\alpha\beta}$ les constantes cinétiques de transformation α/β , X_{α}^{eq} la fraction de phase α à l'équilibre pour cette température, X_{β}^0 la fraction de phase β initiale pour ce pas de temps, et τ le temps relatif de transformation. Ce modèle est par la suite adapté via une formule générale explicite telle que pour un pas de temps Δt et tout entier n non nul (équation 5.49 et 5.50):

$${}^{n+1}X_\alpha = \Delta^n X_\alpha + {}^n X_\alpha \quad (5.49)$$

$${}^{n+1}X_\alpha = \left(1 - \exp[-k_{\beta\alpha} \cdot (t_c + \Delta t)^{N_{\beta\alpha}}]\right) ({}^{n+1}X_\alpha^{eq}) ({}^n X_\beta + {}^n X_\alpha) \quad (5.50)$$

Avec t_c le temps fictif nécessaire pour atteindre la concentration actuelle lors d'une transformation isotherme, tel que (équation 5.51):

$$t_c = \left[-\ln \left(1 - \frac{\frac{{}^n X_\alpha}{{}^{n+1} X_\alpha^{eq}}}{{}^n X_\beta + {}^n X_\alpha} \right) / k_{\beta\alpha} \right]^{1/N_{\beta\alpha}} \quad (5.51)$$

Les phases X_{gb} et X_w étant obtenues par dissolution de la phase β de manière diffusive, elles sont modélisées par le modèle JMAK. D'après l'équation générique 5.47, la composition de phase X_{gb} peut être définie par (équation 5.55):

$${}^{n+1}X_{\alpha gb} = \left(1 - \exp(-k_{gb}(t_c + \Delta t)^{N_{gb}})\right) \cdot ({}^n X_\beta + {}^n X_{\alpha gb} + {}^n X_{\alpha w}) \cdot ({}^{n+1}X_\alpha^{eq}) - {}^n X_{\alpha w} \quad (5.52)$$

Avec t_c le temps fictif correspondant tel que (équation 5.53):

$$t_c = \left[-\ln \left(1 - \frac{\frac{{}^n X_{\alpha w} + {}^n X_{\alpha gb}}{{}^{n+1} X_\alpha^{eq}}}{{}^n X_\beta + {}^n X_{\alpha w} + {}^n X_{\alpha gb}} \right) / k_{\alpha gb} \right]^{1/N_{\alpha gb}} \quad (5.53)$$

Les constantes cinétiques sont obtenues par analyse graphique des courbes TTT de la littérature d'après les expressions (équation 5.54):

$$N_{gb} = \log \left(\frac{\ln(1 - 0,01)}{\ln(1 - 0,95)} \right) / \log \left(\frac{t_{gb}^{1\%}}{t_{gb}^{95\%}} \right) \quad (5.54)$$

Ainsi, l'extraction de constantes cinétiques est effectuée en utilisant les temps de début et de fin de transformation définis par les courbes TTT (figure 5.25).

5.4 Modèle microstructural

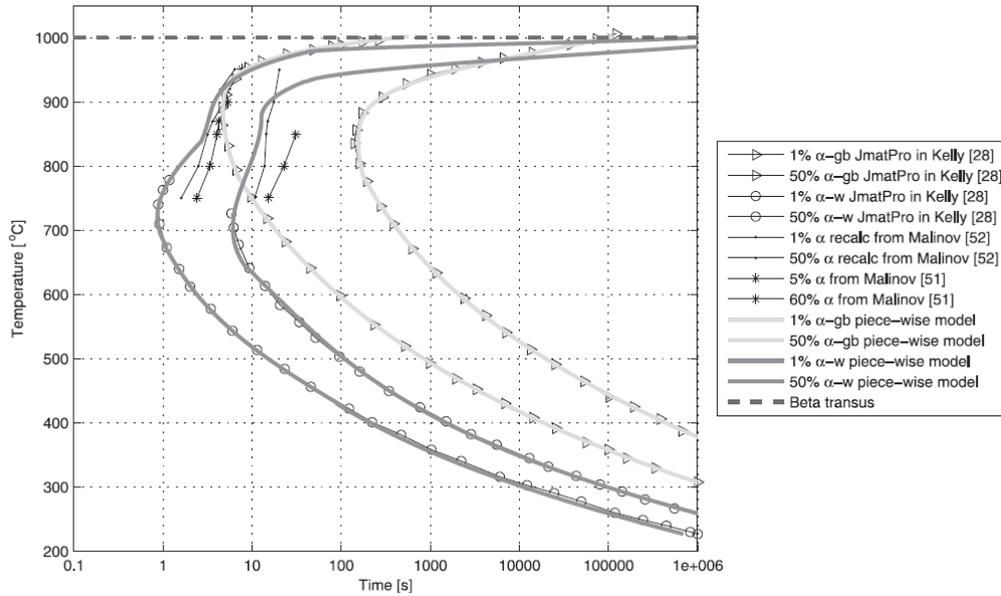


Figure 5.25 – Diagramme TTT du TA6V d'après la littérature [33]

De la même manière, la composition X_w est définie par (équation):

$${}^{n+1}X_{\alpha w} = \left(1 - \exp(-k_w(t_{cw} + \Delta t)^{N_w})\right) \cdot ({}^nX_{\beta} + {}^nX_{\alpha gb} + {}^nX_{\alpha w}) \cdot ({}^{n+1}X_{\alpha}^{eq}) - {}^nX_{\alpha gb} \quad (5.55)$$

Avec t_{cw} le temps fictif correspondant (équation 5.56):

$$t_{cw} = \left[-\ln \left(1 - \frac{{}^nX_{\alpha w} + {}^nX_{\alpha gb}}{{}^{n+1}X_{\alpha}^{eq}} \right) / k_{\alpha w} \right]^{1/N_{\alpha w}} \quad (5.56)$$

Les constantes cinétiques sont obtenues par analyse graphique des courbes TTT de la littérature d'après les expressions (équation 5.57-5.58):

$$N_{\alpha w} = \begin{cases} 1, 10 & , \text{pour } 0 < T < 850^{\circ}C \\ 0, 0012.T + 0, 08 & , \text{pour } 850 < T < 900^{\circ}C \\ 1, 13 & , \text{pour } 900 < T < 1900^{\circ}C \end{cases} \quad (5.57)$$

$$k_{\alpha w} = \begin{cases} 6, 00 & , \text{pour } 0 < T \leq 825^{\circ}C \\ 8, 835.\exp(-0, 02837.T) & , \text{pour } 825 \leq T < 950^{\circ}C \\ 0, 00394.T - 0, 742 & , \text{pour } 950 \leq T \leq 975^{\circ}C \\ -0, 004.T + 4 & , \text{pour } 975 < T < 1000^{\circ}C \\ 0 & , \text{pour } 1000^{\circ}C < T \end{cases} \quad (5.58)$$

5.4.2.3 Transformation martensitique

La transformation martensitique, considérée sans diffusion, est supposée indépendante de la vitesse de refroidissement pour une vitesse supérieure à $410^\circ C/s$, et totale. Cette dernière est modélisée via le modèle de Koistinen-Marburger (généralement appliqué pour les aciers) d'après l'équation 5.59:

$$X_{\alpha m} = X_{\beta} \left[1 - \exp\left(-k_m \cdot (T_{ms} - T)\right) \right] \quad (5.59)$$

Avec $k_m = 0,005 K^{-1}$ [AAz/36], et T_{ms} la température de transformation martensitique en $^\circ C$. Contrairement au modèle de base, nous définissons cette dernière par l'équation 5.60, et strictement supérieur à $923.15^\circ C$:

$$T_{ms} = 1156 + 15\%Al - 49\%Mo - 7\%Zr - 37\%V - 96\%Cr - 150\%Fe + 17\%Nb \quad (5.60)$$

La discrétisation de l'équation 5.59 donne alors (équation 5.62):

$${}^{n+1}X_{\alpha m} = {}^nX_{\alpha m} + \Delta X_{\alpha m} = \left(1 - e^{-b_{km}(T_{ms}-T)}\right) \left({}^nX_{\beta} + {}^nX_{\alpha m}\right) \quad (5.61)$$

Avec

$$b_{km} = \frac{-\log(0,01)}{T_{ms} - 650} \quad (5.62)$$

Pour une vitesse de refroidissement comprise entre 410 et $20^\circ C/s$, la transformation martensitique est considérée incomplète, et est graduellement remplacée par une transformation β/α . L'équation 5.63 devient alors :

$${}^{n+1}X_{\alpha m} = \left(1 - e^{-b_{km}(T_{ms}-T)}\right) \left({}^nX_{\beta} + {}^nX_{\alpha m} - X_{\beta}^{eq}\right) \quad (5.63)$$

5.4.2.4 Composition chimique initiale

La variation de composition chimique due à la mobilité des espèces n'étant pas modélisée, cette variation est imposée. Pour ce faire, la composition chimique post SLM du substrat est définie expérimentalement via les cartographies EDS obtenues dans la partie 4.2. Un moyennage des données quantifiées est effectué afin d'adapter la cartographie aux dimensions de la boîte de calcul du modèle thermique (figure 5.26). Une certaine perte de données n'est pas négligeable lors de cette étape, néanmoins, cette méthode demeure plus précise que l'utilisation d'un pas de $4\mu m$ lors des cartographies EDS. Une fois le redimensionnement effectué, les températures de transition α/β et de transformation martensitique sont calculées pour chaque pixel d'après les équations 5.46 et 5.60. Ces dernières sont alors implémentées dans l'expression de discrétisation des phases $X_{\alpha eq}$ et $X_{\alpha m}$.

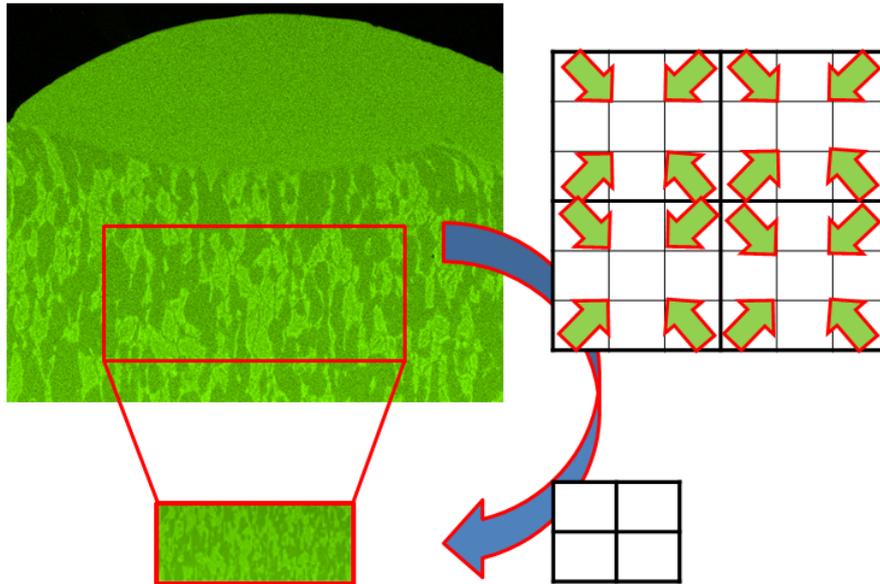


Figure 5.26 – Redimensionnement des données CSV quantifiant la cartographie EDS pour le vanadium dans l'alliage de TA6V utilisé

5.4.3 Résultats modélisés

Le modèle de prédiction de phase défini précédemment est directement couplé au modèle thermique. Avec Δt le pas de temps du modèle thermique, la convergence est conservée pour un pas de calcul allant jusqu'à $200\Delta t$. Par souci d'espace, nous n'avons pas pu tester la convergence du système pour un pas inférieur à $100\Delta t$. Pour tous les calculs, nous considérons une composition de phase initiale de $X_\alpha = 85\%$ et $X_\beta = 15\%$. Cette composition est moyennée sur l'intégralité de la matrice substrat.

5.4.3.1 Impact de la composition chimique

Dans un premier temps, il est possible de mettre en évidence l'influence de la composition chimique. Nous modélisons pour cela l'évolution de la composition de phase post-SLM pour un cordon unitaire obtenu via une puissance laser de $100W$, une densité énergétique de $15 J/mm^2$, un lit de poudre de hauteur $80 \mu m$ et de densité 55% .

La figure 5.27 modélise la composition de phase de l'alliage post-SLM pour des températures de transitions β et de transformation martensitique fixées à $T_\beta = 995^\circ C$ et $T_{ms} = 851^\circ C$. Ce qui revient à dire que nous négligeons l'hétérogénéité chimique initiale du substrat. L'évolution de la phase α met en évidence la formation de martensite dans le bain de fusion ainsi qu'une faible concentration en phase β . La zone thermiquement impactée par la température est définie par un liseré constitué majoritairement de martensite, d'une très faible quantité de phase $\alpha_{gb} + \alpha_w$ mélangée, et aucune trace de phase β . Enfin, la morphologie de ce liseré est elliptique et

uniquement définie par la température. Le modèle ne prenant pas en compte la dissolution des phases α , les zones n'ayant pas atteint la température de transition T_β conserve une composition moyenne de 85% de phase α nodulaire et 15% de phase β .

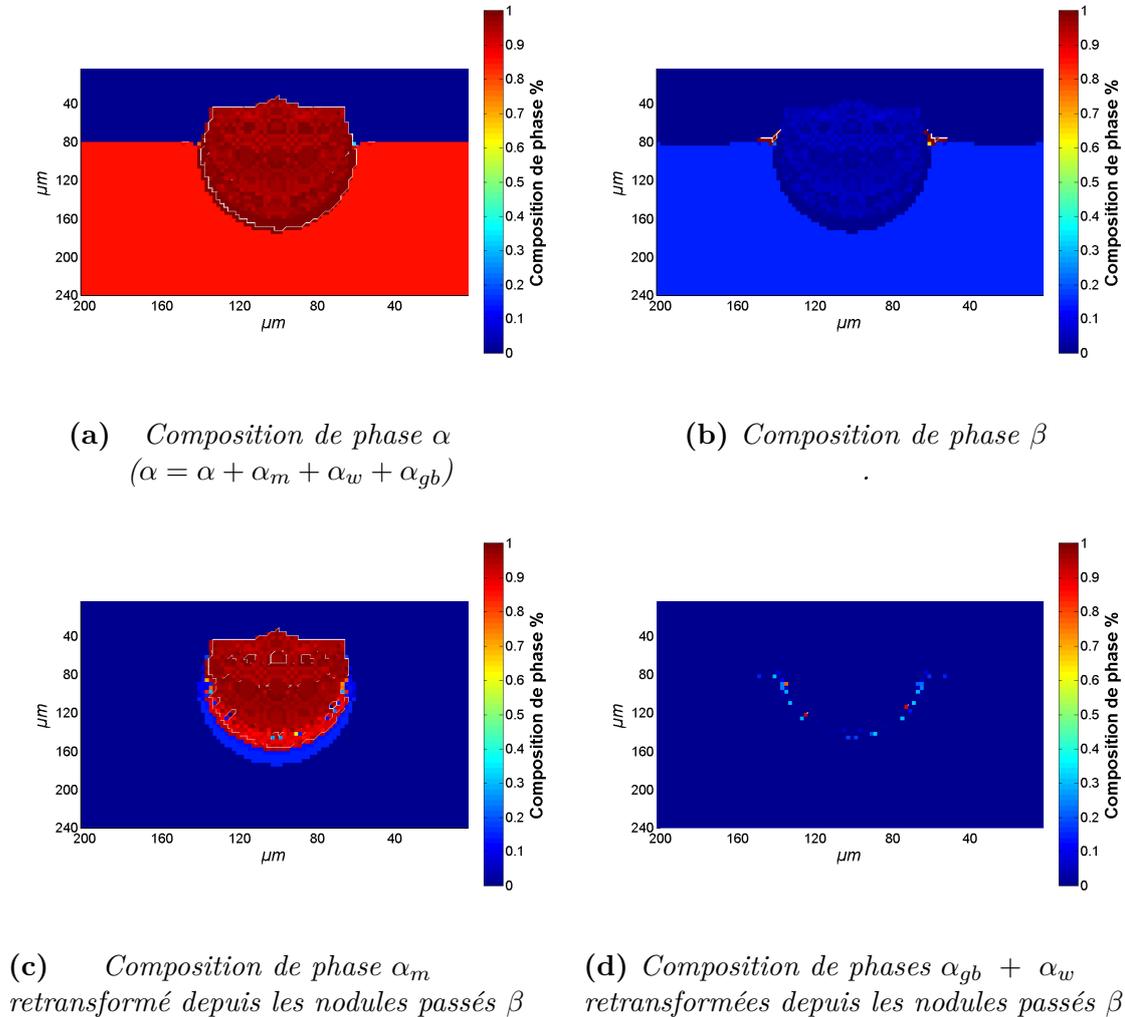


Figure 5.27 – Composition de phase finale sans variation chimique

La figure 5.28 modélise la composition de phase de l'alliage post-SLM pour une transformation martensitique fixée à $T_{ms} = 851^\circ C$ et une température de transition β définie par la composition chimique du substrat. Ce qui revient à considérer l'hétérogénéité chimique initiale uniquement dans le substrat. L'évolution de la phase α met en évidence la formation de martensite dans le bain de fusion ainsi qu'une concentration en phase β légèrement plus importante que précédemment. La zone thermiquement impactée par la température est définie par un liseré constitué de martensite, de phase α_{gb} et α_w mélangés. La morphologie n'est plus parfaitement elliptique et dérive des variations chimiques observables sur les cartographies EDS. Enfin, quelques zones fortement concentrées en phase β (comparativement à la composition initiale) émergent en périphérie du liseré.

5.4 Modèle microstructural

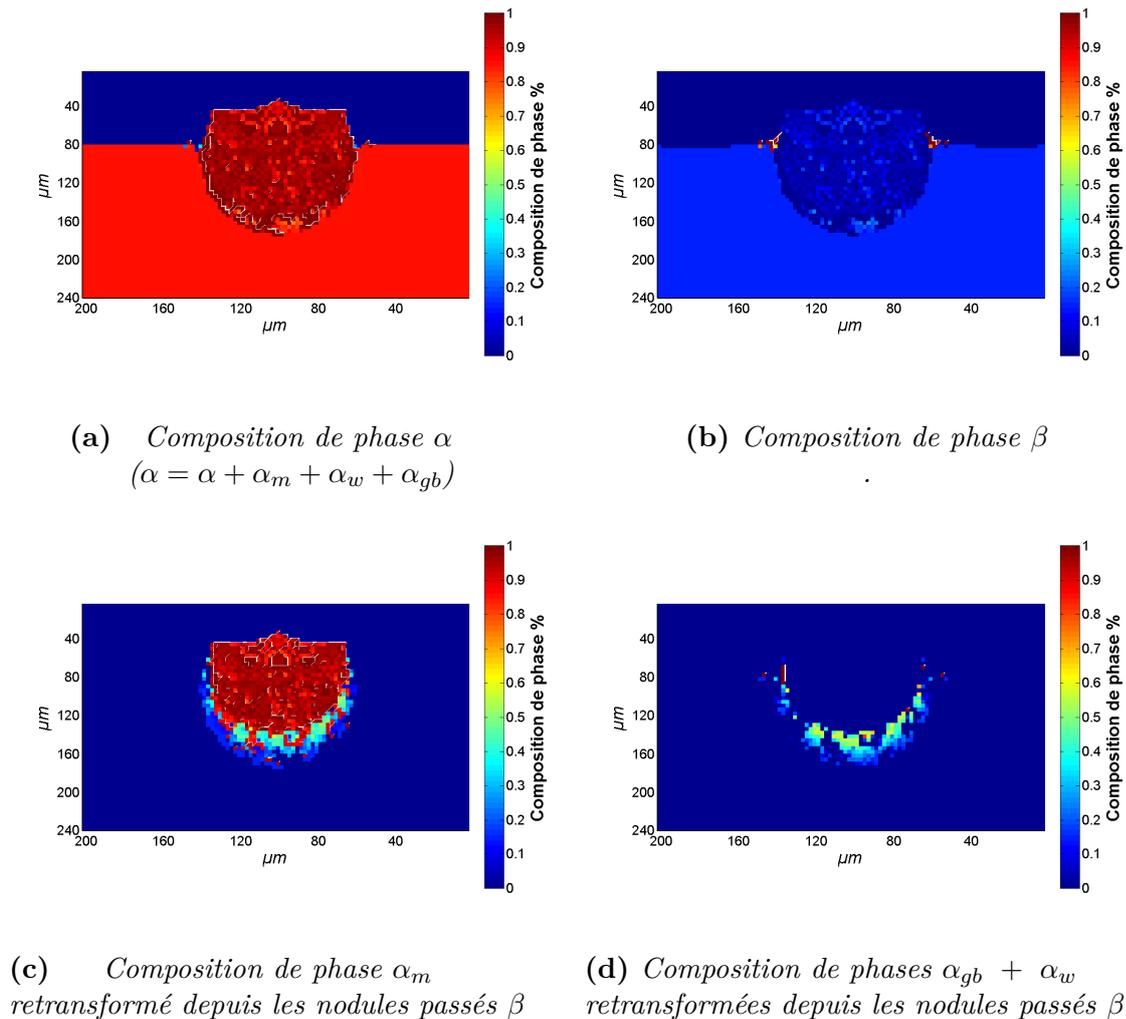


Figure 5.28 – *Composition de phase finale avec variation de T_β en fonction de la composition chimique*

La figure 5.29, modélise la composition de phase de l’alliage post-SLM pour des températures de transitions beta et de transformation martensitique définies par la composition chimique du substrat. L’évolution de la phase α met en évidence la formation de martensite majoritaire dans le bain de fusion ainsi que quelques zones de phase β . La zone thermiquement impactée par la température est d’autant plus concentrée en phase α_w et α_{gb} , que le modèle ne permet pas de différencier, au détriment de la phase martensitique. La morphologie de cette zone est d’autant plus proche de la cartographie initiale EDS et met en évidence des zones de phases mixtes $\alpha + \beta$.

L’évolution des compositions chimiques initiales du substrat est bien, d’après ce modèle, à l’origine des variations de phases observées dans la partie 4.2 (figure 5.30). En effet, les nodules α rémanents, ainsi que les variations du ratio lamelles α_w/β_t , sont dus à la variation des températures T_β et T_{ms} .

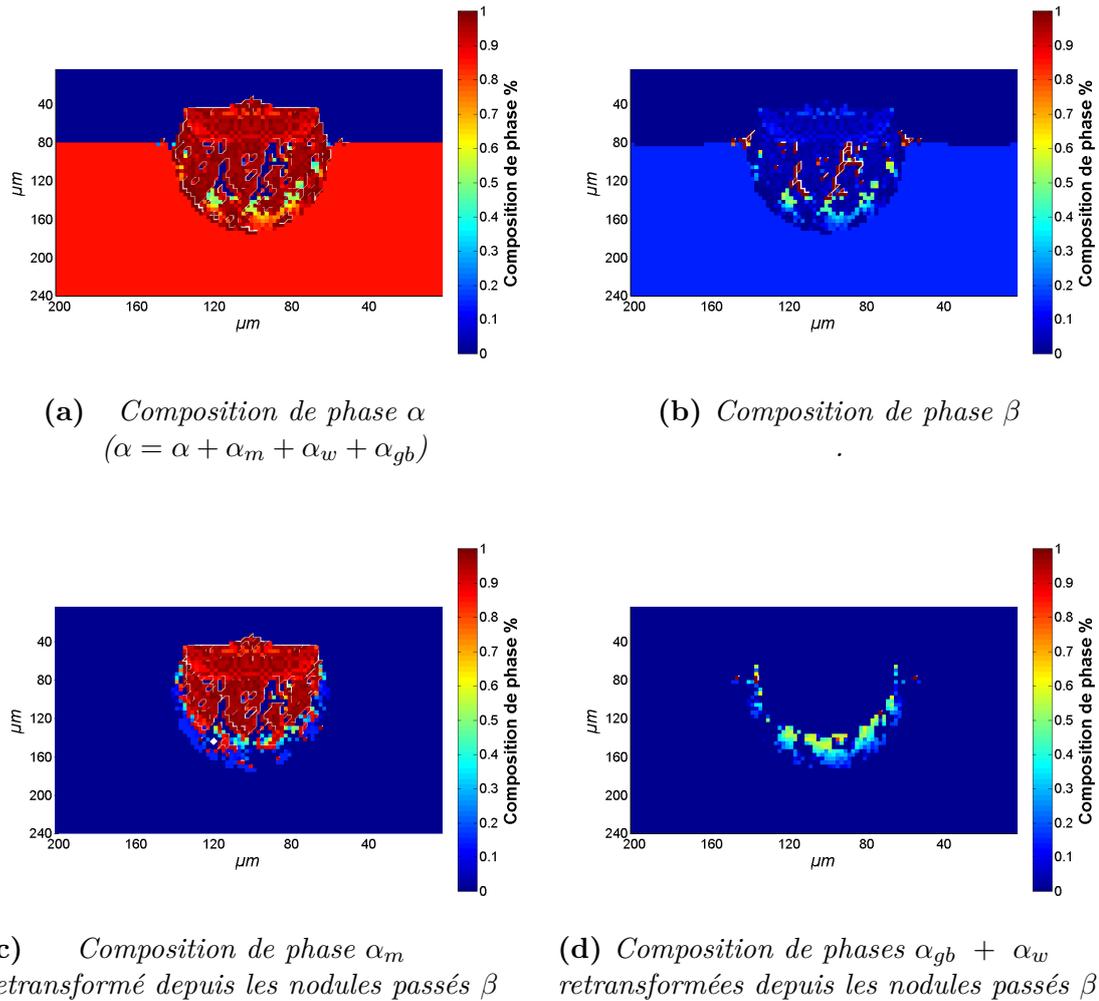


Figure 5.29 – *Composition de phase finale avec variation de T_β et T_{ms} en fonction de la composition chimique*

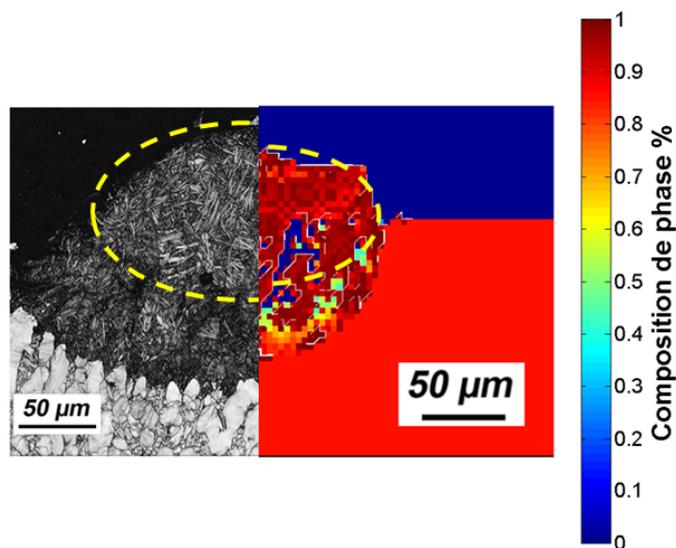


Figure 5.30 – *Évolution microstructurale d'un cordon unitaire obtenu pour une puissance de 100 W et une densité énergétique de 15 J/mm², modélisée Vs Micrographie EBSD en bande contraste*

5.4 Modèle microstructural

Si la composition de la zone thermiquement impactée est en parfaite concordance avec les analyses expérimentales (figure 5.30), la présence de phase β pure dans le bain de fusion solidifié n'a jamais été observée. La composition chimique imposée au modèle ne s'applique donc pas au bain de fusion, où une réhomogénéisation des éléments est effectué lors de la fusion.

5.4.3.2 Impact énergétique

Pour une densité énergétique fixée à 15 J/mm^2 , ainsi qu'une composition chimique identique, l'augmentation de la puissance laser induit une augmentation de la quantité de phase α_{gb} et α_w confondus, au détriment de la phase martensitique (figure 5.31). Le modèle ne tenant pas compte de la migration des espèces chimiques, nous pouvons en déduire qu'à composition chimique fixe, une plus grande puissance laser est plus propice à la formation de phase α_{gb} et α_w . Cependant, la formation de martensite est favorisée par une vitesse de refroidissement rapide, ce qu'induit également l'augmentation de puissance laser. Cette évolution microstructurale peut donc être dépendante de la taille du bain de fusion, plus que de la puissance laser elle-même. En effet, une plus large zone thermiquement affectée offre au système une inertie favorable à la formation des phases α_{gb} et α_w .

L'impact de la densité énergétique surfacique sur l'évolution de la composition de phase, schématisée figure 5.32, semble indiquer une meilleure homogénéisation de la phase martensitique avec l'augmentation de densité énergétique. Cette observation est cohérente avec l'augmentation de vitesse de refroidissement explicité partie 5.2. Outre les variations morphologiques, il reste difficile de définir une quelconque tendance.

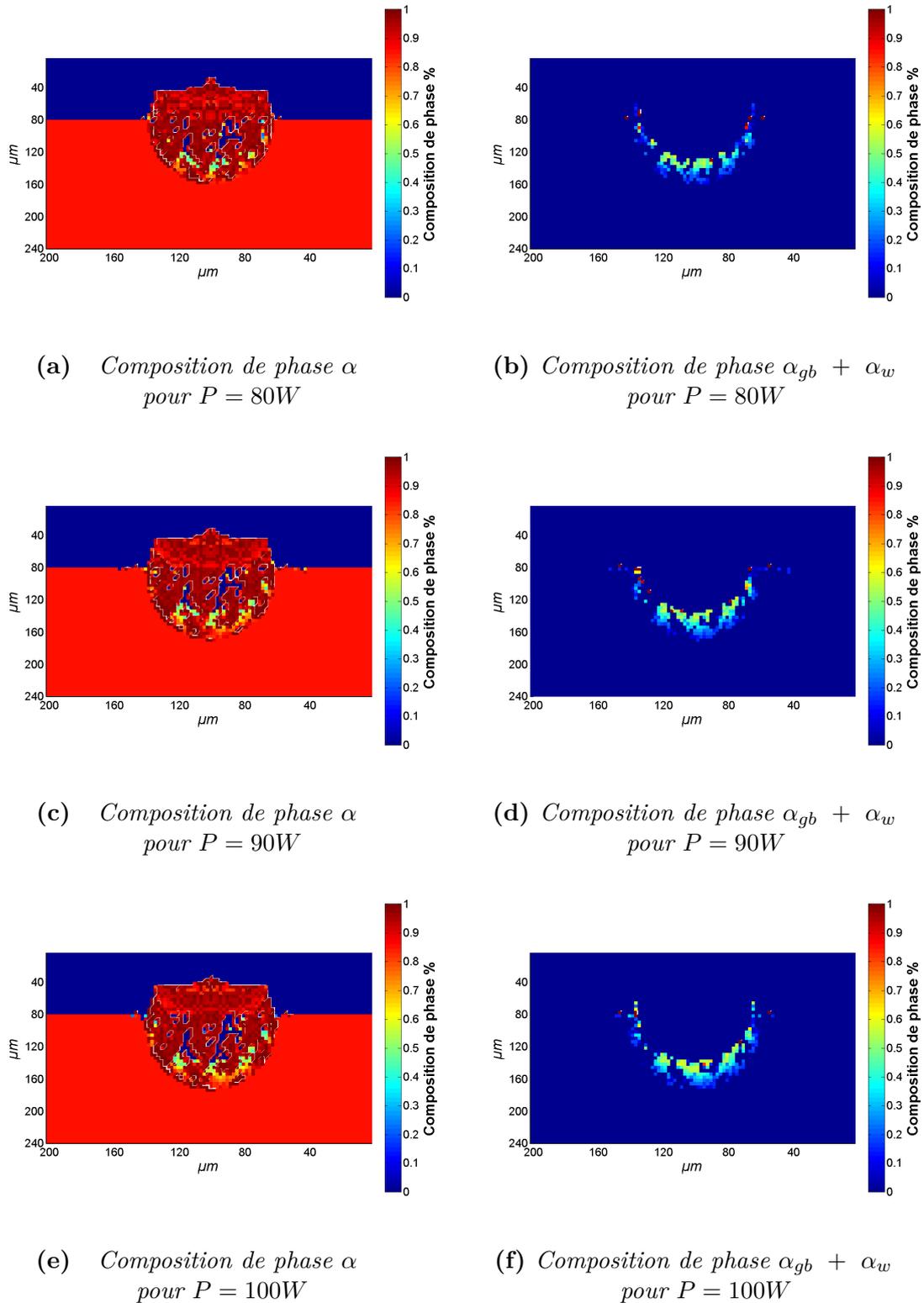
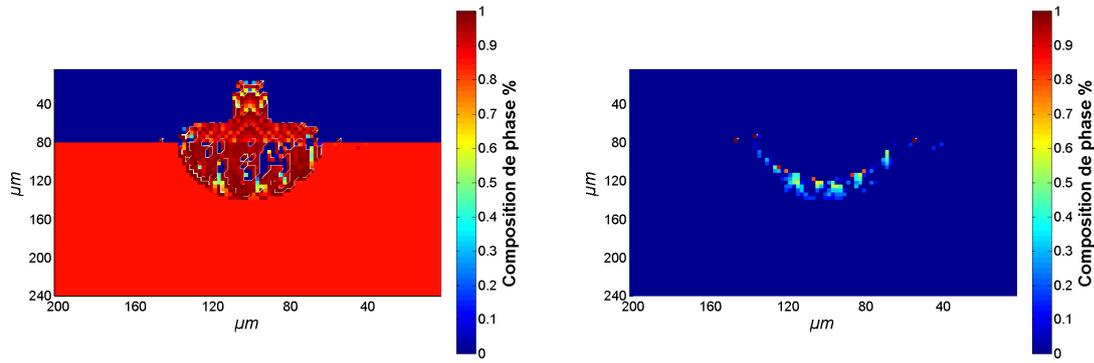


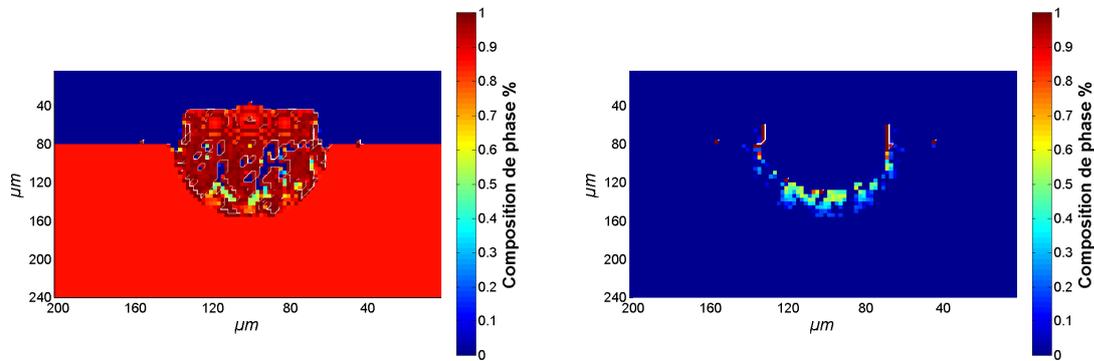
Figure 5.31 – *Composition de phase finale avec variation de T_β et T_{ms} en fonction de la composition chimique pour différentes puissances laser*

5.4 Modèle microstructural



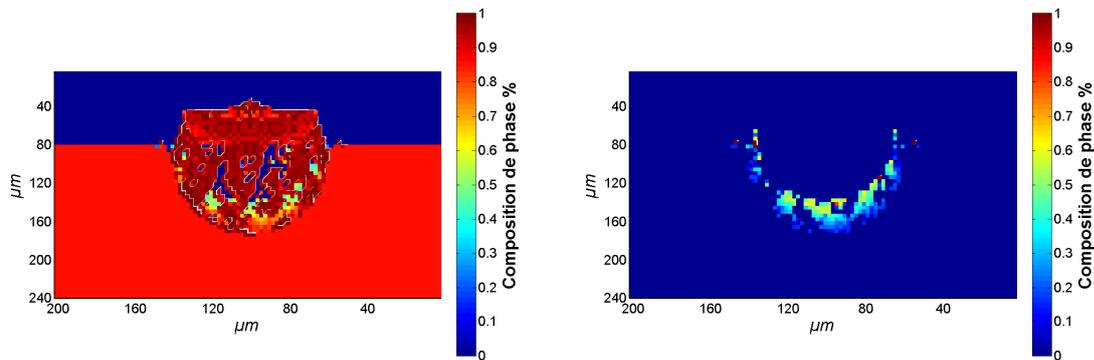
(a) Composition de phase α
pour $dEs=5 \text{ J/mm}^2$

(b) Composition de phase $\alpha_{gb} + \alpha_w$
pour $dEs=5 \text{ J/mm}^2$



(c) Composition de phase α
pour $dEs=10 \text{ J/mm}^2$

(d) Composition de phase $\alpha_{gb} + \alpha_w$
pour $dEs=10 \text{ J/mm}^2$

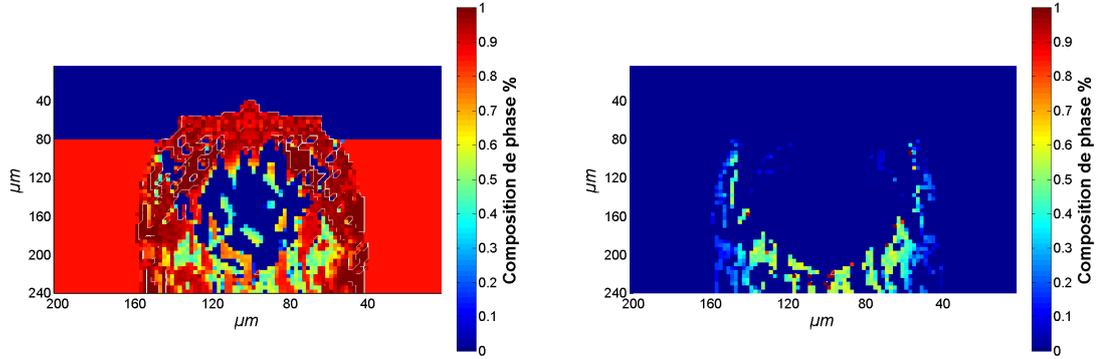


(e) Composition de phase α
pour $dEs=15 \text{ J/mm}^2$

(f) Composition de phase $\alpha_{gb} + \alpha_w$
pour $dEs=15 \text{ J/mm}^2$

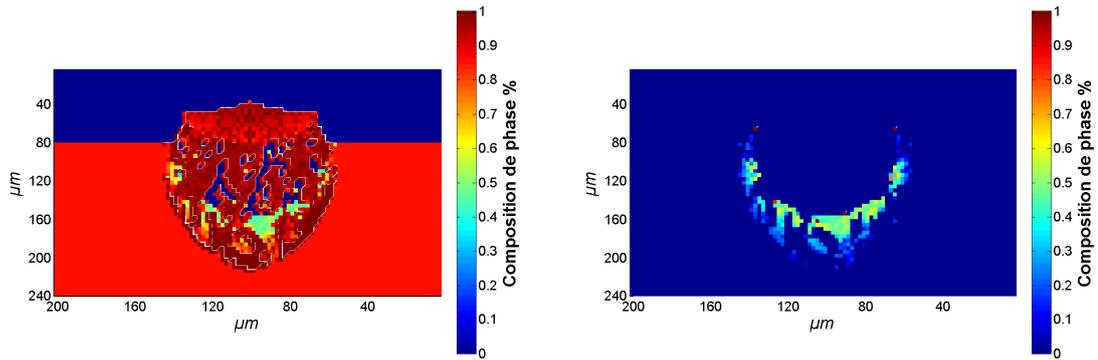
Figure 5.32 – Composition de phase finale avec variation de T_β et T_{ms} en fonction de la composition chimique pour différentes densités énergétiques surfaciques

5.4.3.3 Impact de la densité du lit de poudre



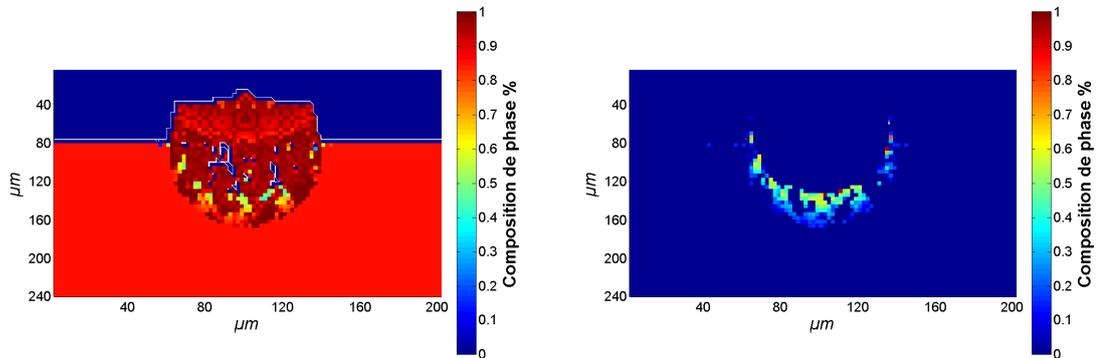
(a) Composition de phase α pour une densité relative de 0,4

(b) Composition de phase $\alpha_{gb} + \alpha_w$ pour une densité relative de 0,4



(c) Composition de phase α pour une densité relative de 0,5

(d) Composition de phase $\alpha_{gb} + \alpha_w$ pour une densité relative de 0,5



(e) Composition de phase α pour une densité relative de 0,6

(f) Composition de phase $\alpha_{gb} + \alpha_w$ pour une densité relative de 0,6

Figure 5.33 – Composition de phase finale avec variation de T_β et T_{ms} en fonction de la composition chimique pour différentes densités relatives de lit de poudre

5.5 Conclusion

Afin de mettre en évidence l'impact de la densité relative du lit de poudre sur l'évolution microstructurale, la densité laser modélisée est fixée à 100 W , la densité énergétique surfacique à 15 J/mm^2 , et la hauteur du lit de poudre à $80\text{ }\mu\text{m}$. La figure 5.33 présente la composition de phase finale définie par l'évolution thermique lors de l'édification d'un cordon unitaire, pour des densités relatives de lit de poudre comprises entre 40 et 60%. La variation de densité relative ne semble pas impacter la composition du bain de fusion de la partie externe au substrat. La partie fondue au sein du substrat présente une microstructure composée à la fois de martensite et de phase β pure. Ce résultat, incohérent avec les observations expérimentales est due à la composition chimique imposée au substrat. Cette tendance laisse supposer une possible modification de la microstructure post-SLM dans la mesure où une variation de composition chimique est obtenue au sein de l'alliage. En plus de l'évolution morphologique analysée dans la partie 5.3, la diminution de densité semble stabiliser le mécanisme diffusif, et donc les phases β , α_{gb} et α_w . Du point de vue du modèle, la diminution de densité relative du lit de poudre induit une augmentation de l'énergie thermique potentielle acheminée au sein du substrat. La surface impactée étant plus importante, les variations thermiques y sont plus lentes et moins favorables à la formation de martensite.

5.5 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons pu élaborer un modèle de prédiction des évolutions thermiques lors de l'édification de cordons unitaires dépendant des paramètres du procédé SLM, en se basant sur la définition radiative du flux d'énergie incident de Gusarov [100]. Ce modèle intègre également les échanges convectifs avec l'atmosphère de la zone de travail. En plus de la prise en compte de la vaporisation du matériau, ce modèle inclut le retrait du bain de fusion via un redimensionnement matriciel 2D. Les évolutions thermiques, taux en température, ainsi que les évolutions morphologiques ont pu être modélisés en fonction des paramètres du procédé SLM, et comparés avec les données expérimentales.

Nous avons pu observer deux mécanismes de fusion. Le premier, représentatif du démarrage du spot laser, débute dans la partie supérieure du lit de poudre. L'effet couplé du flux radiatif et du bain de fusion va permettre la fusion du lit de poudre sur lequel il repose. Le second mécanisme est observé une fois le régime permanent atteint. La fusion du lit de poudre est initiée par un apport énergétique de la part du bain de fusion, au niveau des couches inférieures. Puis, un second apport énergétique opéré directement par le laser vient compléter la fusion des couches supérieures.

Comme supposé dans la partie expérimentale, le cœur du cordon est sujet à un refroidissement plus lent, expliquant la croissance des aiguilles α . Si une augmentation de la densité énergétique induit l'obtention de températures plus importantes, l'augmentation de la densité relative du lit de poudre a l'effet inverse. Enfin, les évolutions morphologiques modélisées sont cohérentes, bien que sous estimées, avec les données expérimentales.

Conjointement au modèle thermique, le modèle de prédiction microstructurale de Murgau [106] a pu être appliqué en intégrant les variations de températures précédemment définies, en fonction des paramètres du procédé SLM. La prise en compte de l'hétérogénéité chimique du substrat a permis de modéliser les évolutions microstructurales observées dans la zone thermiquement impactée. En effet, les variations des températures T_β et T_{ms} dues aux compositions chimiques locales, expliquent la rémanence de nodules α ainsi que la formation plus ou moins importante de lamelles α de type Widmanstätten au sein d'une matrice β_t .

Conclusions et Perspectives

Cette thèse à une approche générale du procédé SLM appliqué au titane, en se limitant à la construction linéaire. Dans le chapitre 2, un protocole de conception de lit de poudre a été mis en place afin d'optimiser la pertinence des paramètres étudiés. Un panel de lit de poudre a pu ainsi être obtenu de manière stabilisée via les différentes cinétiques du rouleau d'application. L'utilisation d'un porte substrat amovible ajusté au piston de fabrication de la machine Phénix PM100, a permis une analyse non destructive des échantillons. Ces derniers sont ainsi directement réutilisables pour l'édification de cordons unitaires, en ajustant les paramètres laser. Enfin l'analyse morphologique et microstructurale desdits cordons a été réalisée en couplant les méthodes de caractérisations optiques, électroniques et EBSD.

Les principaux résultats concernant la mise en couche sont :

Le procédé de dépôt de poudre par simple racle, très rapide d'un point de vue industriel, offre à son utilisateur la possibilité de concevoir des lits de poudre de faibles répétabilités avec un écart moyen entre les épaisseurs souhaitées et les épaisseurs expérimentales obtenues de près de 20%. De même, l'emploi d'une vitesse de rotation trop forte tend à arracher la poudre par un phénomène de ratissage qui semble être amoindri pour une vitesse de 40 *mm/s*. L'application de mouvements rotatifs propre au rouleau d'étalement lors de la mise en couche met en jeu différents mécanismes de compaction. Si une rotation inverse (ou négative) au sens de translation du rouleau entraîne une fluidification du front de poudre, et la formation de lit de poudre plan, homogène et de faible densité relative, une rotation positive applique une compaction locale au lit de poudre, augmentant ainsi la densité relative, et provoquant des macles de poudre si le lit n'est pas plan et homogène. La conception d'un lit de poudre optimisé par le mécanisme de rotation inverse, suivi de compactations successives, permet d'obtenir un panel de lit de poudre d'épaisseurs contrôlées ($\pm 4\mu m$), et dont la densité relative varie de 0,4 à 0,8 selon le taux de compaction.

La modélisation du procédé de compaction se basant sur les travaux de Katashinski et Shtern a pu efficacement être adaptée au procédé SLM. La considé-

ration d'un angle neutre au niveau de l'entrefer permet une simplification du modèle en accord avec le mécanisme de rotation positive du rouleau. La convergence du système a été vérifiée, et les données modélisées mettent en évidence trois mécanismes de compaction distinctifs selon le taux de compaction imposé au système. Pour de faibles taux de compaction ($23\% < \eta < 33\%$), l'application d'une pression au système poudre provoque la mise en tension de la poudre via les contraintes longitudinales. Pour un taux de compaction compris entre 33% et 56%, une augmentation du taux de compaction dans cette intervalle tend à diminuer les contraintes longitudinales, jusqu'à leur annulation, par réaction des tranches de poudre adjacentes. Un seuil de densité relative est alors atteint. Passé ce seuil, une augmentation du taux de compaction ($\eta > 56\%$) sollicite la poudre en compression longitudinale, les contraintes sont alors négatives. L'augmentation de la densité relative n'est possible que par réarrangement des particules. L'évolution des densités relatives modélisées dépend également du coefficient de friction μ_r . Par identification avec les données expérimentales, un coefficient de 0,311 est attribué au système, correspondant parfaitement avec la valeur de 0,3 généralement utilisé en littérature. Après calibration, le modèle prédit des résultats sensiblement proches des données expérimentales. Par la suite, un modèle mathématique représentatif du lit de poudre est appliqué à la densité relative modélisée. A travers la détermination des positions acceptables sans recouvrement des particules, dépendant de la granulométrie initiale et de la densité relative finale, les propriétés (coefficient d'extinction notamment) locales du lit de poudre (à l'échelle du laser) sont ainsi caractérisées, et permettront de définir l'impact du lit de poudre sur le mécanisme de fusion.

les principaux résultats concernant la fusion laser sont :

L'évolution morphologique des cordons unitaires a été quantifiée dans un premier temps. Les paramètres de conceptions de cordons pour lesquels les cordons seront des capillaires continus avec un faible taux d'aspérités ont été identifiés. De manière générale, pour une densité énergétique fixée, l'augmentation de puissance laser engendre des cordons plus larges, plus hauts et plus profonds. En revanche, pour une puissance fixée et une densité énergétique croissante, la hauteur du bain de fusion augmente avant d'atteindre un optimum pour une densité énergétique de l'ordre de 13 à 15 J/mm^2 , pour diminuer par la suite. Le bain de fusion s'affaisse, la largeur et la profondeur de ce dernier augmentent au détriment de sa hauteur. Enfin, la zone thermiquement impactée croît proportionnellement à la puissance et à la densité énergétique.

Dans un second temps, il a été mis en évidence que l'épaisseur du lit de poudre n'influe que sur la hauteur du bain de fusion, et son évolution est cohérente avec

Conclusions et Perspectives

les évolutions morphologiques observées. Une augmentation de la densité relative du lit de poudre, quant à elle, provoque principalement une augmentation de la profondeur du bain de fusion. Une amélioration de la conductivité thermique en serait la raison. De plus, l'augmentation du bain de fusion induit par l'évolution de densité relative du lit de poudre, agirait comme un puits thermique diminuant par là même les dimensions de la zone thermiquement affectée.

L'évolution microstructurale des cordons unitaires est en outre plus complexifiée. En effet, la zone thermiquement affectée exhibe une microstructure de type Widmanstätten, dont les lamelles α sont contenues dans une matrice β_t . De plus, l'inhomogénéité chimique du substrat fait localement varier les températures de transitions T_β et T_{ms} . Ces fluctuations engendrent alors la rémanence d'anciens nodules α , et modifie le ratio α_w/β_t . L'utilisation d'un substrat forgé a permis de marquer par la microstructure les évolutions thermiques subies sous le cordon lasé. Dans un second temps, l'analyse du bain de fusion, de type martensitique au vu des fortes vitesses de refroidissement, a mis en évidence la présence d'un gradient de température, attesté par une taille de lamelles alpha croissante à mesure que l'on se rapproche du centre du bain. Il a été montré que l'augmentation de la densité énergétique tend à augmenter les longueurs et surfaces des lamelles α indépendamment de leur position dans le bain de fusion, attestant donc d'un refroidissement plus lent, dû à une vitesse de balayage ralentie. De même, l'augmentation de densité énergétique provoque une croissance des lamelles α . Un apport de matière engendrant la formation d'un puits thermique, serait cette fois-ci, à l'origine de la diminution de la vitesse de refroidissement.

La reconstruction des anciens grains bêta a permis la quantification de l'impact des densités énergétique et relative sur l'évolution microstructurale à haute température. Ainsi, de même que pour les lamelles α , une augmentation de densité énergétique permet une croissance plus importante des grains β . Cette évolution est d'autant plus marquée que l'on se rapproche du cœur du cordon. La vitesse de refroidissement à haute température est donc également favorisée en périphérie du cordon et pour de fortes vitesses de balayage. En revanche, l'augmentation de la densité relative du lit de poudre s'est avérée induire une diminution de la taille des grains β . Autrement dit, une forte densité relative de lit de poudre provoquerait une trempe plus énergétique dans le domaine β .

La modélisation thermique de l'édification d'un cordon unitaire souligne des incohérences physiques au niveau des températures atteintes pour de faibles vitesses de balayage laser avec des températures maximales de l'ordre de $1,6 \cdot 10^4$ K. Néanmoins,

les vitesses de refroidissement (10^6 K/s) ainsi que les évolutions morphologiques sont en très bon accord avec les résultats expérimentaux et font échos aux évolutions analysées dans le chapitre 4. Le gradient thermique modélisé montre bien une température plus élevée et un refroidissement plus lent à mesure que l'on se rapproche du centre du cordon. Le redimensionnement du cordon ainsi que la considération des effets du gaz dans la chambre de fabrication ont permis une stabilisation du calcul. Cependant, la simplification du modèle thermomécanique Euler-Lagrange peut être critiquée. De même, la discrétisation du balayage laser est source d'artefacts dont l'impact sur le mécanisme de diffusion de la chaleur n'a pas été quantifié. Nous pouvons noter que malgré une surévaluation de la température, les tailles caractéristiques des cordons modélisés restent inférieures aux données expérimentales. La méconnaissance des mécanismes de propagation de la chaleur à haute température et hors équilibre est donc encore trop peu maîtrisée.

La modélisation microstructurale des cordons couplée au modèle thermique a permis de confirmer que la provenance de nodules alpha dans la zone thermiquement impactée, ainsi que les variations locales du ratio lamelles α_w /matrice β_t sont bien dues à la variation de composition chimique locale, en influant sur les températures de transition de phases. Les variations microstructurales modélisées au sein du bain de fusion, également dues à l'hérédité chimique du substrat doivent être corrigées lors de la fusion du matériau, en considérant une homogénéisation chimique totale. L'utilisation d'un pas spatial plus petit serait un plus, mais difficilement adaptable aux résultats thermiques modélisés.

Perspectives

Ces perspectives se situent à différentes échelles, et à différents niveaux du procédé de mise en forme, de lasage et de construction 1D/2D/3D.

Le développement des rouleaux d'applications au sein des machines PhenixTM montre un intérêt grandissant d'un point de vue industriel pour l'optimisation de la mise en couche. Si le processus de mise en couche par compaction successif peut paraître attractif, la multiplication du temps de passe demeure un verrou pour les applications industrielles. Il serait envisageable d'intégrer au système un lit de poudre, conditionné ex situ, amovible et de caractéristiques présélectionnées. La confection de barbotines déliantées, ajustables et amovibles pourrait être une solution proposée.

La modélisation du procédé de compaction, quant à lui, se heurte à la difficulté de quantification des pertes de poudre. Ainsi, si une calibration a été suffisante à la bonne adaptabilité du modèle à notre cas d'étude, l'adaptabilité de ce modèle à d'autres machines Phénix ou à un autre rouleau reste en suspens. La calibration du modèle pourrait être améliorée par la détermination expérimentale des coefficients de

Conclusions et Perspectives

friction, et la quantification de la pression appliquée directement au lit de poudre. Le modèle pourrait ainsi être adapté en temps réel afin de corriger les zones de surpressions locales et donc de palier aux défauts de mise en couche.

La modélisation du lit de poudre par un modèle mathématique s'avère être très efficace afin de déterminer les propriétés intrinsèques du lit, une fois couplé à la modélisation de mise en couche. Cependant la difficulté à définir les bords du lit de poudre peut engendrer des fluctuations, notamment sur la densité du lit de poudre, de résultats qu'il conviendrait de stabiliser.

L'évolution morphologique de simples cordons est un élément négligé lors de l'édification d'une surface 2D. Ces évolutions permettent, en effet, une optimisation de l'état de surface. Pour une construction 3D, l'utilisation des résultats 1D serait un plus pour pallier la formation de porosités, tout en conservant une mise en couche facilitée. Bien que la morphologie des cordons soit moins sensible aux variations de densité relative du lit de poudre, comparativement aux variations de densité énergétique, il a été prouvé que son impact sur le mécanisme de fusion reste un paramètre trop peu utilisé. D'un point de vue microstructural, la maîtrise des tailles des anciens grains β et des lamelles α doit être étendue à la construction 2D et multicouche, qui complexifie les histoires thermiques vues par le matériau.

La modélisation thermique et microstructurale des cordons souffre d'un manque non discutable de données dans les conditions de lasage (hors équilibre), et le temps de calcul est beaucoup trop long pour envisager une application à grande échelle. Bien que la variation chimique locale ait été prise en compte, et le principe d'additivité appliqué, un paramètre cinétique pourrait être envisagé. Tout de même, l'application de ces modèles pourrait de manière rétroactive aider à l'optimisation de la microstructure dans les couches inférieures. Il est également envisageable d'y ajouter une prédiction des tailles de grains (ou lamelles), ainsi qu'une évaluation des contraintes résiduelles engendrées, au vu d'un modèle mécanique thermoplastique. Enfin, l'application de ces modèles à une petite surface 2D, via la superposition de quelques cordons, bien que chronophage, pourrait avoir des applications concrètes plus pertinentes.

Bibliographie

- [1] T. C. HALES : A proof of the kepler conjecture. *Annals of mathematics*, 162(3):1065–1185, 2005.
- [2] B. CHAMPIN et B. GELAS : Traitements thermiques des alliages de titane. *Techniques de l'ingénieur*, p. 1335, 1984.
- [3] M. J. DONACHIE : *Titanium: a technical guide*. ASM international, 2000.
- [4] M. PETERS, J. HEMPTENMACHER, J. KUMPFERT et C. LEYENS : *Structure and Properties of Titanium and Titanium Alloys*, pp. 1–36. Wiley-VCH Verlag GmbH and Co. KGaA, 2005.
- [5] Y. COMBRES : Propriétés du titane et de ses alliages. *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques*, (M557):M557–1, 1999.
- [6] W. BURGERS : On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium. *Physica*, 1(7-12):561–586, 1934.
- [7] D. EYLON, J. R. NEWMAN et J. THORNE : Titanium and titanium alloy castings. *ASM International, Metals Handbook, Tenth Edition.*, 2:634–646, 1990.
- [8] G. WELSCH, R. BOYER et E. COLLINGS : *Materials properties handbook: titanium alloys*. ASM international, 1993.
- [9] N. GEY et M. HUMBERT : Characterization of the variant selection occurring during the $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ phase transformations of a cold rolled titanium sheet. *Acta materialia*, 50(2):277–287, 2002.
- [10] D. BHATTACHARYYA, G. VISWANATHAN, R. DENKENBERGER, D. FURRER et H. L. FRASER : The role of crystallographic and geometrical relationships between α and β phases in an α/β titanium alloy. *Acta materialia*, 51(16):4679–4691, 2003.
- [11] M. HUMBERT, H. MOUSTAHDID, F. WAGNER et M. PHILIPPE : Evaluation of the high temperature texture of the β phase of a ta6v sample from the individual orientations of grains of the low temperature α phase. *Scripta metallurgica et materialia*, 30(3):377–382, 1994.

-
- [12] H. MOUSTAHFID, N. GEY, M. HUMBERT et M. PHILIPPE : Study of the β - α phase transformations of a ti-64 sheet induced from a high-temperature β state and a high-temperature $\alpha + \beta$ state. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 28(1):51–61, 1997.
- [13] N. GEY et M. HUMBERT : Specific analysis of ebsd data to study the texture inheritance due to the $\beta \rightarrow \alpha$ phase transformation. *Journal of materials science*, 38(6):1289–1294, 2003.
- [14] H. RANC, C. SERVAIS, P.-F. CHAUVY, S. DEBAUD et S. MISCHLER : Effect of surface structure on frictional behaviour of a tongue/palate tribological system. *Tribology International*, 39(12):1518–1526, 2006.
- [15] P. LAHEURTE, W. ELMAY, F. PRIMA et T. GLORANT : Titane et alliages des matériaux de choix pour les applications médicales. *Techniques de l'ingénieur Métaux et alliages, matériaux magnétiques et multimatériaux*, base documentaire : TIB357DUO.(ref. article : m4781), 2017.
- [16] R. TRICOT : Thermomechanical processing of titanium alloys. *Dans Sixth World Conference on Titanium. I*, pp. 23–35, 1988.
- [17] S. NEELAKANTAN, P. Rivera-Díaz-del CASTILLO et S. van der ZWAAG : Prediction of the martensite start temperature for β titanium alloys as a function of composition. *Scripta Materialia*, 60(8):611–614, 2009.
- [18] G. LÜTJERING : Influence of processing on microstructure and mechanical properties of ($\alpha + \beta$) titanium alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 243(1):32–45, 1998.
- [19] T. SAKAI et M. FINE : Plastic deformation of ti-al single crystals in prismatic slip. *Acta Metallurgica*, 22(11):1359–1372, 1974.
- [20] G. GRAY, G. LUETJERING et J. WILLIAMS : The influence of oxygen on the structure, fracture, and fatigue crack propagation behavior of ti-8.6 wt pct al. *Metallurgical Transactions A*, 21(1):95–105, 1990.
- [21] X. FEAUGAS et E. CONFORTO : Influence de l'hydrogène sur les mécanismes de déformation et d'endommagement des alliages de titane et de zirconium. *Plas-tOx 2007-Mécanismes et Mécanique des Interactions Plasticité-Environnement 2007*, pp. 161–178, 2009.
- [22] A. GAVART : Forgeage et matricage des pièces en titane et en alliages de titane. *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques*, (M690):M690–1, 1988.
- [23] I. KATZAROV, S. MALINOV et W. SHA : Finite element modeling of the morphology of $\beta + \alpha$ phase transformation in *ti - 6al - 4v* alloy. *Metallurgical and materials transactions A*, 33(4):1027–1040, 2002.
- [24] E. COLLINGS, G. WELSCH et R. BOYER : Materials properties handbook: titanium alloys. *ASM International*, 1, 1994.

Bibliographie

- [25] C. BEAUVAIS, B. HOCHÉID, F. QUEMPEL et M. RAPIN : Study of the transformation kinetics of titanium alloy *ta6v6e2* under isothermal conditions (transformation kinetics of ti alloy under isothermal conditions in solution treatment as function of temperature). 1970.
- [26] G. LÜTJERING et J. C. WILLIAMS : *Titanium*, vol. 2. Springer, 2003.
- [27] T. AHMED et H. RACK : Phase transformations during cooling in $\alpha + \beta$ titanium alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 243(1):206–211, 1998.
- [28] R. CASTRO et L. SERAPHIN : Contribution à l'étude métallographique et structurale de l'alliage de titane ta6v. *Mémoires scientifiques revue de la métallurgie*, 12:1025–1058, 1966.
- [29] S. DENIS, D. FARIAS et A. SIMON : Mathematical model coupling phase transformations and temperature evolutions in steels. *ISIJ international*, 32(3):316–325, 1992.
- [30] Ø. GRONG et H. SHERCLIFF : Microstructural modelling in metals processing. *Progress in Materials Science*, 47(2):163–282, 2002.
- [31] S. MALINOV, Z. GUO, W. SHA et A. WILSON : Differential scanning calorimetry study and computer modeling of $\beta \rightarrow \alpha$ phase transformation in a *ti – 6al – 4v* alloy. *Metallurgical and materials transactions A*, 32(4):879–887, 2001.
- [32] S. MALINOV, P. MARKOVSKY, W. SHA et Z. GUO : Resistivity study and computer modelling of the isothermal transformation kinetics of *ti – 6al – 4v* and *ti – 6a – 2sn – 4zr – 2mo – 0.08 – si* alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 314(1):181–192, 2001.
- [33] C. C. MURGAU, R. PEDERSON et L.-E. LINDGREN : A model for *ti–6al–4v* microstructure evolution for arbitrary temperature changes. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 20(5):055006, 2012.
- [34] P. N. BANU et S. D. RANI : Beta transus prediction of titanium alloys through integration of artificial neural network and multifactor dimensionality reduction analyses. *Materials Discovery*, 2:16–23, 2015.
- [35] Z. GUO, S. MALINOV et W. SHA : Modelling beta transus temperature of titanium alloys using artificial neural network. *Computational materials science*, 32(1):1–12, 2005.
- [36] R. BOYER : Titanium for aerospace: rationale and applications. *Advanced Performance Materials*, 2(4):349–368, 1995.
- [37] R. BOYER : An overview on the use of titanium in the aerospace industry. *Materials Science and Engineering: A*, 213(1-2):103–114, 1996.

-
- [38] I. YADROITSEV, P. KRAKHALEV et I. YADROITSAVA : Selective laser melting of ti6al4v alloy for biomedical applications: Temperature monitoring and microstructural evolution. *Journal of Alloys and Compounds*, 583:404–409, 2014.
- [39] P. CIRAUD : *Verfahren und vorrichtung zur herstellung beliebiger gegensaetende aus beliebigem schmelzbarem material Method and device for making any belongings from any fusible material*, btitle, 1973. DE Patent App. DE19,722,263,777.
- [40] E. C. SANTOS, M. SHIOMI, K. OSAKADA et T. LAOUI : Rapid manufacturing of metal components by laser forming. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 46(12):1459–1468, 2006.
- [41] C. HULL : *Apparatus for production of three-dimensional objects by stereolithography*, btitle, 1986. US Patent 4,575,330.
- [42] C. DECKARD : *Method and apparatus for producing parts by selective sintering*, btitle, 1989. US Patent 4,863,538.
- [43] W. MEINERS, K. WISSENBACH et A. GASSER : *Selective laser sintering at melting temperature*, btitle, 2001. US Patent 6,215,093.
- [44] G. N. LEVY : The role and future of the laser technology in the additive manufacturing environment. *Physics Procedia*, 5:65–80, 2010.
- [45] T. WOHLERS : Wohlers report 2010: An in-depth global study on the advances in additive manufacturing technologies and applications. *Annual Worldwide Progress Report, Wohlers Associates*, 2010.
- [46] J.-P. KRUTH, G. LEVY, F. KLOCKE et T. CHILDS : Consolidation phenomena in laser and powder-bed based layered manufacturing. *CIRP Annals-Manufacturing Technology*, 56(2):730–759, 2007.
- [47] J.-P. KRUTH, P. MERCELIS, J. VAN VAERENBERGH, L. FROYEN et M. ROMBOUTS : Binding mechanisms in selective laser sintering and selective laser melting. *Rapid prototyping journal*, 11(1):26–36, 2005.
- [48] E. BRANDL, U. HECKENBERGER, V. HOLZINGER et D. BUCHBINDER : Additive manufactured alsil0mg samples using selective laser melting (slm): Microstructure, high cycle fatigue, and fracture behavior. *Materials & Design*, 34:159–169, 2012.
- [49] T. CAFFREY : Wohlers report 2015. *Wohlers Associates, 2015. ISBN: 978-0-9913332-1*, 9, 2015.
- [50] A. SIMCHI : Direct laser sintering of metal powders: Mechanism, kinetics and microstructural features. *Materials Science and Engineering: A*, 428(1):148–158, 2006.

Bibliographie

- [51] A. BERNARD et G. TAILLANDIER : *Le prototypage rapide*. Hermes, 1998.
- [52] T. WOHLERS : *Wohlers report 2012*. Wohlers Associates, Inc, 2012.
- [53] L. N. CARTER, C. MARTIN, P. J. WITHERS et M. M. ATTALLAH : The influence of the laser scan strategy on grain structure and cracking behaviour in slm powder-bed fabricated nickel superalloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 615:338–347, 2014.
- [54] P. MULLER, J.-Y. HASCOET et P. MOGNOL : Toolpaths for additive manufacturing of functionally graded materials (fgm) parts. *Rapid Prototyping Journal*, 20(6):511–522, 2014.
- [55] S. H. HUANG, P. LIU, A. MOKASDAR et L. HOU : Additive manufacturing and its societal impact: a literature review. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, pp. 1–13, 2013.
- [56] J.-P. KRUTH, B. VANDENBROUCKE, v. J. VAERENBERGH et P. MERCELIS : Benchmarking of different sls/slm processes as rapid manufacturing techniques. 2005.
- [57] P. MOGNOL, D. LEPICART et N. PERRY : Rapid prototyping: energy and environment in the spotlight. *Rapid prototyping journal*, 12(1):26–34, 2006.
- [58] M. BAUMERS, P. DICKENS, C. TUCK et R. HAGUE : The cost of additive manufacturing: machine productivity, economies of scale and technology-push. *Technological forecasting and social change*, 102:193–201, 2016.
- [59] L. THIJS, F. VERHAEGHE, T. CRAEGHS, J. VAN HUMBEECK et J.-P. KRUTH : A study of the microstructural evolution during selective laser melting of ti-6al-4v. *Acta Materialia*, 58(9):3303–3312, 2010.
- [60] N. HOPKINSON, R. HAGUE et P. DICKENS : *Rapid manufacturing: an industrial revolution for the digital age*. John Wiley & Sons, 2006.
- [61] R. P. FEYNMAN : *Lumière et matière*. InterEditions, 1987.
- [62] F. ROYER : *Fonctionnement et singularités du procédé de fusion laser sélective: Illustration par application à deux superalliages à base nickel et considérations énergétiques*. Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2014.
- [63] I. YADROITSEV et I. SMUROV : Selective laser melting technology: from the single laser melted track stability to 3d parts of complex shape. *Physics Procedia*, 5:551–560, 2010.
- [64] I. YADROITSEV, A. GUSAROV, I. YADROITSAVA et I. SMUROV : Single track formation in selective laser melting of metal powders. *Journal of Materials Processing Technology*, 210(12):1624–1631, 2010.

- [65] K. DAI et L. SHAW : Parametric studies of multi-material laser densification. *Materials Science and Engineering: A*, 430(1):221–229, 2006.
- [66] X. JIN, P. BERGER et T. GRAF : Multiple reflections and fresnel absorption in an actual 3d keyhole during deep penetration laser welding. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 39(21):4703, 2006.
- [67] N. K. TOLOCHKO, Y. V. KHLOPKOV, S. E. MOZZHAROV, M. B. IGNATIEV, T. LAOUI et V. I. TITOV : Absorptance of powder materials suitable for laser sintering. *Rapid Prototyping Journal*, 6(3):155–161, 2000.
- [68] P. F. JACOBS : *Rapid prototyping & manufacturing: fundamentals of stereolithography*. Society of Manufacturing Engineers, 1992.
- [69] L. DONG, A. MAKRADI, S. AHZI et Y. REMOND : Finite element analysis of temperature and density distributions in selective laser sintering process. Dans *Materials science forum*, vol. 553, pp. 75–80. Trans Tech Publ, 2007.
- [70] K. A. MUMTAZ, P. ERASENTHIRAN et N. HOPKINSON : High density selective laser melting of waspaloy®. *Journal of materials processing technology*, 195(1):77–87, 2008.
- [71] I. YADROITSEV, P. BERTRAND et I. SMUROV : Parametric analysis of the selective laser melting process. *Applied surface science*, 253(19):8064–8069, 2007.
- [72] C. CHAN, J. MAZUMDER et M. CHEN : Effect of surface tension gradient driven convection in a laser melt pool: Three-dimensional perturbation model. *Journal of Applied Physics*, 64(11):6166–6174, 1988.
- [73] C. CHAN, J. MAZUMDER et M. CHEN : A two-dimensional transient model for convection in laser melted pool. *Metallurgical Transactions A*, 15(12):2175–2184, 1984.
- [74] K. MILLS, B. KEENE, R. BROOKS, A. SHIRALI *et al.* : Marangoni effects in welding. *Philosophical Transactions-Royal Society of London Series A Mathematical Physical and Engineering Sciences*, pp. 911–926, 1998.
- [75] M. ROMBOUTS, J.-P. KRUTH, L. FROYEN et P. MERCELIS : Fundamentals of selective laser melting of alloyed steel powders. *CIRP Annals-Manufacturing Technology*, 55(1):187–192, 2006.
- [76] P. LANGSTON et A. R. KENNEDY : Discrete element modelling of the packing of spheres and its application to the structure of porous metals made by infiltration of packed beds of nacl beads. *Powder Technology*, 268:210–218, 2014.
- [77] H. ZHU, J. FUH et L. LU : The influence of powder apparent density on the density in direct laser-sintered metallic parts. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 47(2):294–298, 2007.

Bibliographie

- [78] J. FRENKEL : Viscous flow of crystalline bodies under the action of surface tension. *J. Phys.(USSR)*, 9:385–391, 1945.
- [79] A. SPENCE et R. CRAWFORD : The effect of processing variables on the formation and removal of bubbles in rotationally molded products. *Polymer Engineering & Science*, 36(7):993–1009, 1996.
- [80] A. SIMCHI et H. POHL : Effects of laser sintering processing parameters on the microstructure and densification of iron powder. *Materials Science and Engineering: A*, 359(1):119–128, 2003.
- [81] A. BUDDING et T. VANEKER : New strategies for powder compaction in powder-based rapid prototyping techniques. *Procedia CIRP*, 6:527–532, 2013.
- [82] G. SHANMUGAVELAYUTHAM et V. SELVARAJAN : Plasma spheroidization of nickel powders in a plasma reactor. *Bulletin of Materials Science*, 27(5):453–457, 2004.
- [83] N. F. EN : Iso 3923-1 : Poudres métalliques - détermination de la masse volumique apparente - partie 1: Méthode de l'entonnoir. 2010.
- [84] N. F. EN : Iso 4490 : Poudres métalliques - détermination du temps d'écoulement au moyen d'un entonnoir calibré (appareil de hall). 2008.
- [85] W. BEVERLOO, H. LENIGER et J. Van de VELDE : The flow of granular solids through orifices. *Chemical engineering science*, 15(3-4):260–269, 1961.
- [86] G. ROBLIN : Microscopie. *Techniques de l'ingénieur*, (ref. article : r6710), 1998.
- [87] T. BAUDIN : Analyse ebsd principe et cartographies d'orientations. *Techniques de l'ingénieur Essais métallographiques des métaux et alliages*, (ref. article : m4138), 2010.
- [88] H.-J. BUNGE : *Texture analysis in materials science: mathematical methods*. Elsevier, 2013.
- [89] J. C. TUCKER, L. H. CHAN, G. S. ROHRER, M. A. GROEBER et A. D. ROLLETT : Comparison of grain size distributions in a ni-based superalloy in three and two dimensions using the saltykov method. *Scripta Materialia*, 66(8):554–557, 2012.
- [90] J. JOHANSON : A rolling theory for granular solids. ASME, 1965.
- [91] V. KATASHINSKII et M. SHTERN : Stressed-strained state of powder being rolled in the densification zone. i. mathematical model of rolling in the densification zone. *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 22(11):882–885, 1983.
- [92] S. SHIMA et M. YAMADA : Compaction of metal powder by rolling. *Powder Metallurgy*, 27(1):39–44, 1984.

-
- [93] V. KATASHINSKII et M. SHTERN : Stress-strain state of powder being rolled in the densification zone. *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 22(12):972–976, 1983.
- [94] M. SHTERN : Plane deformation characteristics of compressible materials. *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 21(3):169–175, 1982.
- [95] Y. SHANJANI et E. TOYSERKANI : Material spreading and compaction in powder-based solid freeform fabrication methods: mathematical modeling. Dans *19th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium, SFF*, vol. 2008, pp. 399–410, 2008.
- [96] A. GUSAROV et J.-P. KRUTH : Modelling of radiation transfer in metallic powders at laser treatment. *International Journal of Heat and Mass Transfert*, 48:3423–3434, 2005.
- [97] C. CHARLES et N. JÄRVSTRÅT : Development of a microstructure model for metal deposition of titanium alloy ti-6al-4v. 2007.
- [98] S. BANERJEE, G. DEY, D. SRIVASTAVA et S. RANGANATHAN : Plate-shaped transformation products in zirconium-base alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 28(11):2201–2216, 1997.
- [99] M. GLAVICIC, P. KOBRYN, T. BIELER et S. SEMIATIN : A method to determine the orientation of the high-temperature beta phase from measured ebsd data for the low-temperature alpha phase in ti-6al-4v. *Materials Science and Engineering: A*, 346(1):50–59, 2003.
- [100] A. GUSAROV, I. YADROITSEV, P. BERTRAND et I. SMUROV : Model of radiation and heat transfer in laser-powder interaction zone at selective laser melting. *Journal of heat transfer*, 131(7):072101, 2009.
- [101] M. ROMBOUTS, L. FROYEN, A. GUSAROV, E. H. BENTEFOUR et C. GLO-RIEUX : Photopyroelectric measurement of thermal conductivity of metallic powders. *Journal of Applied physics*, 97(2):024905, 2005.
- [102] Y. CHIEW et E. GLANDT : The effect of structure on the conductivity of a dispersion. *Journal of Colloid and Interface Science*, 94(1):90–104, 1983.
- [103] P. S. SHENG et V. S. JOSHI : Analysis of heat-affected zone formation for laser cutting of stainless steel. *Journal of materials processing technology*, 53(3-4):879–892, 1995.
- [104] E. SARTORI : Convection coefficient equations for forced air flow over flat surfaces. *Solar Energy*, 80(9):1063–1071, 2006.
- [105] L. ZHENG, Y. LIU, S. SUN et H. ZHANG : Selective laser melting of al-8.5 fe-1.3 v-1.7 si alloy: Investigation on the resultant microstructure and hardness. *Chinese Journal of Aeronautics*, 28(2):564–569, 2015.

Bibliographie

- [106] C. C. MURGAU, R. PEDERSON et L.-E. LINDGREN : A model for ti-6al-4v microstructure evolution for arbitrary temperature changes. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 20(5):055006, 2012.

NNT : 2017 LYSE Mxxx

Matthieu RÉGNIÈRE

Impact of Ti6Al4V powder packing on the selective laser melting process

Speciality : Material Science and Engineering

Keywords : selective laser melting, Ti6Al4V, powder packing, Radiative thermal modelization, Microstructural modelization, Microstructural reconstitution, Additive manufacturing

Abstract :

Selective Laser Melting (SLM), through additive manufacturing process, allows the conception of specific shapes through a layer-by-layer building method from a powder bed. The emphasis between processing parameters as, laser power, scan speed, scan strategy... has already been well investigated for a wide panel of material. Nevertheless, the powder interaction with electromagnetic waves remains a topical issue to handle the stabilization of the melting pool, and optimize the amount of energy used within the process.

The purpose of this survey is : (a) the understanding and handling of powder bed layering mechanism through SLM PhenixTM rolling blade ; (b) the analysis and quantification of morphological and microstructural evolutions single tracks according to SLM process and powder bed parameters ; (c) development of a thermal and microstructural model standing for post SLM single tracks edification.

First of all, the process of powder spreading by rolling blade has been investigated in order to tame and modelize the porosity and effective thickness of the powder bed. Thereafter, characteristics of Ti6Al4V single tracks produced by SLM were analyzed according to process and bed powder parameters. This approach tends to quantify the impact of the powder bed packing on the SLM melting mechanism. Accordingly, fine microstructural analysis and reconstruction have been extracted. Finally, a radiative thermal model linked to a microstructural prediction of single tracks has been settled, leading to a deeper understanding of the melting mechanism.

NNT : 2017 LYSE Mxxx

Matthieu RÉGNIÈRE

Impact du conditionnement de poudres de Ti6Al4V sur le procédé de fusion sélective laser

Spécialité : Science et Génie des Matériaux

Mots clefs : Fusion Sélective Laser, Ti6Al4V, Conditionnement de poudre, Modélisation thermique radiative, Modélisation microstructurale, Reconstitution microstructurale, fabrication additive

Résumé :

La fusion Sélective Laser (SLM), en tant que procédé de fabrication additive, permet la conception de formes complexes par une méthode de construction couche par couche, à partir d'un lit de poudre. L'impact des paramètres inhérents au procédé SLM, tels que la puissance, la vitesse de balayage, la stratégie de balayage laser... ont déjà été étudiés pour de nombreux matériaux. Néanmoins, l'interaction entre la poudre et l'onde électromagnétique est encore trop peu maîtrisée pour stabiliser efficacement la zone de fusion, et optimiser l'énergie utilisée lors du procédé.

Cette étude a pour objectif : (a) la compréhension et la maîtrise des mécanismes de mise en couche par rouleau, propre aux machines SLM PhenixTM ; (b) l'analyse et la quantification des évolutions morphologiques et microstructurales de cordons de fusion en fonction des paramètres du procédé SLM et des paramètres du lit de poudre définis précédemment ; (c) l'élaboration d'un modèle thermique et microstructurale représentatif de l'édification de cordons unitaires par le procédé SLM.

Lors de cette étude, le procédé de mise en couche par rouleau a été étudié, et modélisé, afin de contrôler les épaisseurs et taux de compacités du lit de poudre. Les caractéristiques des cordons unitaires de Ti6Al4V produits par SLM ont pu alors être analysées en fonction des paramètres du lit de poudre et des paramètres énergétiques. Cette démarche a pour but de quantifier l'impact du conditionnement du lit de poudre sur le mécanisme de fusion SLM. Par la suite, une analyse fine et une reconstitution microstructurale a pu en être dégagée. Enfin, un modèle thermique radiatif couplé à une prédiction microstructurale des cordons unitaires a pu être élaboré, permettant ainsi une compréhension approfondie du mécanisme de fusion.