Élaboration "in-situ" par mélanges de poudres de composites à matrice métallique au cours du processus de fabrication additive

Nan Kang

▶ **To cite this version:**

Nan Kang. Élaboration "in-situ" par mélanges de poudres de composites à matrice métallique au cours du processus de fabrication additive. Matériaux. Université de Technologie de Belfort-Montbeliard, 2016. Français. NNT : 2016BELF0305 . tel-01872111

HAL Id: tel-01872111

https://theses.hal.science/tel-01872111

Submitted on 11 Sep 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.

à ma directeur de thèse

Christian CODDET.

Sommaire

Sommaire 3

Glossaire 9

Résume 11

Abstract 13

Remerciement 15

Introduction Générale 17

Chapitre I - Etude Bibliographique 23

I.1 Introduction à la fabrication additive 23

I.2 Principe de la micro fusion laser (SLM) 24

I.3 Avantages et inconvénients de la SLM 29

I.4 Domaines d'application 31

I.5 Matériaux pour la SLM 31

I.5.1 Alliages à base de fer 33

I.5.2 Alliages à base de titane 34

I.5.3 Alliages à base d'aluminium 35

I.6 Alliages Al - Si 38

I.7 Utilisation de mélanges de poudres. 45

Références de chapitre 1 47

Chapitre II Moyens de caractérisation et dispositifs expérimentaux 60

II.1 Moyens de caractérisation 60

II.1.1 Mesures de la granulométrie des poudres 60

II.1.2 Observation et caractérisation de la microstructure 61

II.1.3 Mesure de la micro dureté 62

II.1.4 Mesure des propriétés mécaniques 63

II.1.5 Mesure de la résistance à l'usure 64

II.2 Matériaux 66

II.2.1 Poudres d'aluminium et de silicium 67

II.2.2 Poudre d'alliage aluminium - silicium 68

II.3 Machine de SLM 69

II.4 système d'application d'un champ magnétique 71

Reference de Chapitre II 74

Chapitre III Réalisation d'alliages Al-12Si par SLM à partir de mélanges de poudres 78

III.1. Introduction 78

III.2 Résultats expérimentaux 79

III.2.1 Echantillons fabriqué par SLM 79

III.2.2 Morphologie de surface 79

III.2.3 Densification 81

II.2.4 Analyse des phases 83

II.2.4 Microstructures 85

III.2.3 Propriétés en traction 88

III.3 Discussion 90

III.4 Conclusion 93

Référence de Chapitre III 96

Chapitre IV Réalisation d'alliages Al-18Si par SLM à partir de mélanges de poudres 100

IV.1. Introduction 100

IV.2 Résultats expérimentaux 101

IV.2.1 Echantillons fabriqué par SLM 101

IV.2.2 Morphologies de surface 101

IV.2.3 Densité 103

IV.2.4 Analyse de phase 104

IV.2.5 Teneur de Silicium 106

IV.2.6 Microstructure 106

IV.2.7 Dureté 108

IV.2.8 Comportement à l'usure 109

IV.3 Discussion 113

IV.4 Conclusion 116

Référence de chapitre IV 118

Chapitre V Réalisation d'alliages Al-50Si à partir de poudres d'Al et de Si par SLM 122

V. 1 Introduction 122

V. 2 Résultats expérimentaux 123

III.2.1 Echantillons fabriqué par SLM 123

V.2.2 Densité 124

V.2.2 analyse de phase 124

V.2.3 Microstructure 125

V.2.3 Teneur en silicium 128

V.2.4 Dureté 129

V.2.5 Macroségrégation du silicium primaire 131

V.2.5 Comportement à l'usure 134

V.3 Discussion 137

V.4 Conclusion 144

Référence de chapitre V 146

Chapitre VI Effet d'un champ magnétique statique sur la fabrication d'alliages Al-50Si 150

VI.1 Introduction 150

VI. 2 Résultats 151

IV.2.1 Echantillon fabriqué par SLM 151

VI.2.2 Analyses de phase 151

VI.2.2 Microstructure 153

VI.2.3 Dureté 158

VI.2.4 Comportement à l'usure 158

VI.3 Discussion 161

VI.4 Conclusion 165

Référence de Chapitre VI 168

Chapitre VII. Conclusion générale et perspectives 172

Liste de publications..... 178

Présentations orale..... 182

Glossaire

ABS	Acrylonitrile Butadiene Styrene
AM	Additive Manufacturing
ASTM	American Society For Testing Material
CAO	Conception AssistEe Par Ordinateur / Computer-Aided Design
CT	Computed Tomography
DMD	Direct Metal Deposition
DRX	Diffraction De Rayons X / X-Ray Diffraction
EDS	Energy Dispersive Spectroscopy
EPM	Electronic Packaging Material
EBSD	Electron Backscatter Diffraction
FGCM	Fonctional Gradient Composite Material
FPI	Figure De Pôle Inverse
LF	Lorentz Force
MF	Magnetic Force
MEB	Microscope Electronique A Balayage / Scanning Electron Microscope
MMCs	Metal Matrix Composites
MO	Microscope Optique / Optical Microscope
PEEK	Polyether Ether Ketone
PMMA	Poly(Methyl Methacrylate)
SF	Spray Forming
SMF	Static Magnetic Filed
SLM	Selective Laser Melting
SLS	Selective Laser Sintering
TEMC	Thermal Eletronic Magnetic Convection
TEMF	Thermal Eletronic Magnetic Force
UTS	Ultimate Tensile Strength
YS	Yield Strength
3D	3 Dimensions

Résume

La micro fusion laser d'un lit de poudre (SLM) permet la réalisation de pièces complexes avec des microstructures fines. Cette technologie présente de nombreux avantages mais se heurte encore à une faible disponibilité des poudres d'alliages. En SLM, la pièce est d'abord conçue par CAO (conception assistée par ordinateur), puis construite couche par couche avec un faisceau laser commandé par un ordinateur. Dans ce cadre, le travail effectué dans cette thèse a consisté à étudier et à développer une nouvelle méthode pour réaliser des pièces en alliages et en composites à partir de mélanges de poudres élémentaires, ouvrant ainsi la voie à une grande variété de compositions.

Au niveau expérimental le choix s'est porté sur le système aluminium-silicium avec différentes teneurs en silicium (12, 18 et 50% en poids). L'effet de l'ajout d'un champ magnétique statique a aussi été proposé comme un outil supplémentaire de contrôle de la microstructure.

Dans le processus de fabrication de pièces par SLM la puissance du laser et la vitesse de balayage déterminent au premier chef la densité, la microstructure, la composition des phases et les propriétés mécaniques du produit. Une analyse systématique de l'effet de ces paramètres sur l'alliage Al - Si fabriqué par SLM à partir de mélanges de poudres est présentée. Des alliages ont été ainsi obtenus pour plusieurs domaines de composition visés correspondant à des applications pratiques (structures légères-hypoeutectique et eutectique, système tribologique-hypereutectique, emballage électronique-hypereutectique, …). Les microstructures fines obtenues grâce à la solidification rapide des matériaux fondus conduit à des propriétés qui se comparent de façon favorable à celles obtenues avec les techniques classiques d'élaboration et de mise en œuvre.

Mots-clés : alliages Al - Si ; micro fusion laser ; fabrication additive ; mélange de poudres ;

microstructure ; test de frottement ; traitement thermique ; champ magnétique statique.

Abstract

As a new manufacturing technology, Selective laser melting (SLM) has a large potential in the manufacturing of complex parts with ultrafine microstructure.

Selective laser melting has many significant advantages over traditional manufacturing methods but still faces a low availability of powder materials. With SLM, the part is firstly designed via 3D computer-aided design (CAD)，then built layer-by-layer with a high energy computer-controlled laser beam The work done in this study was therefore aiming at developing a new way to obtain alloys and composites directly from elemental powder mixtures with a large composition flexibility.

Experimentally the choice was made of the aluminum-silicon system with several silicon contents (12, 18, 50 wt. %). Adding a static magnetic field was also considered as an additional way to control the microstructure. When parts are manufactured by SLM, laser power and scanning speed are the main parameters determining the density, microstructure, phase composition and mechanical properties. A systematic analysis of the role of these parameter on the manufacturing of Al - Si alloys by SLM from mixtures of powders was therefore conducted. Al - Si alloys with a very fine microstructure were thus obtained for several composition ranges corresponding to practical applications (lightweight structures, high wear resistance alloys, electronic packaging material, …). The properties of the materials obtained in this way, according to the performed characterizations, compares favorably with those obtained via the conventional production technologies.

Keywords: Al - Si alloys; Selective laser melting; additive manufacturing; powder mixture; microstructure; friction test; heat treatment; static magnetic field.

Remerciement

Les travaux présentés dans ce mémoire ont été réalisés au Laboratoire d'Etudes et de Recherches sur les Matériaux, les Procédés et les Surfaces (LERMPS) de l'Université de Technologie de Belfort-Montbéliard (UTBM) sous la direction de Monsieur le Professeur Christian CODDET, fondateur du laboratoire LERMPS.

Je tiens à remercier Madame le Professeur Cécile LANGLADE, directrice du laboratoire IRTES-LERMPS, de m'avoir accueilli au sein du laboratoire et pour m'avoir permis d'effectuer cette thèse dans d'excellentes conditions. Je leur suis reconnaissant de la confiance qu'ils m'ont accordée pour mener à bien mes recherches.

Je remercie Monsieur le Professeur Christian CODDET qui m'a soutenu et conseillé tout au long de ces mois d'étude. En travaillant avec lui, j'ai appris beaucoup de connaissances scientifiques et morales qui me seront très utiles pour mener à bien mes futurs projets. Je lui suis très reconnaissant non seulement de l'aide technique qu'il m'a apporté, mais aussi pour son aide dans la vie quotidienne.

Je remercie Monsieur le Professeur Hanlin LIAO, directeur scientifique du LERMPS, de m'avoir accueilli au sein de son équipe et guidé dans mes recherches scientifiques.

Je tiens à remercier Monsieur Dr. Pierre-Laurent CODDET, Université d'Orléans (France), pour son aide dans la rédaction de ma thèse et les enseignements importants sur l'utilisation des appareils de SLM et de caractérisation.

Je tiens à adresser un remerciement spécial à Lucas DEMBINSKI, Charles BERNAGE, David JOGUET et Tiphaine BAUR pour leurs nombreuses aides lors des manipulations des machines de fusion sélective par laser.

J'adresse aussi toute mon amitié aux collègues du laboratoire IRTES-LERMPS pour leurs encouragements.

Finalement, je ne remercierai jamais assez mes parents pour m'avoir soutenu tout au long de mes études. Merci aux membres de ma famille qui ont su être compréhensifs et patients.

Introduction Générale

La micro fusion laser (Selective Laser Melting (SLM) en anglais) est une technique de fabrication additive avec laquelle des pièces métalliques peuvent être fabriquées à partir de poudres avec l'aide de lasers de hautes puissances. Les objets sont réalisés "couche par couche" grâce à la fusion locale du matériau qui se présente sous la forme d'un lit de poudre. Cette technologie présente quatre avantages significatifs par rapport aux méthodes traditionnelles de fabrication. C'est (i) un processus de fabrication flexible (sans outillage spécifique) qui permet (ii) la production de pièces de formes complexes et qui donne (iii) la possibilité d'optimiser la géométrie des pièces. (iv) Le processus de solidification rapide permet l'obtention de microstructures fines et de propriétés spécifiques.

Par ailleurs, les alliages à base d'aluminium sont largement utilisés dans les industries automobile et aéronautique car ils présentent un faible rapport masse / rigidité, une bonne formabilité, une bonne résistance à la corrosion et des propriétés de recyclage. Parmi eux, les alliages Al-Si sont particulièrement utilisés pour la réalisation de blocs moteurs et de pistons en raison de leur résistance à l'usure et de leur faible coefficient de dilatation thermique. L'alliage Al-12Si en particulier est largement utilisé dans l'industrielle automobile. Avec l'augmentation de la teneur en silicium, on observe une augmentation de la dureté ainsi qu'une amélioration de la résistance à l'usure. Ainsi les alliages hyper eutectiques comme l'Al-l8Si sont utilisés pour des applications en frottement, par exemple, les pistons de moteurs de voitures. Si la teneur en silicium dépasse 25 (% en poids), le matériau présente un coefficient de dilatation thermique similaire à celui des composés de type GaAs utilisés en électronique et une haute conductivité thermique. De ce fait, ce type d'alliage présente une grande application potentielle comme matériau pour l'emballage électronique, surtout pour les industries aéronautique et aérospatiale.

Dans ce cadre, l'objectif des travaux présentés dans ce mémoire consiste à étudier la possibilité de réaliser des alliages Al-Si in situ par SLM à partir de mélanges de poudres, en incluant bien entendu la considération de leurs propriétés mécaniques.

- Le premier chapitre est consacré à l'étude bibliographique du procédé de fabrication additive par fusion sélective de poudres par laser et la conception de mélange de poudre.

- Le deuxième chapitre présente les techniques expérimentales : machines, paramètres, matériaux et moyens de caractérisation.

- Le troisième chapitre présente la réalisation d'alliages Al-12Si (% en poids) à partir de poudres d'Al et de Si. L'influence des paramètres de fabrication sur la densité, la composition des phases et les propriétés mécaniques a été étudiée en détail en vue de développer un processus de fabrication économique et efficace.

- Le quatrième chapitre présente la réalisation d'alliages Al-18Si (% en poids) à partir d'un mélange de poudres Al-12Si (% en poids) et Si, à cause de les raisons économique et comparatif. L'effet de la densité de puissance sur la microstructure (taille et morphologie de la phase Si) des pièces fabriquées a été étudié. Des essais d'usure, de glissement à sec et des mesures de micro dureté ont été utilisées pour caractériser les propriétés mécaniques du matériau.

- Le cinquième chapitre présente la réalisation d'alliages Al-50Si (% en poids) à partir de poudres d'Al et de Si. L'influence des parametres a été étudié avec un focus sur la

microstructure (phases de silicium primaire) et les propriétés mécaniques (résistance au frottement).

- Le sixième chapitre présente une étude sur l'influence de l'ajout d'un champ magnétique statique sur la microstructure de pièces en alliages d'Al-50Si (% en poids) fabriquées par SLM à partir de mélanges de poudres. La taille et la distribution de la phase primaire de silicium ont été considérée et leur effet sur les propriétés des pièces est discuté.

Chapitre I

Etude Bibliographique

Chapitre I - Etude Bibliographique

Ce chapitre présente le procédé de micro fusion laser (SLM) utilisé pour l'élaboration d'alliages métalliques à partir de mélanges de poudres. Dans un premier temps, un rappel du principe de fonctionnement et des avantages de la SLM seront présentés. L'état de l'art sur la réalisation d'alliages ou de composites et sur les dernières innovations permettant la fabrication de ces matériaux sera ensuite abordé.

I.1 Introduction à la fabrication additive

La fabrication additive (Additive Manufacturing (AM) en anglais) est définie par la société américaine pour la caractérisation des matériaux (ASTM) comme : « a process of joining materials to make objects from 3D model data, usually layer upon layer, as opposed to substractive manufacturing methodologies » [1]–[3]. Les techniques de fabrication additive à partir de poudres (i.e. projection, frittage) se sont développées vers la fin des années 1980 et dans les années 90 pour arriver à maturité à l'aube du 21^{éme} siècle [4]. La précision dimensionnelle encore relativement faible des pièces fabriquées impose généralement une étape supplémentaire d'usinage, étape pouvant s'avérer couteuse en temps et financièrement. L'utilisation des lasers en fabrication additive a dans un premier temps permis seulement le frittage des poudres (en raison des faibles puissances des laser) mais aussi l'obtention de pièces nécessitant moins d'usinage en raison de la précision du spot laser [5] [6].

Depuis le début des années 2000, le développement des technologies lasers et informatiques [7] a largement contribué au développement de la fusion laser. Ainsi, depuis quelques années, la SLM ne se limite plus seulement au prototypage mais entre dans le domaine de la fabrication de pièces de formes complexes difficiles à réaliser par des méthodes traditionnelles. L'impression 3D (nouvelle dénomination apparue vers la fin des année 2000)

est notamment déjà largement utilisée pour fabriquer des articles de niche tels que des implants médicaux [8] et des prototypes en plastique pour les ingénieurs et les concepteurs [9]. La production de masse nécessite encore toutefois le développement de stratégies de fabrication d'alliages appropriées pour ce type de procédé [4] [10] [11].

La Figure I.1 présente une classification selon quatre catégories des procédés de fabrication additive. Dans ce schéma les procédés, les matériaux, l'énergie et les mécanismes utilisés et étudiés dans ces travaux ont été soulignés.

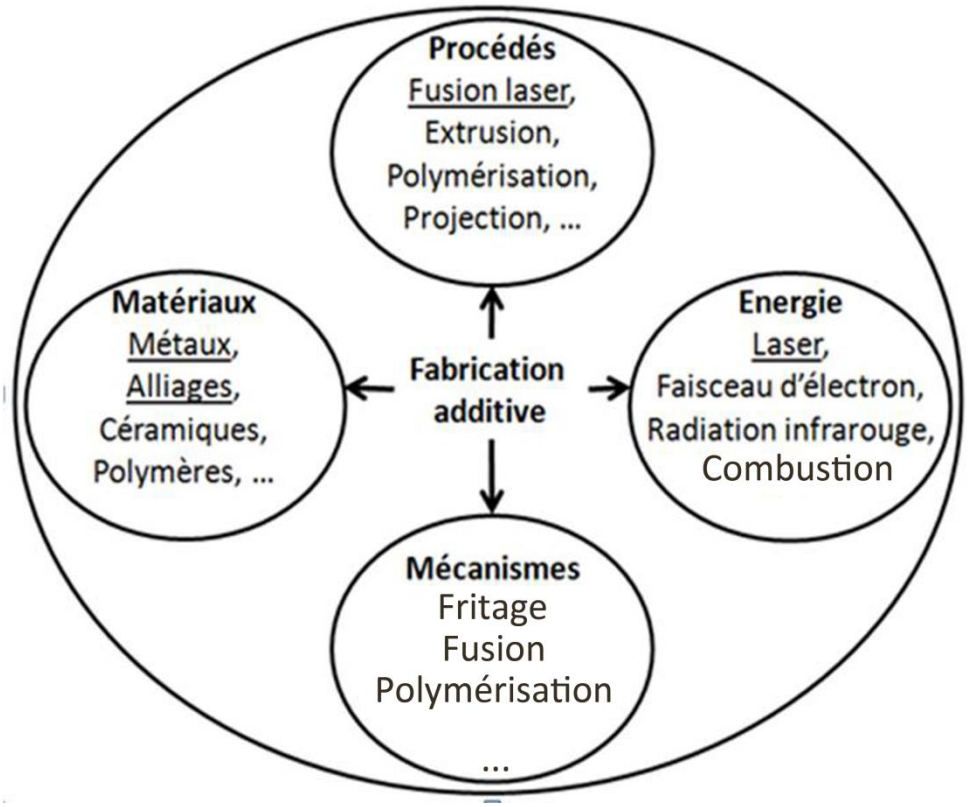

Figure I.1 Schéma proposant une classification des procédés de fabrication additive sur la base de quatre grands groupes.

I.2 Principe de la micro fusion laser (SLM)

La micro fusion laser (SLM) est une technologie de fabrication additive qui permet la production de pièces de formes complexes à partir de poudres métalliques (métal pur, alliage

ou composites). Les pièces sont construites couche par couche sous forme de cordons juxtaposés produits par le passage d'un faisceau laser.

En pratique, un modèle numérique de la pièce est réalisé en trois dimensions par un logiciel de conception assistée par ordinateur (CAO) ou une tomographie (CT scan) [12]. Le modèle de la pièce est ensuite divisé en couches d'épaisseur définie. Une stratégie de balayage du faisceau laser est alors choisie pour permettre l'élaboration successive des couches modélisées [13].

La poudre métallique, placée dans une atmosphère contrôlée, est fondue localement, c'est-à-dire de façon sélective, par le faisceau laser. Chaque couche est élaborée successivement, selon les paramètres définis par l'opérateur, jusqu'à l'obtention de la pièce réelle en trois dimensions. Un schéma du procédé de fabrication additive par SLM est présenté dans la Figure I.2.

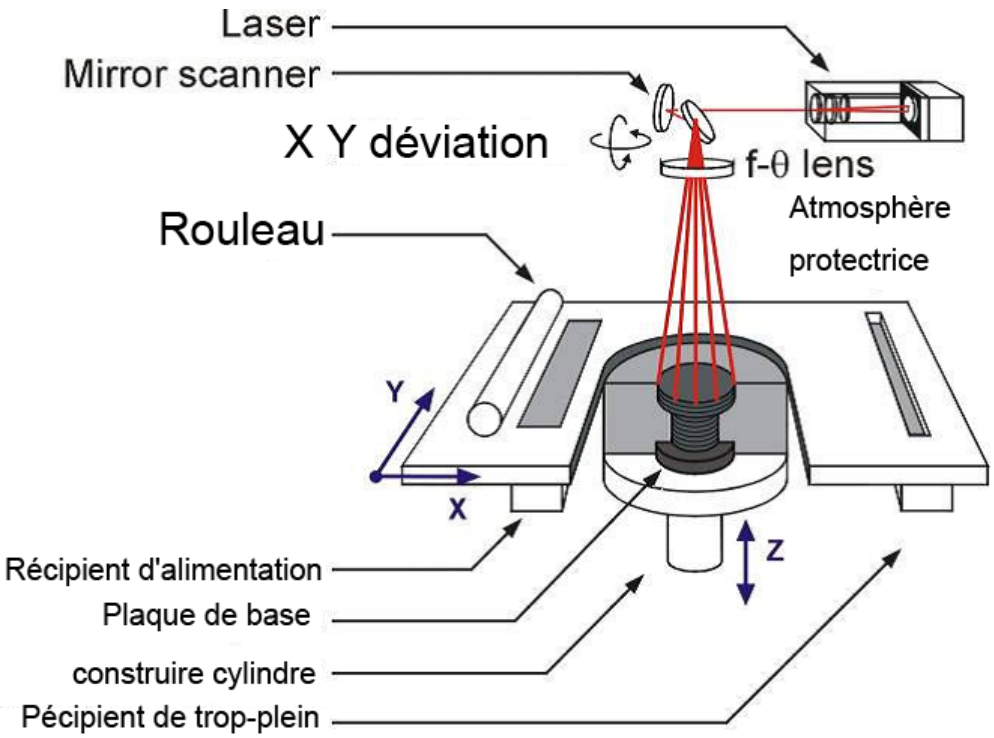

Figure I.2 Illustration schématique de la fabrication additive par fusion laser d'après Kruth et al. [14]

Actuellement, quatre aspects de la fabrication par SLM sont particulièrement étudiés : (i) la nature du matériau, (ii) la structure des pièces, (iii) les paramètres du faisceau laser et l'interaction entre laser et poudre, (iv) les propriétés fonctionnelles des pièces fabriquées.

Le procédé nécessite une puissance laser généralement comprises entre 100 et 4000 W (Fibre Nd-YAG ou Er-YAG). Le diamètre du faisceau laser est compris entre une vingtaine de micromètres et quelques millimètres. L'épaisseur des couches élaborées est comprise entre 10 µm et 1000 µm en fonction de la puissance laser utilisée et de la précision recherchée [4].

Les principaux phénomènes physiques mis en jeu dans la SLM sont les suivants : absorption et diffusion du rayonnement laser, transfert thermique, transformation de phase, flux de fluide dans le bain de fusion provoqué par les gradients thermiques et de tension superficielle, évaporation et émission de matière, réactions chimiques [15] (Figure I.3).

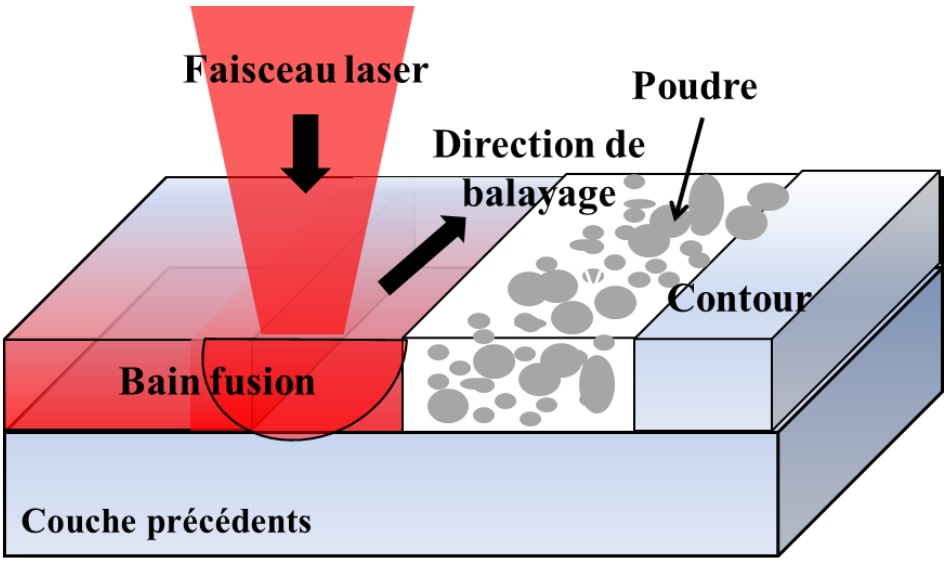

Figure I.3 Illustration schématique de la fusion du matériau lors du passage du laser [16].

Un modèle numérique établi par Khairalah et al. [17] (Figure I.4) révèle comment la forte fluidité dynamique du bain fondue engendre des pores, des éclaboussures et des zones de récession. La piste de fusion est divisée en trois sections : une dépression topologique, une

transition et une région de queue, chacun étant l'emplacement d'effets physiques spécifiques.

Sous le faisceau, la haute température et la vaporisation du métal engendrent, une région de haute pression. Quand le faisceau s'éloigne, la région de haute pression refroidit et attire le métal liquide. Finalement, un cordon est formé. Avec l'accumulation des cordons, la couche et la pièce peuvent être construites.

Pour améliorer la densité, la rugosité de surface, la microstructure et les propriétés mécaniques des pièces fabriquées par SLM, une optimisation des paramètres doit être réalisée. La mise en œuvre du procédé implique donc la maitrise de nombreux paramètres tels que la puissance du laser, la vitesse de balayage, l'espacement entre les cordons formés par le passage du faisceau laser, la stratégie de balayage, l'épaisseur des couches, l'atmosphère de travail, la température du matériau (Fig. I.4).

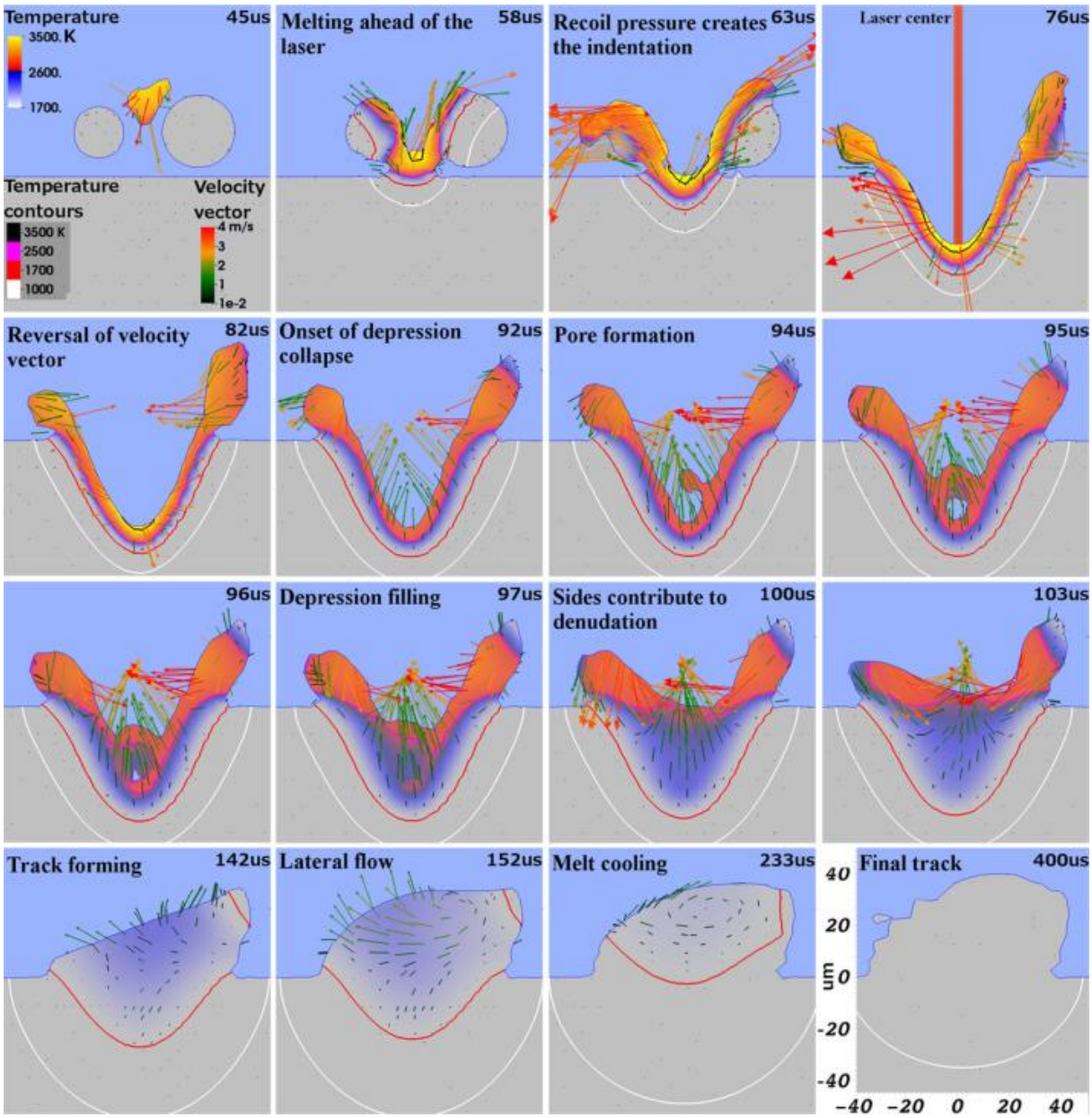

Figure I.4 Résultats de simulations de bain de fusion dans le processus SLM d'après Khairalah et al. [17]

Le déplacement du faisceau laser est le plus souvent géré par la rotation de deux miroirs. Selon le mode de pilotage du déplacement de ces miroirs (moteur pas à pas, système galvanométrique, piézoélectrique…) [18], le mouvement est continu ou discontinu. Dans le cas d'un mouvement discontinu, la vitesse de balayage du faisceau n'est donc pas constante. La vitesse de balayage du laser est alors définie par le rapport de la distance entre deux points

A et B (Figure I.5) (P_{dist}) et le temps d'exposition sur chacun de ces points (T_{expo}).

$$V = P_{dist} / T_{expo} \quad (1)$$

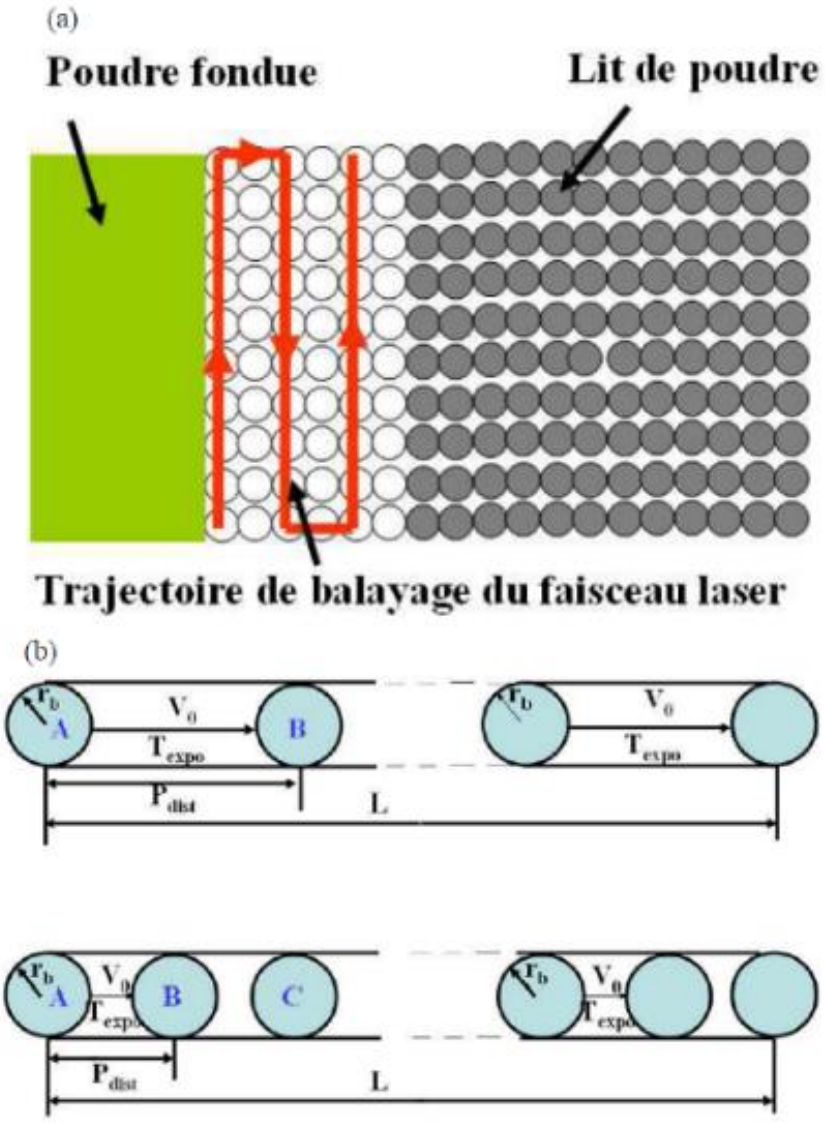

Figure I.5 Représentation schématique du déplacement du faisceau laser et d'une stratégie de balayage d'après Song et al. [19]

I.3 Avantages et inconvénients de la SLM

Les avantages de la fabrication additive par laser par rapport aux procédés de fabrication traditionnels peuvent être énoncés comme suit :

- Liberté de conception : le processus de conception présente une grande liberté et les modifications de conception peuvent être réalisées facilement.

- Diminution des opérations d'usinage : l'obtention d'une forme définitive ou quasi définitive permet de limiter les opérations d'usinages qui peuvent s'avérer complexes selon la géométrie de la pièce fabriquée.
- Efficacité et coût : le temps de réalisation et le prix de fabrication des pièces peuvent être diminués grâce à un nombre d'opérations réduit. Par ailleurs le coût de matière peut aussi être diminué (quantité nécessaire moins importante) et le matériau non fusionné peut être réutilisé.
- Recyclablilité : la réutilisation du matériau de base limite le gaspillage pendant la phase de production. Des matériaux primaires peuvent ainsi être utilisés plus de 20 fois sans traitement supplémentaire. La SLM est une technologie qui présente un impact limité sur l'environnement et devrait donc soutenir la fabrication « verte ».

En résumé, la technologie SLM présente quatre avantages significatifs par rapport aux méthodes traditionnelles de fabrication : (i) processus de fabrication flexible (sans outillage spécifique) ; (ii) production de pièces de formes complexes ; (iii) possibilité d'optimiser la géométrie des pièces ; (iv) processus de solidification rapide permettant l'obtention de propriétés spécifiques.

Toutefois certains inconvénients subsistent comme une médiocre qualité des surfaces et des propriétés fonctionnelles (liées à la microstructure) qui ne répondent pas toujours aux prérequis nécessaires pour les applications industrielles [20]. Une solution pour remédier à ces inconvénients peut être apportée par des traitements complémentaires sur les pièces fabriquées tels que le polissage, la peinture, les traitements thermiques, l'infiltration [21] et le pressage isostatique à chaud [22]. Cependant ces traitements allongent le cycle de production et augmentent le coût final pour la réalisation des pièces. Les principales voies d'amélioration étudiées se concentrent donc sur l'évolution du matériel et sur la maitrise des paramètres du

procédé.

I.4 Domaines d'application

Les domaines d'application de la SLM sont en premier lieu les domaines liés à la haute technologie pour lesquels des pièces fonctionnelles [23] doivent être réalisées. Ces pièces de géométrie complexe sont généralement fabriquées en petit nombre. Plusieurs applications industrielles de cette technique sont présentées dans la Figure I.6. Ces pièces de géométrie complexe sont fabriqués pour répondre aux besoins de l'aérospatial [24], du militaire [25], de l'automobile [26] [27], de la mécanique [28] [29], et l'outillage rapide [30] [31], de l'électronique [32] [33], de la santé [11] et de nombreux autres domaines.

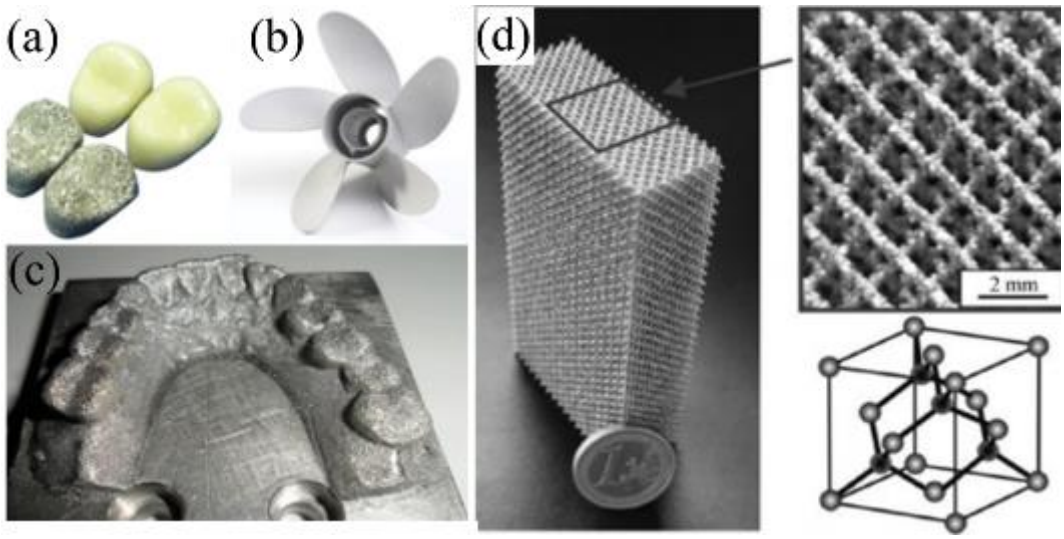

Figure I.6 Exemples d'applications industrielles en fabrication additive (a) en alliage cobalt chrome, (b) en titane, (c and d) en acier, fabriquées par SLM d'après Guo et al. [34]

I.5 Matériaux pour la SLM

Le développement de la fabrication additive a commencé avec l'utilisation de résines polymérisables et de matériaux non métalliques (polymères) possédant un bas point de fusion. De nos jours les pièces peuvent être réalisées à partir de polymères, de métaux [35] [36] et même de céramiques [37] [38] [39]. Le Tableau I.1 présente les matériaux les plus étudiés

pour la fabrication par SLM.

Tableau I.1 Principaux matériaux étudiés pour la fabrication par des procédés de fabrication additive[40]

Métaux	**Polymère**	**Céramique**	**Organique**
Acier	ABS	Alumine	
Aluminium	Polyamide	Mullite	Tissus / cellules
Titane	PEEK	Zircone	
Inconel	PMMA	Carbure de silicium	
Cuivre	Céramique (nano) renforcé par époxy		
Cobalt chrome	ULTEM	Graphite	

Un système « grand public » de fabrication additive pour matériaux polymère est présenté dans la Figure I.7.

Figure I.7 Système de fabrication additive pour polymère d'après Dremel.[41]

Dans la suite de ce travail, la fabrication de pièces à hautes caractéristiques à partir de métaux sera plus particulièrement considérée. Dans le cadre de la fabrication de pièces métalliques, le matériau utilisé est généralement sous forme de poudre. Il se présente le plus souvent sous la forme d'alliage notamment à base de Fe, de Ti, ou d'Al.

I.5.1 Alliages à base de fer

Un résumé des principaux travaux sur la fabrication de pièces en alliages à base de Fe par SLM est présenté dans le Tableau I.2.

Tableau I.2 Alliages fabriqués par SLM à base de Fer

Année	Alliage	Remarques	Référence
2010	316L Acier inoxydable	Première investigation sur acier, haute porosité (1-2%) avec « balling » et « microfissures».	[42]
2011	18Ni-300 Acier martensitique	Haut comportement mécanique et microstructure ultra fine après un traitement thermique de 8 h à 450 °C. Dureté : 58 HRC, UTS : 2160 MPa, allongement 2%.	[43]
2012	17-4PH Acier inoxydable martensitique	Effets de la nature des poudres et de l'atmosphère. Après un traitement thermique de 1 h à 482 °C, la dureté est 43 HRC.	[44]
2013	304 Acier inoxydable	UTS : 715 MPa YS : 570 MPa	[45]

Les quatre types d'acier présentés dans le Tableau I.2 sont aujourd'hui proposés commercialement notamment par les sociétés EOS et SLM Solution. Par exemple, des pièces construites en acier se caractérisent par de très bonnes propriétés mécaniques et un traitement

thermique facile permettant d'obtenir un excellent comportement mécanique. Les morphologies et comportement mécanique de pièces de traction fabriquées par SLM sont présentées dans la Figure I.8 à titre d'exemple. L'échantillon présente une haute densité avec une microstructure ultrafine.

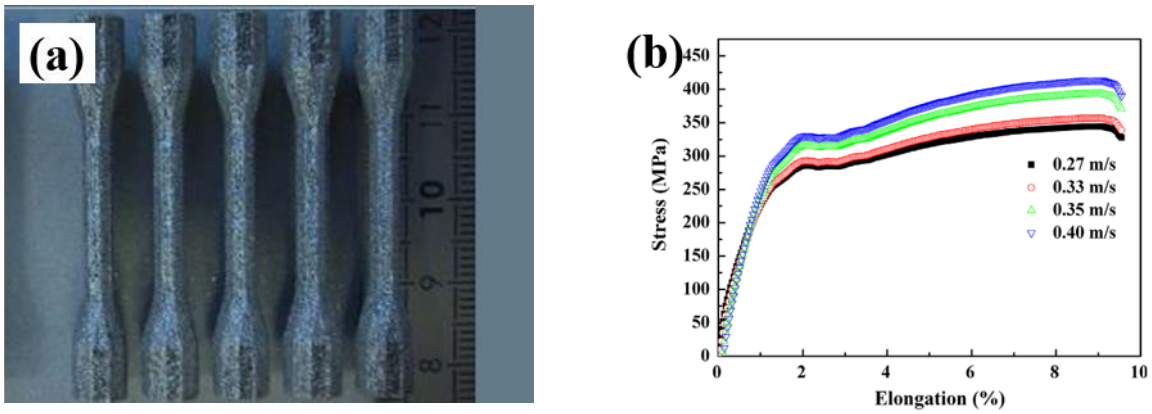

Figure I.8 Images de (a) pièces de traction fabriquées par un système SLM solution system et (b) comportement mécanique correspondant d'après Song et al. [46].

I.5.2 Alliages à base de titane

En raison de leur faible densité, leur haute résistance mécanique et leur excellente biocompatibilité, les alliages à base de titane, surtout le Ti6Al4V, sont très utilisés dans l'industrie aéronautique et médicale [47]. Le tableau I.3 présente une illustration des résultats obtenus récemment.

Tableau I.3 Des alliages fabriqués par SLM à base de Titane

Année	Alliage	Remarques	Référence
2011 , 2015	Ti–24Nb–4Zr–8Sn	Dense structure : faible porosité < 1%, YS = 563 MPa	[48], [49]
2012	Ti6Al4V	Porosité <2%, UTS= 1267 MPa, YS=1110 MPa, Allongement = 7%	[50]
2014	Ti6Al4V	YS=1100 MPa Allongement = 12%	[51]
2015	TiMo	Structure poreuse : Porosité : 35-60% UTS : 200-300 MPa	[52]
2016	Ti-45Al-2Cr-5Nb	Nanoindentation : 8 GPa, UTS = 1200 GPa, Allongement = 10%	[53], [54]
2016	In-situ TiNb	Module Young: 77 GPa, Dureté : 268 Hv	[55]

I.5.3 Alliages à base d'aluminium

Après le fer et titane, le troisième métal le plus utilisé dans le domaine fabrication additive est l'aluminium [56] [57]. Les alliages à base d'aluminium sont classés en différentes séries en fonction des éléments d'alliage (Tableau I.4). Les alliages d'aluminium classés dans les séries 2000 (Al-Cu ou Al-Cu-Mg), 6000 (Al-Mg-Si), et 7000 (Al-Zn-Mg) peuvent être améliorés par divers traitements thermiques. Les alliages classés dans les séries 1000, 3000, 4000 et 5000 sont généralement non-traitables thermiquement et donc renforcés par des processus de déformation mécanique [58].

Les alliages à base d'aluminium sont très étudiés en raison de leur recyclablilité, de leur excellent rapport résistance-poids et de leur aspect attrayant. Ces alliages présentent également une bonne conductivité thermique et électrique, une résistance à la corrosion élevée ainsi qu'une bonne formabilité.

Tableau I.4 Séries des alliages à base d'aluminium et composition principale

Séries d'alliages	Eléments d'alliages principaux	
	corroyés	fonderie
1xxx	99 % d'aluminium minimum	
2xxx	Cuivre	
3xxx	Manganèse	Silicium + cuivre et/ou magnésium
4xxx	Silicium	
5xxx	Magnésium	
6xxx	Magnésium et silicium	N'existe pas
7xxx	Zinc	
8xxx	Autres éléments	Etain
9xxx	N'existe pas	Autres éléments

Les pièces en alliages à base d'aluminium sont cependant relativement difficiles à fabriquer par SLM notamment en raison de la puissance importante nécessaire pour fondre le matériau. Cette difficulté s'explique par la réflectivité élevée de l'aluminium au rayonnement infrarouge (91% [59]) et la conductivité thermique élevée du matériau (237 W m^{-1} K^{-1} [60]). En plus de la faible capacité d'absorption de l'énergie du faisceau laser, l'aluminium et ses alliages présentent des films d'oxyde tenaces, des éléments à bas point d'ébullition (2054 K pour Al sous 1 bar), un haut coefficient de dilatation thermique (23.1 µm m^{-1} K^{-1} [60]), un fort retrait

de solidification, une tendance à former des constituants à bas point de fusion, une faible viscosité et une haute solubilité de l'hydrogène à l'état liquide [61].

De plus en plus d'études sont donc consacrées au traitement par SLS ou SLM de poudres d'alliage d'aluminium et de leurs composites [62] [63] [64] en vue d'acquérir une meilleure compréhension des phénomènes liés à la fusion de ces matériaux par laser (Tableau I.5).

Tableau I.5 Alliages à base d'aluminium fabriqué par SLM

Année	Alliages	Remarques	Réf.
2011	AlSi10Mg	Puissance du laser 1000 W, taux de densification 100%, dureté 145 HV, 400 MPa (UTS).	[63]
2011	Al6061	Tentative d'utilisation d'une faible puissance pour la préparation d'aluminium dense ; taux de densification 89.5%.	[62]
2012	AlSi10Mg	Résistance à la fatigue élevée par rapport à EN 1706.	[65]
2012, 2013	AlSi10Mg	Taux de densification 99,8%, texture significative, anisotropie des propriétés mécaniques, UTS ≈ 390 MPa.	[66] [67]
2014	Al-20Si	Influence des traitements thermiques sur les échantillons. UTS > 500 MPa, ductilité > 8 % après traitement thermique.	[68]
2015	Al12Si	Taux de densification 99 %, un traitement thermique contrôle le comportement mécanique. UTS > 400 MPa, ductilite ≈ 4%.	[69]
	AlSi10Mg	Taux de densification 99,2%.	[70]
	AlSi10Mg +TiC	Migration des particules pendent le procèdé.	[71]
2016	A356	Taux de densification 99,8%. UTS = 400 MPa, ductilité ≈ 15 %.	[72]

D'une façon générale les auteurs constatent que la porosité diminue lorsque la puissance du laser augmente (en fait la densité d'énergie). Par ailleurs, plus la vitesse du faisceau laser est faible (ce qui correspond aussi à une augmentation de la densité d'énergie), plus la porosité diminue. Ainsi les travaux les plus récents montrent que des pièces avec des porosités de faibles dimensions peuvent être fabriquées par fusion laser lorsque la quantité d'énergie transférée au matériau est importante. Kimura et al. [72] et Buchbinder et al. [63] par exemple ont obtenu une densité relative proche de 99.8% pour une pièce fabriquée avec une vitesse de balayage de 1300 mm/s et une puissance laser de 900 W (Figure I.9).

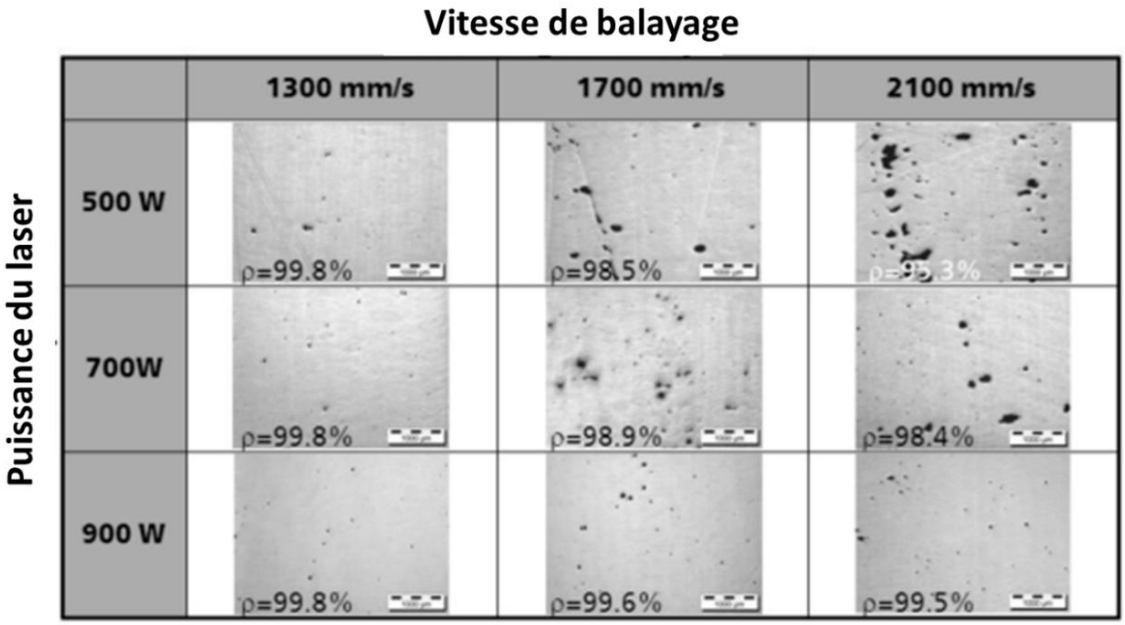

Figure I.9 Micrographies de coupes transversales d'échantillons fabriqués par SLM avec différentes vitesses de balayage et différentes puissances laser d'après Buchbinder et al. [63]

I.6 Alliages Al - Si

Selon la teneur en silicium, les alliages Al - Si peuvent être définis comme hypo eutectiques (<10% en poids Si), eutectiques (12-10% en poids Si), ou hyper eutectiques (> 12% en poids Si). La Figure I.10 présente le diagramme de phases des alliages aluminium – silicium.

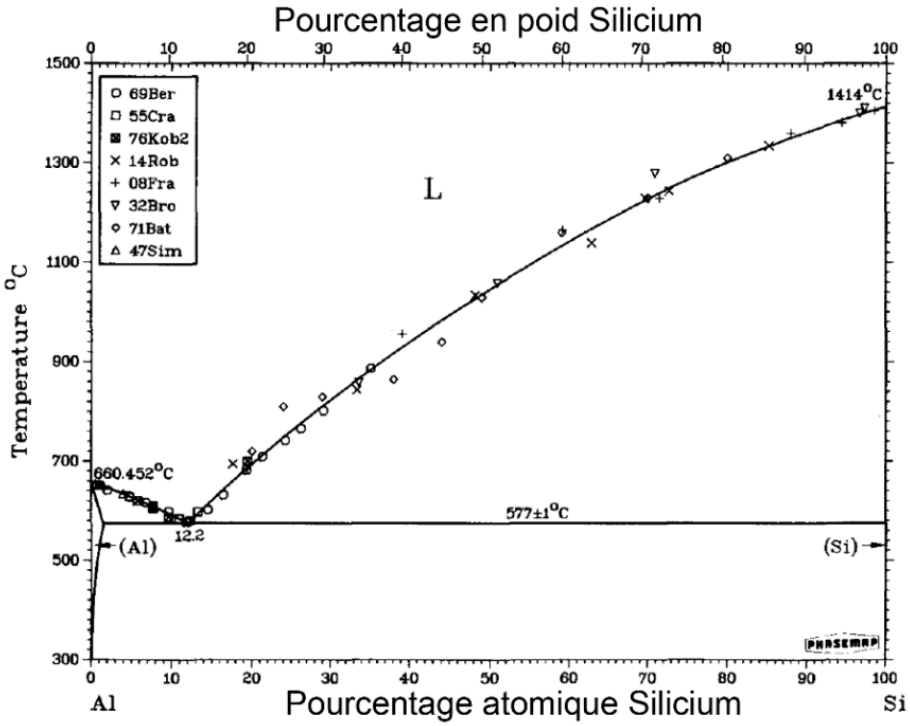

Figure I.10 Diagramme de phase des alliages Al – Si d'après AMS. [73]

Les alliages à base de Al-Si contenant de 3 à 50% (en poids) en silicium sont aussi appelé comme « Silumin » [74]. Ces alliages appartiennent en fait aux (3xxx) et (4xxx) [75]. Les Silumin présentent une haute résistance au frottement et à la corrosion. En outre, l'addition de Si à Al rend la phase liquide moins visqueuse, ce qui facilite la mise en forme par fonderie. Les microstructures des alliages Al-Si-Mg avec différentes teneurs en silicium sont présentées dans la Figure I. 11. Il est clair que la microstructure change avec l'augmentation de la teneur en silicium lorsque le teneur de silicium dépasse 12%, on voit apparaitre les grains de silicium primaire.

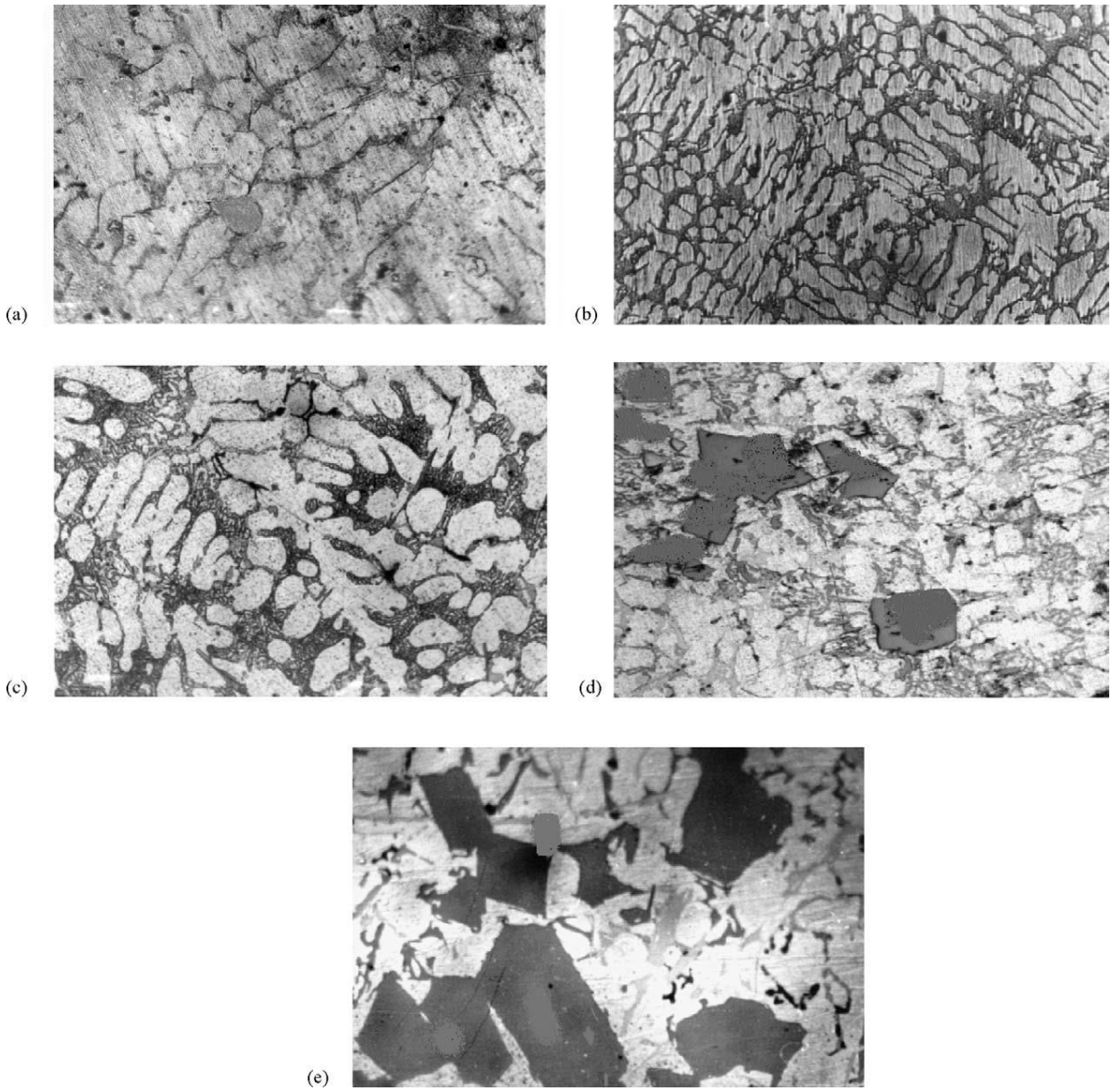

Figure I.11 Microphotographies optiques de structure de fonderie: (a) Al 4% de Si-0,3% Mg, (b) 8% d'Al-Si-Mg 0,3%, (c) 12% d'Al-Si-0,3% de Mg, (d) Al 16% Si-0,3% Mg et (e) Al-20% Si-0,3% Mg (200 ×) [76].

Les alliages Al - Si sont donc largement utilisés en fonderie en raison de leur bonne coulabilité et parmi ces alliages, l'alliage Al-12Si proche de l'eutectique (12.6%) est l'un des plus utilisés. A la température eutectique (577 °C), l'Al et le Si peuvent former des solutions solides avec une limite maximale de solubilité de 1,65% de Si dans l'Al et 0,17% de Al dans le Si. La microstructure typique de Al-12Si fabriqué par fonderie est présentée dans la

Figure I.12. Cette microstructure ne peut pas être modifiée sensiblement par traitement thermique. Par contre lorsque ce type d'alliage est fabriqué par SLM à partir de poudres [77], [78], on obtient une microstructure ultrafine, ce qui conduit à une amélioration des propriétés mécaniques [79].

Au niveau des propriétés, Clarke et Sarkar [80] ont montré que la résistance à l'usure des alliages Al - Si augmente avec l'augmentation de la teneur en Si jusqu'à ce que la composition soit eutectique. Par ailleurs les propriétés mécaniques sont influencées par la taille, la morphologie et la distribution du silicium. Par exemple, Liu et al. [81] ont montré qu'une distribution sphérique, fine et uniforme du Si est bénéfique pour améliorer les propriétés mécaniques de ces alliages.

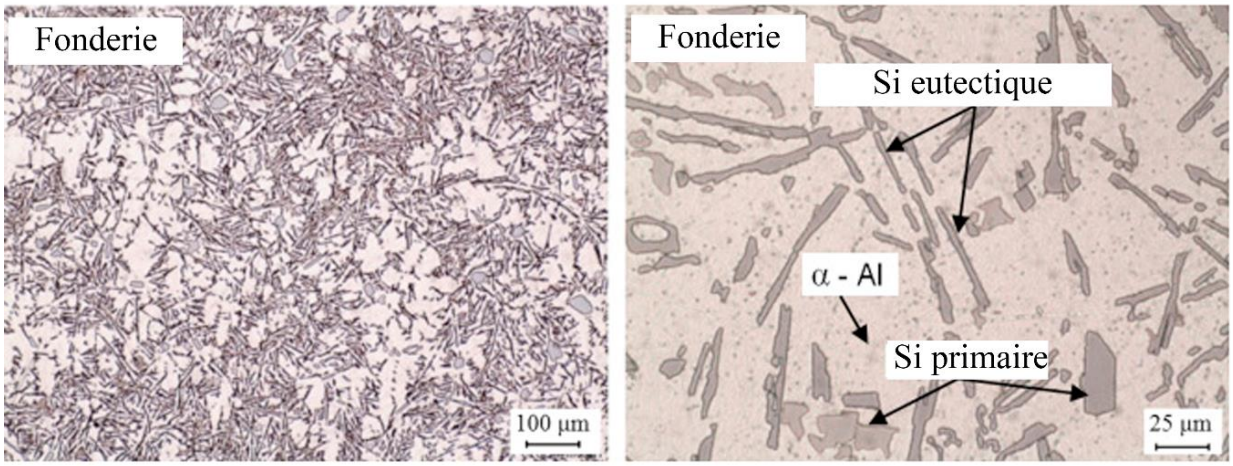

Figure I.12 Microstructure typique d'un alliage Al12Si brut de fonderie d'après Aktarer et al. [82]

Dans l'industrie automobile le moulage d'alliages hyper eutectiques Al-18Si (% en poids) est aussi largement utilisé pour la réalisation de composants anti-usure dans les moteurs. Les mécanismes d'usure de ce matériau ont donc été largement étudiés et sont relativement bien connus [83] [80]. Quelques particularités sur les mécanismes d'usure ont été rapportées par Clark et al. [80].

- Le transfert mutuel de matière entre le pion d'Al-Si et de la contre-face en acier semble être une caractéristique de tous les régimes d'usure et devient d'autant plus important que la charge augmente.
- La transition de légère à sévère de l'usure est associée à l'existence d'un processus de délaminage.

Pour les alliages Al-Si fabriqués par fonderie, les microstructures fines favorables aux performances mécaniques sont généralement obtenues par l'addition d'agents de modification comme le Ce [83] (Figure I.13), car il est souvent difficile de jouer sur la vitesse de solidification. Avec l'ajout de 1% de cérium on observe que la taille de silicium primaire diminue notablement depuis une centaine de micromètres jusqu'à une vingtaine de micromètres. La contrainte maximum à rupture (UTS) augmente de 50% et la ductilité d'environ 150% dans le même temps (Figure I.14).

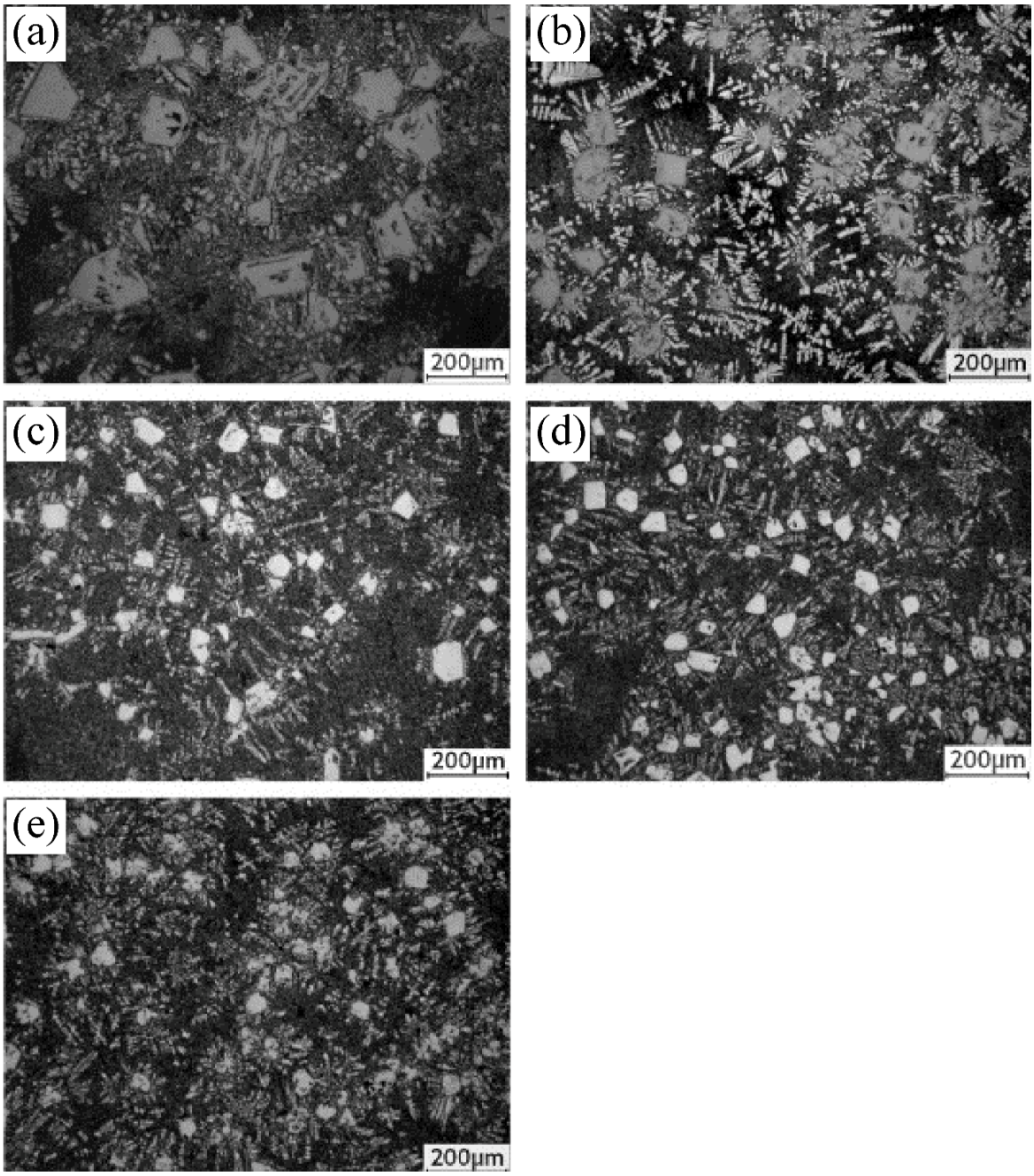

Figure I.13 Microstructures d'un alliage Al-20Si avec différentes teneurs en Ce (a) 0%, (b) 0.3%, (c) 0.5%, (d) 0.8% and (e) 1.0% d'après Li et al. [84]

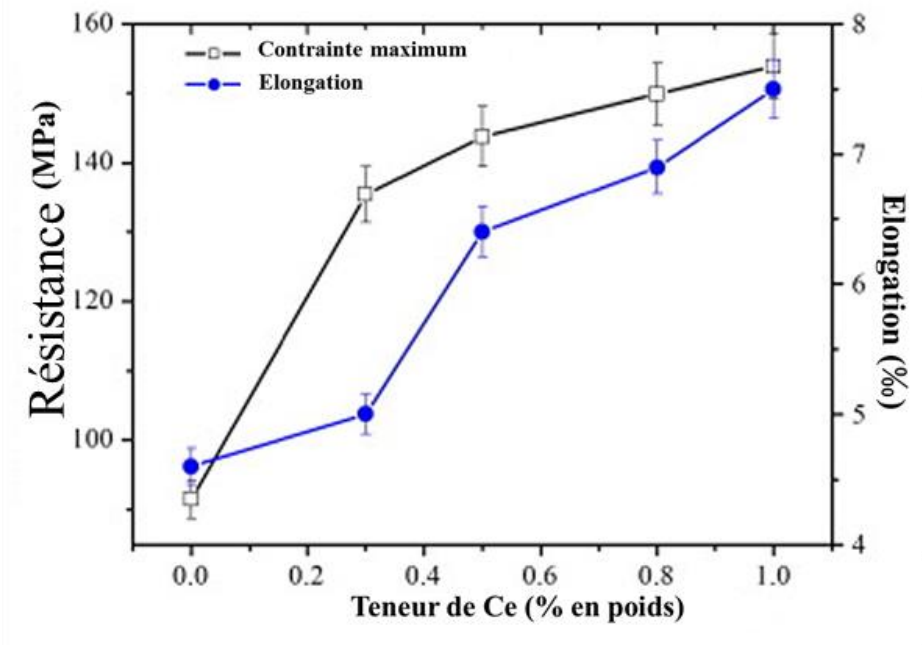

Figure I.14 Propriétés mécaniques d'un alliage hyper eutectique Al-20Si avec différentes teneurs en Ce d'après Li et al. .[84]

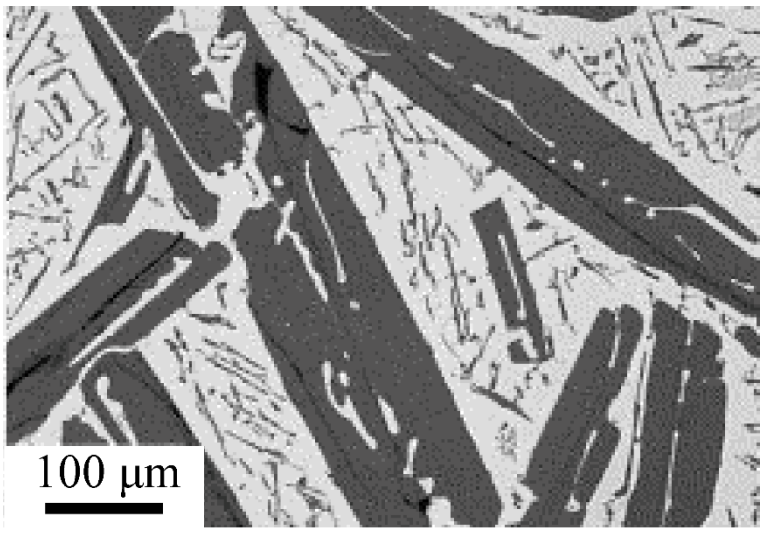

Figure I.15 Microstructure d'un alliage Al-70Si de fonderie d'après Hogg et al. [85]

Cependant, une étude de Hogg et Atkinson [86] a montré que l'addition d'un agent de modification n'est pas suffisant pour affiner la phase de silicium primaire lorsque la teneur en Si est supérieure à 25 en poids. %. Une autre façon d'affiner la microstructure des alliages Al - Si hyper eutectiques est bien sûr l'utilisation d'une cinétique de refroidissement rapide pour limiter la croissance des grains. L'utilisation du processus de solidification rapide est

indépendante de la composition de l'alliage et permet également une réduction des coûts [87]. La technique est toutefois difficile à mettre en œuvre et le résultat dépend de la taille des pièces.

Plus récemment, la production d'alliages Al - Si a repris de l'intérêt grâce à la fabrication additive, en raison des taux élevés de refroidissement généralement observés. De nombreuses techniques telles que le dépôt direct de métal (DMD) [88], la pulvérisation (SF) [89], la projection plasma [90] et le frittage / fusion par laser [91] [90] ont été considérées. Olakanmi [92] a étudié la possibilité de produire de l'Al pur et des alliages Al-Mg et Al-Si par SLM / SLS et rapporte que l'alliage Al-12Si, en raison de sa faible dilatation thermique et d'une répartition uniforme de la pellicule d'oxyde de surface, est un matériau particulièrement approprié pour le SLM / SLS.

Les alliages Al - Si fortement hyper eutectiques présentent aussi une faible densité, une conductivité thermique élevée et un coefficient de dilatation thermique (7-9 × 10-6 $℃^{-1}$) proche du silicium et du GaAs, qui sont des matériaux semi-conducteurs classiquement utilisés en électronique [16]. Ils sont donc considérés comme la prochaine génération de matériaux d'emballage pour les dispositifs électroniques (EPM). La Figure I.15 présente la microstructure d'un alliage Al-70Si de fonderie illustrant la taille très importante des grains de Si primaire, dans le cas d'une fonderie classique. Ces caractéristiques en font donc des candidats privilégies pour une mise en forme par fabrication additive.

I.7 Utilisation de mélanges de poudres.

Les matériaux généralement utilisés en SLM sont des poudres pré-alliées, correspondant à des formulations d'alliages classiques comme Al-12Si [77], AlSi10Mg [93], Al-Cu et AL6061 [62]. Les poudres pré-alliées présentent d'une façon générale de bonnes performances dans le processus SLM en raison de la répartition homogène du ou des éléments d'addition qui

conduisent à des propriétés physiques et chimiques uniformes. Cependant le coût de fabrication des poudres pré-alliées est très supérieur au coût de revient d'une poudre métallique pure. La fabrication d'une poudre pré-alliée introduit également une étape supplémentaire dans le processus de fabrication. Certains auteurs [55] [59] [94] ont donc commencé à étudier la possibilité de travailler à partir de mélanges de poudres en remplaçant l'étape de formation d'un alliage (coûteuse) par une étape de mélange (peu coûteuse et simple à réaliser). L'utilisation de mélanges de poudres permet également de gagner en flexibilité (diverses compositions peuvent être réalisées et testées rapidement pour de petites quantités avec des coûts réduits).

I.8 Phénomène de « balling »

Au cours du processus SLM la piste de fusion laser tend à diminuer son énergie de surface en réduisant le rapport surface/volume. Une sphéroïdisation de la poudre fondu sous l'effet de tension superficielle. Donc un phénomène de « balling », typique des processus de fusion locale, peut apparaître et affectes significativement la qualité de formage. Les effets défavorables des phénomènes de « balling » peuvent se résumer comme suit [95]:

- Le phénomène de « balling » augmente la rugosité de surface.
- Un grand nombre de pores ont tendance à être formés entre les nombreuses billes métalliques discontinues, ce qui entraîne des propriétés mécaniques médiocres.
- Les billes de métal formées peuvent entraver le mouvement de balayage du racleur de poudre et créer ainsi des défauts de remplissage, voié un arrêt de la machine.

Références de chapitre 1

[1] « ASTM International - Standards Worldwide ». [En ligne]. Disponible sur: http://www.astm.org./.

[2] L. Lü, J. Y. H. Fuh, et Y. S. Wong, *Laser-Induced Materials and Processes for Rapid Prototyping*. Boston, MA: Springer US, 2001.

[3] D. T. Pham et S. S. Dimov, *Rapid Manufacturing*. London: Springer London, 2001.

[4] C. Y. Yap *et al.*, « Review of selective laser melting: Materials and applications », *Appl. Phys. Rev.*, vol. 2, n° 4, p. 41101, déc. 2015.

[5] M. Elahinia, N. Shayesteh Moghaddam, M. Taheri Andani, A. Amerinatanzi, B. A. Bimber, et R. F. Hamilton, « Fabrication of NiTi through additive manufacturing: A review », *Prog. Mater. Sci.*, vol. 83, p. 630‑663, oct. 2016.

[6] A. J. Pinkerton, « Lasers in additive manufacturing », *Opt. Laser Technol.*, vol. 78, p. 25‑32, avr. 2016.

[7] « Rapid Prototype Manufacture. », *Wikipedia, the free encyclopedia*. .

[8] L. E. Murr, « Frontiers of 3D Printing/Additive Manufacturing: from Human Organs to Aircraft Fabrication† », *J. Mater. Sci. Technol.*, août 2016.

[9] J. S. Mohammed, « Applications of 3D printing technologies in oceanography », *Methods Oceanogr.*, vol. 17, p. 97‑117, déc. 2016.

[10] P. Fischer, V. Romano, H. P. Weber, N. P. Karapatis, E. Boillat, et R. Glardon, « Sintering of commercially pure titanium powder with a Nd:YAG laser source », *Acta Mater.*, vol. 51, n° 6, p. 1651‑1662, avr. 2003.

[11] T. Laoui *et al.*, « Properties of Titanium Dental Implant Models Made by Laser Processing », *Proc. Inst. Mech. Eng. Part C J. Mech. Eng. Sci.*, vol. 220, n° 6, p. 857‑863, janv. 2006.

[12] X. Zhou *et al.*, « 3D-imaging of selective laser melting defects in a Co–Cr–Mo alloy by synchrotron radiation micro-CT », *Acta Mater.*, vol. 98, p. 1‑16, oct. 2015.

[13] 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 », *J. Alloys Compd.*, vol. 615, p. 338‑347, déc. 2014.

[14] « Part and Material Properties in Selective Laser Melting of Metals », *Scribd*. [En ligne]. Disponible sur: https://fr.scribd.com/document/265204115/Part-and-Material-Properties-in-Selective-Laser-Melting-of-Metals.

[15] M. Leary M. Mazur, J. Elambasseril, M. McMillan, T. Chirent, Y. Sun, M. Qian, M. Easton, M. Brandt, « Selective laser melting (SLM) of AlSi12Mg lattice structures », *Mater. Des.*, vol. 98, p. 344‑357, mai 2016.

[16] N. Kang, P. Coddet, C. Chen, Y. Wang, H. Liao, et C. Coddet, « Microstructure and wear behavior of in-situ hypereutectic Al–high Si alloys produced by selective laser melting », *Mater. Des.*, vol. 99, p. 120‑126, juin 2016.

[17] S. A. Khairallah, A. T. Anderson, A. Rubenchik, et W. E. King, « Laser powder-bed fusion additive manufacturing: Physics of complex melt flow and formation mechanisms of pores, spatter, and denudation zones », *Acta Mater.*, vol. 108, p. 36‑45, avr. 2016.

[18] J. P. Kruth, X. Wang, T. Laoui, et L. Froyen, « Lasers and materials in selective laser sintering », *Assem. Autom.*, vol. 23, n° 4, p. 357‑371, déc. 2003.

[19] baicheng Zhang, « Fusion sélective par laser (SLM) - Influence de l'atmosphère et réalisation d'alliage in situ », thèse de doctorat, University of technology of Belfort-Montbeliard, 2013.

[20] S. Marimuthu, A. Triantaphyllou, M. Antar, D. Wimpenny, H. Morton, et M. Beard, « Laser polishing of selective laser melted components », *Int. J. Mach. Tools Manuf.*,

vol. 95, p. 97‑104, août 2015.

[21] N. Hopkinson, R. Hague, et P. Dickens, *Rapid Manufacturing: An Industrial Revolution for the Digital Age*. John Wiley & Sons, 2006.

[22] M.W. Wu et P.H. Lai, « The positive effect of hot isostatic pressing on improving the anisotropies of bending and impact properties in selective laser melted Ti-6Al-4V alloy », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 658, p. 429‑438, mars 2016.

[23] Z. H. Liu, D. Q. Zhang, S. L. Sing, C. K. Chua, et L. E. Loh, « Interfacial characterization of SLM parts in multi-material processing: Metallurgical diffusion between 316L stainless steel and C18400 copper alloy », *Mater. Charact.*, vol. 94, p. 116‑125, août 2014.

[24] V. Raja, S. Zhang, J. Garside, C. Ryall, et D. Wimpenny, « Rapid and cost-effective manufacturing of high-integrity aerospace components », *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 27, n° 7‑8, p. 759‑773, janv. 2006.

[25] A. Vasinonta, J. L. Beuth, et M. L. Griffith, « A Process Map for Consistent Build Conditions in the Solid Freeform Fabrication of Thin-Walled Structures », *J. Manuf. Sci. Eng.*, vol. 123, n° 4, p. 615, 2001.

[26] G. Sansoni et F. Docchio, « Three-dimensional optical measurements and reverse engineering for automotive applications », *Robot. Comput.-Integr. Manuf.*, vol. 20, n° 5, p. 359‑367, oct. 2004.

[27] N. Hopkinson, Y. Gao, et D. J. McAfee, « Design for environment analyses applied to rapid manufacturing », *Proc. Inst. Mech. Eng. Part J. Automob. Eng.*, vol. 220, n° 10, p. 1363‑1372, janv. 2006.

[28] V. Canellidis, V. Dedoussis, N. Mantzouratos, et S. Sofianopoulou, « Pre-processing methodology for optimizing stereolithography apparatus build performance », *Comput. Ind.*, vol. 57, n° 5, p. 424‑436, juin 2006.

[29] K. Abdel Ghany et S. F. Moustafa, « Comparison between the products of four RPM systems for metals », *Rapid Prototyp. J.*, vol. 12, n° 2, p. 86‑94, mars 2006.

[30] H. Asgharzadeh et A. Simchi, « Effect of sintering atmosphere and carbon content on the densification and microstructure of laser-sintered M2 high-speed steel powder », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 403, n° 1‑2, p. 290‑298, août 2005.

[31] M. S. A. Aziz, T. Ueda, T. Furumoto, S. Abe, A. Hosokawa, et A. Yassin, « Study on Machinability of Laser Sintered Materials Fabricated By Layered Manufacturing System: Influence of Different Hardness of Sintered Materials », *Procedia CIRP*, vol. 4, p. 79‑83, 2012.

[32] H. Li et X. Zeng, « A study on embedded resistor components fabricated by laser micro-cladding and rapid prototype », *Mater. Sci. Eng. B*, vol. 133, n° 1‑3, p. 84‑90, août 2006.

[33] X. Zeng, X. Li, J. Liu, et X. Qi, « Direct fabrication of electric components on insulated boards by laser microcladding electronic pastes », *IEEE Trans. Adv. Packag.*, vol. 29, n° 2, p. 291‑294, mai 2006.

[34] N. Guo et M. C. Leu, « Additive manufacturing: technology, applications and research needs », *Front. Mech. Eng.*, vol. 8, n° 3, p. 215‑243, sept. 2013.

[35] C. M. Cheah, C. K. Chua, C. W. Lee, C. Feng, et K. Totong, « Rapid prototyping and tooling techniques: a review of applications for rapid investment casting », *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 25, n° 3‑4, p. 308‑320, févr. 2005.

[36] D. King et T. Tansey, « Rapid tooling: selective laser sintering injection tooling », *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 132, n° 1‑3, p. 42‑48, janv. 2003.

[37] F. J. Lino, R. J. L. Neto, R. Paiva, et A. Moreira, « Rapid Prototyping and Rapid Tooling Applied in Product Development of Ceramic Components », *Mater. Sci.*

Forum, vol. 455‑456, p. 835‑838, 2004.

[38] R. S. Evans, D. L. Bourell, J. J. Beaman, et M. I. Campbell, « Rapid manufacturing of silicon carbide composites », *Rapid Prototyp. J.*, vol. 11, n° 1, p. 37‑40, févr. 2005.

[39] A. Gahler, J. G. Heinrich, et J. Günster, « Direct laser sintering of Al2O3-SiO2 dental ceramic components by layer-wise slurry deposition », *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 89, n° 10, p. 3076‑3080, oct. 2006.

[40] J.-P. Kruth, M. C. Leu, et T. Nakagawa, « Progress in Additive Manufacturing and Rapid Prototyping », *CIRP Ann. - Manuf. Technol.*, vol. 47, n° 2, p. 525‑540, 1998.

[41] « Dremel 3D Printer », *ToolGuyd*, 17-sept-2014. [En ligne]. Disponible sur: http://toolguyd.com/dremel-3d-printer/.

[42] R. Li, Y. Shi, Z. Wang, L. Wang, J. Liu, et W. Jiang, « Densification behavior of gas and water atomized 316L stainless steel powder during selective laser melting », *Appl. Surf. Sci.*, vol. 256, n° 13, p. 4350‑4356, avr. 2010.

[43] K. Kempen, E. Yasa, L. Thijs, J.-P. Kruth, et J. Van Humbeeck, « Microstructure and mechanical properties of Selective Laser Melted 18Ni-300 steel », *Phys. Procedia*, vol. 12, p. 255‑263, 2011.

[44] L. E. Murr *et al.*, « Microstructures and Properties of 17-4 PH Stainless Steel Fabricated by Selective Laser Melting », *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 1, n° 3, p. 167‑177, oct. 2012.

[45] K. Guan, Z. Wang, M. Gao, X. Li, et X. Zeng, « Effects of processing parameters on tensile properties of selective laser melted 304 stainless steel », *Mater. Des.*, vol. 50, p. 581‑586, sept. 2013.

[46] B. Song, S. Dong, S. Deng, H. Liao, et C. Coddet, « Microstructure and tensile properties of iron parts fabricated by selective laser melting », *Opt. Laser Technol.*,

vol. 56, p. 451‑460, mars 2014.

[47] « Materials Properties Handbook: Titanium Alloys - ASM International ».

[48] L. C. Zhang, D. Klemm, J. Eckert, Y. L. Hao, et T. B. Sercombe, « Manufacture by selective laser melting and mechanical behavior of a biomedical Ti–24Nb–4Zr–8Sn alloy », *Scr. Mater.*, vol. 65, n° 1, p. 21‑24, juin 2011.

[49] Y. J. Liu, X. P. Li, L. C. Zhang, et T. B. Sercombe, « Processing and properties of topologically optimised biomedical Ti–24Nb–4Zr–8Sn scaffolds manufactured by selective laser melting », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 642, p. 268‑278, août 2015.

[50] B. Vrancken, L. Thijs, J.-P. Kruth, et J. Van Humbeeck, « Heat treatment of Ti6Al4V produced by Selective Laser Melting: Microstructure and mechanical properties », *J. Alloys Compd.*, vol. 541, p. 177‑185, nov. 2012.

[51] W. Xu *et al.*, « Additive manufacturing of strong and ductile Ti–6Al–4V by selective laser melting via in situ martensite decomposition », *Acta Mater.*, vol. 85, p. 74‑84, févr. 2015.

[52] F. Xie, X. He, Y. Lv, M. Wu, X. He, et X. Qu, « Selective laser sintered porous Ti–(4–10)Mo alloys for biomedical applications: Structural characteristics, mechanical properties and corrosion behaviour », *Corros. Sci.*, vol. 95, p. 117‑124, juin 2015.

[53] W. Li *et al.*, « Effect of laser scanning speed on a Ti-45Al-2Cr-5Nb alloy processed by selective laser melting: Microstructure, phase and mechanical properties », *J. Alloys Compd.*, vol. 688, p. 626‑636, déc. 2016.

[54] W. Li, J. Liu, S. Wen, Q. Wei, C. Yan, et Y. Shi, « Crystal orientation, crystallographic texture and phase evolution in the Ti–45Al–2Cr–5Nb alloy processed by selective laser melting », *Mater. Charact.*, vol. 113, p. 125‑133, mars 2016.

[55] M. Fischer, D. Joguet, G. Robin, L. Peltier, et P. Laheurte, « In situ elaboration of a

binary Ti–26Nb alloy by selective laser melting of elemental titanium and niobium mixed powders », *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 62, p. 852‑859, mai 2016.

[56] E. A. Starke et J. T. Staley, « Application of modern aluminum alloys to aircraft », *Prog. Aerosp. Sci.*, vol. 32, n° 2‑3, p. 131‑172, 1996.

[57] G. Çam et M. Koçak, « Progress in joining of advanced materials », *Int. Mater. Rev.*, vol. 43, n° 1, p. 1‑44, janv. 1998.

[58] L. F. Mondolfo, *Aluminium alloys: structure and properties*. Butterworths, 1976.

[59] B. Song, « Nouvelles voies de fabrication d'alliages métalliques à hautes performances à partir de poudres », thèse de doctorat, Université de Technologie de Belfort-Montbeliard, 2014.

[60] « CRC Handbook of Chemistry and Physics, 84th Edition », *CRC Press*, 19-juin-2003. [En ligne]. Disponible sur: https://www.crcpress.com/CRC-Handbook-of-Chemistry-and-Physics-84th-Edition/Lide/p/book/9780849304842.

[61] E. O. Olakanmi, R. F. Cochrane, et K. W. Dalgarno, « A review on selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of aluminium alloy powders: Processing, microstructure, and properties », *Prog. Mater. Sci.*, vol. 74, p. 401‑477, oct. 2015.

[62] E. Louvis, P. Fox, et C. J. Sutcliffe, « Selective laser melting of aluminium components », *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 211, n° 2, p. 275‑284, févr. 2011.

[63] D. Buchbinder, H. Schleifenbaum, S. Heidrich, W. Meiners, et J. Bültmann, « High Power Selective Laser Melting (HP SLM) of Aluminum Parts », *Phys. Procedia*, vol. 12, p. 271‑278, 2011.

[64] S. Dadbakhsh et L. Hao, « In Situ Formation of Particle Reinforced Al Matrix Composite by Selective Laser Melting of Al/Fe2O3 Powder Mixture », *Adv. Eng. Mater.*, vol. 14, n° 1‑2, p. 45‑48, févr. 2012.

[65] E. Brandl, U. Heckenberger, V. Holzinger, et D. Buchbinder, « Additive manufactured AlSi10Mg samples using Selective Laser Melting (SLM): Microstructure, high cycle fatigue, and fracture behavior », *Mater. Des.*, vol. 34, p. 159‑169, févr. 2012.

[66] L. Thijs, K. Kempen, J.-P. Kruth, et J. Van Humbeeck, « Fine-structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder », *Acta Mater.*, vol. 61, n° 5, p. 1809‑1819, mars 2013.

[67] K. Kempen, L. Thijs, J. Van Humbeeck, et J.-P. Kruth, « Mechanical Properties of AlSi10Mg Produced by Selective Laser Melting », *Phys. Procedia*, vol. 39, p. 439‑446, 2012.

[68] P. Ma *et al.*, « Influence of Annealing on Mechanical Properties of Al-20Si Processed by Selective Laser Melting », *Metals*, vol. 4, n° 1, p. 28‑36, janv. 2014.

[69] S. Siddique, M. Imran, E. Wycisk, C. Emmelmann, et F. Walther, « Influence of process-induced microstructure and imperfections on mechanical properties of AlSi12 processed by selective laser melting », *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 221, p. 205‑213, juill. 2015.

[70] N. Read, W. Wang, K. Essa, et M. M. Attallah, « Selective laser melting of AlSi10Mg alloy: Process optimisation and mechanical properties development », *Mater. Des. 1980-2015*, vol. 65, p. 417‑424, janv. 2015.

[71] P. Yuan, D. Gu, et D. Dai, « Particulate migration behavior and its mechanism during selective laser melting of TiC reinforced Al matrix nanocomposites », *Mater. Des.*, vol. 82, p. 46‑55, oct. 2015.

[72] T. Kimura et T. Nakamoto, « Microstructures and mechanical properties of A356 (AlSi7Mg0.3) aluminum alloy fabricated by selective laser melting », *Mater. Des.*, vol. 89, p. 1294‑1301, janv. 2016.

[73] « ASM Alloy Phase Diagram Database™ - ASM International ». [En ligne]. Disponible sur: http://www.asminternational.org/materials-resources/online-databases/-/journal_content/56/10192/15469013/DATABASE.

[74] R. L. Deuis, C. Subramanian, et J. M. Yellup, « Dry sliding wear of aluminium composites—A review », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 57, n° 4, p. 415‑435, janv. 1997.

[75] Z. Ma, A. M. Samuel, F. H. Samuel, H. W. Doty, et S. Valtierra, « A study of tensile properties in Al–Si–Cu and Al–Si–Mg alloys: Effect of β-iron intermetallics and porosity », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 490, n° 1‑2, p. 36‑51, août 2008.

[76] R. Sharma, Anesh, et D. K. Dwivedi, « Influence of silicon (wt.%) and heat treatment on abrasive wear behaviour of cast Al–Si–Mg alloys », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 408, n° 1‑2, p. 274‑280, nov. 2005.

[77] J. Suryawanshi, K. G. Prashanth, S. Scudino, J. Eckert, O. Prakash, et U. Ramamurty, « Simultaneous enhancements of strength and toughness in an Al-12Si alloy synthesized using selective laser melting », *Acta Mater.*, vol. 115, p. 285‑294, août 2016.

[78] X. P. Li *et al.*, « A selective laser melting and solution heat treatment refined Al–12Si alloy with a controllable ultrafine eutectic microstructure and 25% tensile ductility », *Acta Mater.*, vol. 95, p. 74‑82, août 2015.

[79] N. Kang, P. Coddet, L. Dembinski, H. Liao, et C. Coddet, « Microstructure and strength analysis of eutectic Al-Si alloy in-situ manufactured using selective laser melting from elemental powder mixture », *J. Alloys Compd.*, vol. 691, p. 316‑322, janv. 2017.

[80] J. Clarke et A. D. Sarkar, « Wear characteristics of as-cast binary aluminium-silicon alloys », *Wear*, vol. 54, n° 1, p. 7‑16, mai 1979.

[81] G. Liu, G. Li, A. Cai, et Z. Chen, « The influence of Strontium addition on wear properties of Al–20wt% Si alloys under dry reciprocating sliding condition », *Mater. Des.*, vol. 32, n° 1, p. 121‑126, janv. 2011.

[82] S. M. Aktarer, D. M. Sekban, O. Saray, T. Kucukomeroglu, Z. Y. Ma, et G. Purcek, « Effect of two-pass friction stir processing on the microstructure and mechanical properties of as-cast binary Al–12Si alloy », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 636, p. 311‑319, juin 2015.

[83] S. K. Dey, T. A. Perry, et A. T. Alpas, « Micromechanisms of low load wear in an Al–18.5% Si alloy », *Wear*, vol. 267, n° 1‑4, p. 515‑524, juin 2009.

[84] Q. Li, T. Xia, Y. Lan, W. Zhao, L. Fan, et P. Li, « Effect of rare earth cerium addition on the microstructure and tensile properties of hypereutectic Al–20%Si alloy », *J. Alloys Compd.*, vol. 562, p. 25‑32, juin 2013.

[85] S. C. Hogg, A. Lambourne, A. Ogilvy, et P. S. Grant, « Microstructural characterisation of spray formed Si–30Al for thermal management applications », *Scr. Mater.*, vol. 55, n° 1, p. 111‑114, juill. 2006.

[86] S. C. Hogg et H. V. Atkinson, « Inhibited coarsening of a spray-formed and extruded hypereutectic aluminum-silicon alloy in the semisolid state », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 36, n° 1, p. 149‑159, janv. 2005.

[87] H. S. Kang, W. Y. Yoon, K. H. Kim, M. H. Kim, et Y. P. Yoon, « Microstructure selections in the undercooled hypereutectic Al–Si alloys », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 404, n° 1‑2, p. 117‑123, sept. 2005.

[88] L. Z. Zhao, M. J. Zhao, L. J. Song, et J. Mazumder, « Ultra-fine Al–Si hypereutectic alloy fabricated by direct metal deposition », *Mater. Des.*, vol. 56, p. 542‑548, avr. 2014.

[89] C. Cui, A. Schulz, K. Schimanski, et H.-W. Zoch, « Spray forming of hypereutectic Al–Si alloys », *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 209, n° 11, p. 5220‑5228, juin 2009.

[90] K. G. Prashanth *et al.*, « Microstructure and mechanical properties of Al–12Si produced by selective laser melting: Effect of heat treatment », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 590, p. 153‑160, janv. 2014.

[91] X. J. Wang, L. C. Zhang, M. H. Fang, et T. B. Sercombe, « The effect of atmosphere on the structure and properties of a selective laser melted Al–12Si alloy », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 597, p. 370‑375, mars 2014.

[92] E. O. Olakanmi, « Selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of pure Al, Al–Mg, and Al–Si powders: Effect of processing conditions and powder properties », *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 213, n° 8, p. 1387‑1405, août 2013.

[93] D.-K. Kim, W. Woo, J.-H. Hwang, K. An, et S.-H. Choi, « Stress partitioning behavior of an AlSi10Mg alloy produced by selective laser melting during tensile deformation using in situ neutron diffraction », *J. Alloys Compd.*, vol. 686, p. 281‑286, nov. 2016.

[94] P. Vora, K. Mumtaz, I. Todd, et N. Hopkinson, « AlSi12 in-situ alloy formation and residual stress reduction using anchorless selective laser melting », *Addit. Manuf.*, vol. 7, p. 12‑19, juill. 2015.

[95] R. Li, J. Liu, Y. Shi, L. Wang, et W. Jiang, « Balling behavior of stainless steel and nickel powder during selective laser melting process », *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 59, n° 9‑12, p. 1025‑1035, avr. 2012.

Chapitre II

Moyens de caractérisation et dispositifs expérimentaux

Chapitre II Moyens de caractérisation et dispositifs expérimentaux

Ce chapitre présente les moyens de caractérisation, les matériaux et les équipements utilisés. Dans un premier temps, les appareils permettant l'observation et des matériaux et l'évaluation de leurs propriétés seront présentés. Dans un second temps, les caractéristiques des poudres relatives à leur méthode d'élaboration ainsi que les spécificités des dispositifs permettant la transformation de ces poudres (machine SLM, four, etc…) seront détaillées.

II.1 Moyens de caractérisation

Afin d'évaluer les caractéristiques des poudres et des matériaux fabriqués par SLM plusieurs techniques de caractérisation ont été utilisées. Les principaux équipements (la granulométrie, la diffraction des rayons X, les attaques chimiques, l'analyse d'images, les microscopies optique et électronique, la densitométrie, la rugosimétrie, la profilométrie, la durométrie Vickers et les essais de traction) et leurs caractéristiques sont détaillés ci-après.

II.1.1 Mesures de la granulométrie des poudres

Les matériaux de base utilisés en SLM sont sous forme de poudre. La taille et la morphologie des particules de poudre influent sur les caractéristiques des pièces produites. Lorsque la taille des particules de poudre est importante, la quantité d'énergie à fournir par le laser pour fondre entièrement la particule sera plus grande.

Par ailleurs, afin de répartir de manière uniforme et homogène la poudre sur le plateau support lors de la fabrication des pièces, la poudre doit avoir une bonne coulabilité. Les

particules doivent également avoir de préférence des tailles inférieures à la hauteur des couches réalisées afin de garantir la formation d'un lit de poudre homogène. La taille des poudres utilisées dans ces travaux a été mesurée par un granulométre à diffraction laser, Malvern Masterizer 2000. La Figure II.1 présente le principe de mesure de la granulométrie des poudres. Cette méthode est basée sur l'interaction entre un écoulement de particules et un faisceau laser incident. Ce type d'analyse est particulièrement adapté à la mesure de particules de forme sphéroïdale dont les propriétés optiques sont connues [1].

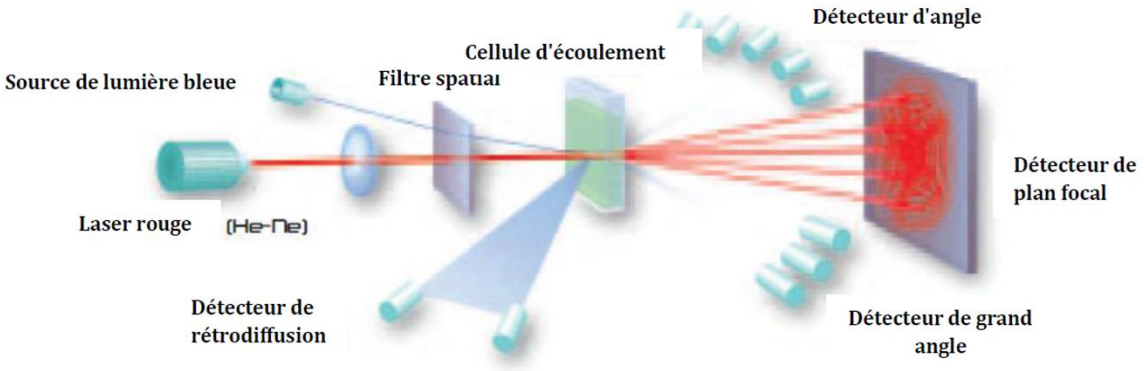

Figure II.1 Schéma de principe d'une granulométrie à diffraction laser selon les instructions du fabricant (Malvern Mastersizer 2000).

II.1.2 Observation et caractérisation de la microstructure

La microstructure des échantillons a été observée par microscopie optique (OM) (Nikon, Japon) et microscopie électronique à balayage (MEB) (JEOL JSM 7800F, Japon). Le MEB du laboratoire est équipé d'un spectromètre à dispersion d'énergie des rayons X (EDS) permettant de déterminer la composition des pièces.

Le logiciel Image J (NIH, USA) permet une analyse quantitative des caractéristiques d'une microstructure. Dans cette étude le taux de porosité, la taille des porosités et la taille des cristallites ont été considérés comme des éléments caractéristiques [2]. Une vingtaine

d'images ont été prises et analysées pour chaque échantillon.

La structure des matériaux a été analysée par diffraction des rayons X (DRX). La diffraction des rayons X permet l'identification des phases cristallines grâce à l'interférence d'un faisceau de rayons X avec les plans cristallins. Elle donne des informations sur les structures, les orientations cristallines, les phases et la valeur des paramètres cristallographiques. Un diffractomètre de marque Bruker AXS D8 Focus (Allemagne), équipé d'un compteur courbe permettant de faire des mesures sous une incidence fixe de 4°, a été utilisé pour caractériser les poudres et les échantillons. Ce diffractomètre est équipé d'une anticathode de Co Kα (λ = 1,7889 Å). Dans le cas d'une identification simple des phases, un domaine angulaire de 20 à 120° (en 2θ) a été balayé par pas de 0,02°.

II.1.3 Mesure de la micro dureté

La dureté des pièces a été déterminée à l'aide d'un indenteur Vickers (Leitz, Allemagne). Le principe de la mesure de dureté est présenté dans la Figure II.2. C'est un effet de la charge sur la dureté. Un indenteur permet la réalisation d'une empreinte sur la surface du matériau préalablement poli. La mesure de la taille de l'empreinte permet le calcul de la valeur de dureté en fonction des conditions d'essai (force appliquée). Dans ces travaux une charge de 200 g a été appliquée pendant un temps de 30 s. Pour chaque échantillon dix points de mesure ont été réalisés et chaque valeur présentée correspond à une valeur de dureté moyenne et à l'écart type calculé à partir des 10 mesures effectuées.

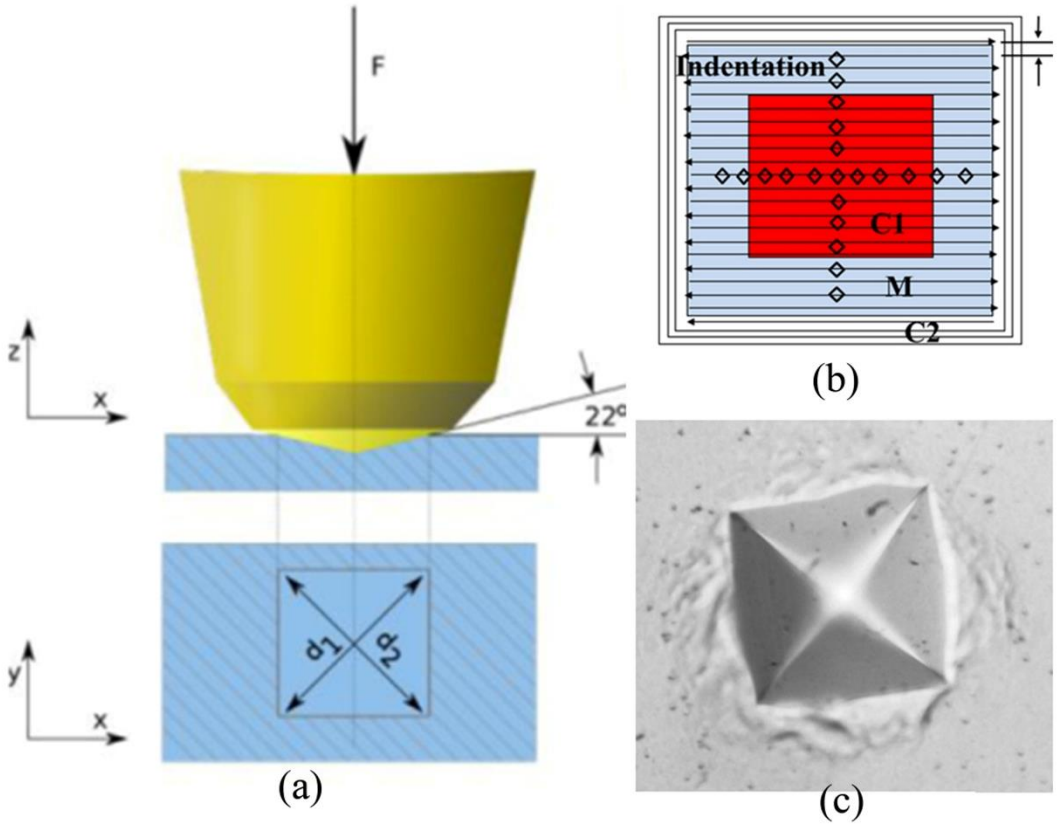

Figure II.2 (a) Schéma de principe de la mesure de la dureté Vickers, (b) position des empreintes, (c) morphologie d'empreinte

L'équation (2) présente la méthode de calcul de la micro dureté Vickers (en MPa) [3].

$$Hv = \frac{F}{A} = \frac{F}{\frac{1}{2}d^2/sin\frac{136^\circ}{2}} = \frac{2Fsin\frac{136^\circ}{2}}{d^2} = 1{,}8544\frac{F}{d^2} \quad (2)$$

Avec Hv = Dureté Vickers [MPa], F = Force appliquée [N], d = Moyenne des diagonales de l'empreinte [mm], A = Surface de l'empreinte [mm^2]

II.1.4 Mesure des propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques des matériaux élaborés ont été déterminées par des essais de traction réalisés à partir d'éprouvettes cylindriques normalisées (Norme DIN EN 10002-1) comme montré dans la Figure II.3.

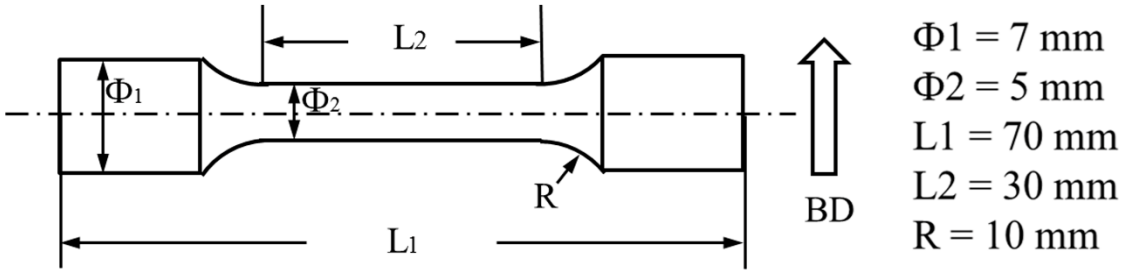

Figure II.3 Schéma des éprouvettes de traction

L'appareil utilisé pour tester la résistance des matériaux est une machine de traction (Lloyd Instrument LR50K) permettant de tester des éprouvettes jusqu'à 50 KN. La vitesse de traction est de 2 mm min^{-1}. La Figure II.4 présente une photo d'une éprouvette installée dans la machine de traction. L'essai de traction est répété 3 fois pour chaque échantillon.

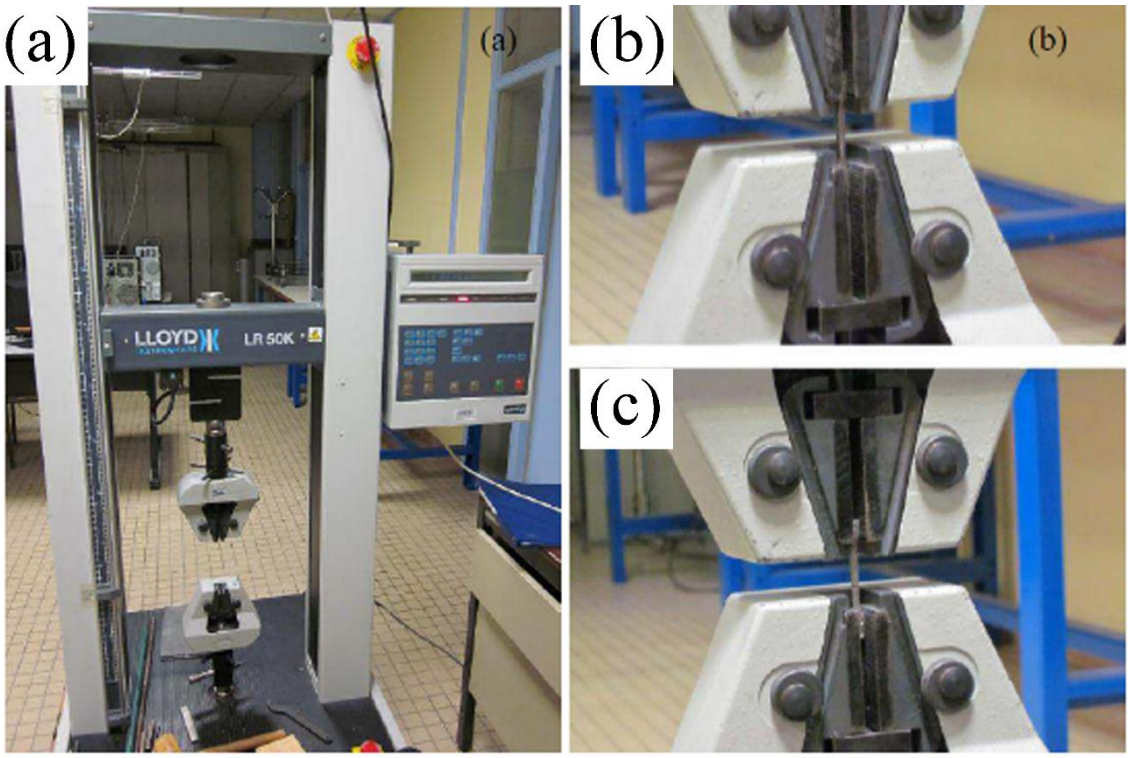

Figure II.4 Photographies montrant (a) la machine utilisée pour les essais de traction, (b) avant et (c) pendant la traction.

II.1.5 Mesure de la résistance à l'usure

Les essais de frottement permettant de déterminer la résistance à l'usure ont été réalisés avec un tribomètre (CSM, Suisse) [4]. Une bille de 6 mm en alumine (Al_2O_3) avec une

finition de surface « miroir » a été utilisée. Aucune lubrification n'est utilisée pour les essais réalisés sous environnement ambiant (température : 19-22 ℃, humidité : 45-55%). La charge normale, le diamètre de rotation et la vitesse de glissement étaient respectivement de 2 N, 5 mm et 30 mm/s. Les pièces testées ont été préalablement polies (Ra < 0,2).

La Figure II.5 présente une photo de l'appareil de mesure de la résistance à l'usure et un schéma de principe de l'action de la bille sur le matériau testé. Le taux d'usure, défini comme le volume usé par unité de charge normale rapporte à la distance de glissement, a été calculé en utilisant la formule :

$$v_r = \frac{2\pi rS}{p \times l} \quad (3)$$

Avec r = Rayon de la piste d'usure [mm]; S = Surface en coupe transversale de l'arc de cercle de la piste [mm^2], p = Charge sur la bille [N] et l = Distance de glissement [m].

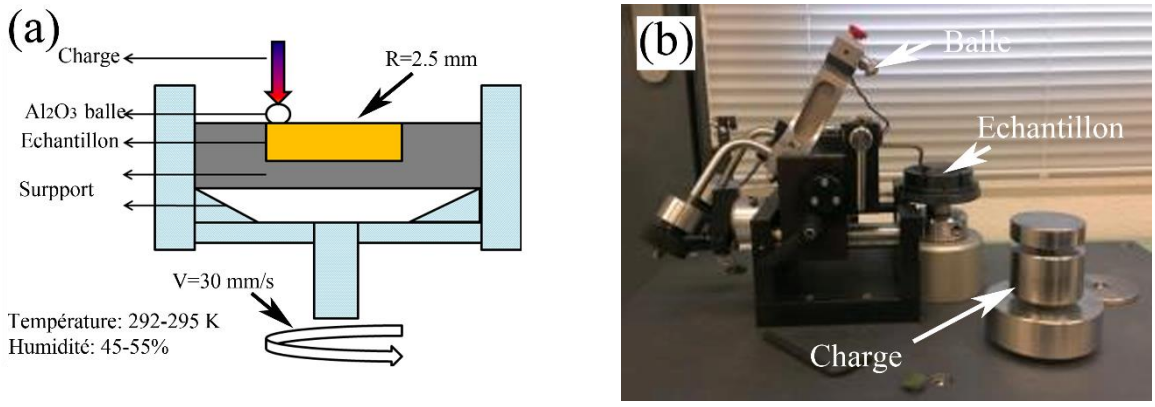

Figure II.5: (a) Représentation schématique et (b) photo de l'essai d'usure.

Après l'achèvement de 5000 lignes de glissement, la surface en coupe transversale des zones usées a été évaluée par profilométrie 3D en utilisant un appareil Altisurf 500 (Altimet, France). Les valeurs reportées dans ces travaux correspondent à une valeur moyenne d'un ensemble de 6 mesures effectuées à des positions aléatoires réparties le long de la trace d'usure.

Une partie des poudres utilisées a été fabriquée au laboratoire par atomisation sous gaz inerte (argon). Le matériau choisi est tout d'abord fondu dans un autoclave. Pendant l'étape d'atomisation, le métal liquide descend à travers la buse de coulée. Un gaz neutre (généralement de l'argon) est utilisé pour resserrer le filet de métal liquide qui descend de l'autoclave et ainsi permettre son atomisation spontanée sous l'effet de la tension superficielle et des turbulences. L'utilisation d'un gaz inerte permet d'éviter l'oxydation du matériau. Les fines gouttelettes de métal liquide se solidifient dans la chambre principale grâce à un échange convectif avec l'atmosphère ambiante [5]. La Figure II.6 présente une photo et un schéma de principe de la tour d'atomisation du laboratoire.

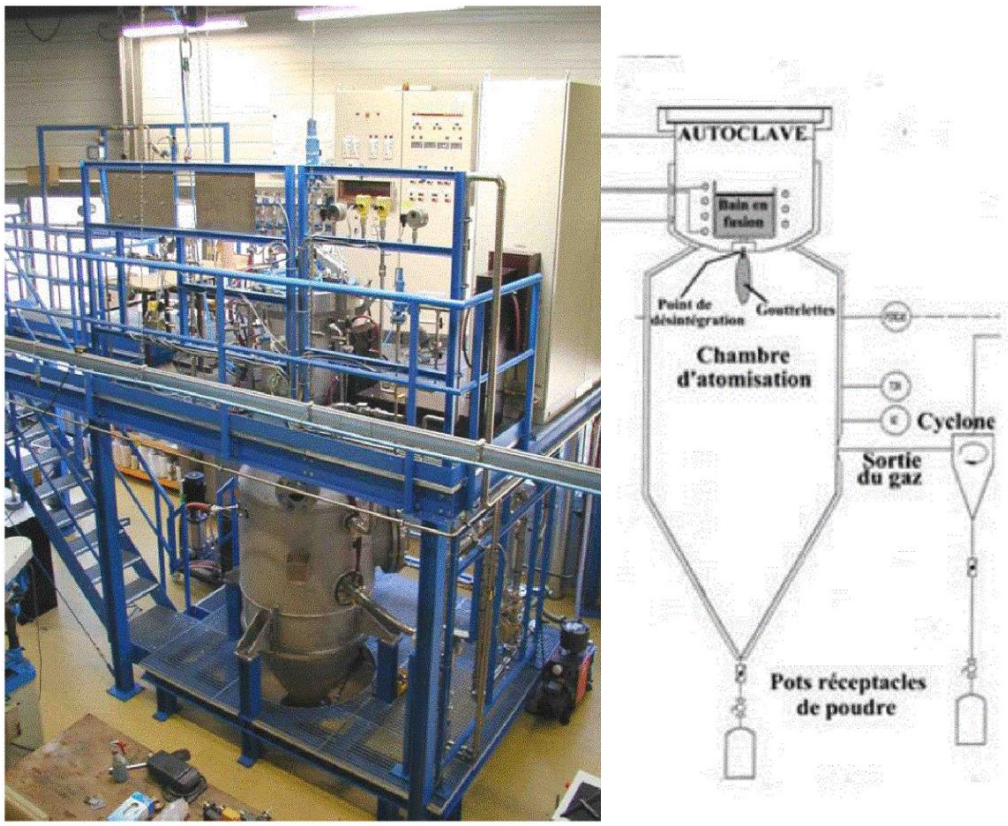

Figure II.6 (a) Photo et (b) schéma de la tour d'atomisation au gaz du laboratoire LERMPS.

La poudre obtenue dans la chambre principale est collectée dans des pots réceptacles en partie basse de la tour. Le procédé utilisé au LERMPS permet d'obtenir des poudres sphériques de granulométrie resserrée comprise généralement entre 1 et 100 µm pour des tailles de lots entre 5 et 70 kg. Avant leur utilisation les poudres sont classifiées par tamisage sous air ou sous atmosphère neutre selon le besoin.

II.2.1 Poudres d'aluminium et de silicium

La poudre d'aluminium (XINGRONGYUAN, Chine) obtenue par atomisation au gaz présente presque une forme sphérique. La valeur du diamètre médian (D (50)) des particules a été mesurée à 42 µm (Figure II.7 (a)). La poudre de silicium fabriquée par broyage mécanique a été approvisionnée auprès de deux fournisseurs. En effet, deux types de poudre ont été choisis afin de tester l'influence de la taille des particules dans le mélange. Une poudre dite « fine » avec un diamètre moyen de 6 µm (XINGRONGYUAN, Chine) (Figure II.7 (b)) et une poudre dite « grosse » avec un diamètre moyen de 16 µm (KAIMAN, Chine) (Figure II.7 (c)). Les distributions de taille des particules des deux poudres de silicium sont présentées sur la Figure II.7 (d, e et f) avec un aperçu de leur morphologie.

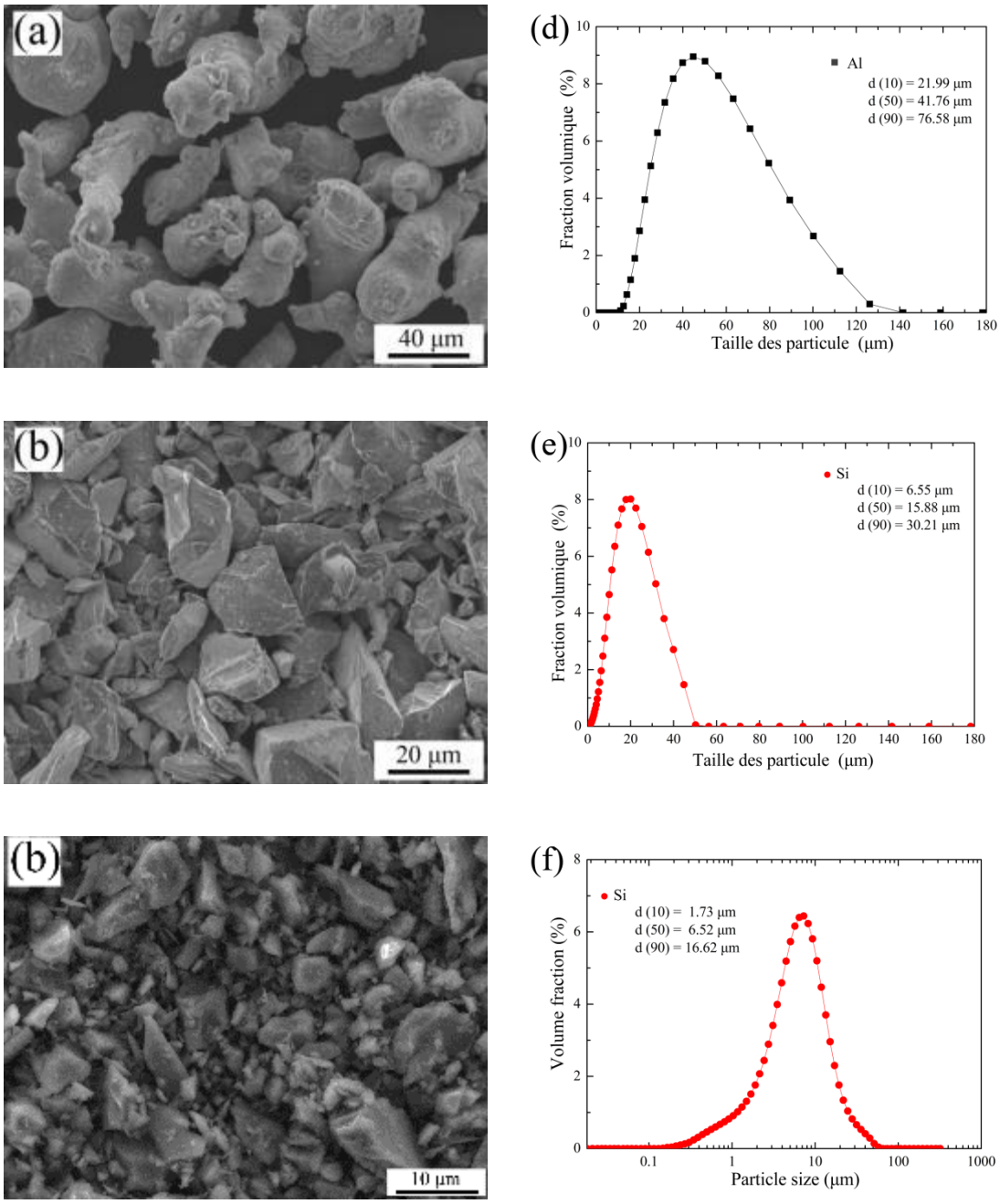

Figure II.7 Morphologies des poudres (a) d'aluminium, (b) de silicium gros, (c) de silicium fine et les distributions de taille (d) aluminium, (e) silicium gros, (c) silicium fine.

II.2.2 Poudre d'alliage aluminium - silicium

La poudre d'alliage Al-12Si a été produite par atomisation à l'argon au sein du laboratoire. La morphologie sphérique de la poudre est visible sur la Figure II.8 (a). La microstructure

interne des particules en coupe transversale, après polissage, montre l'absence de porosité à l'intérieur des particules (Figure II.8 (a)). Les distributions de taille sont indiquées sur la Fig. II.8 (b), d'où il ressort une taille moyenne de 30 µm.

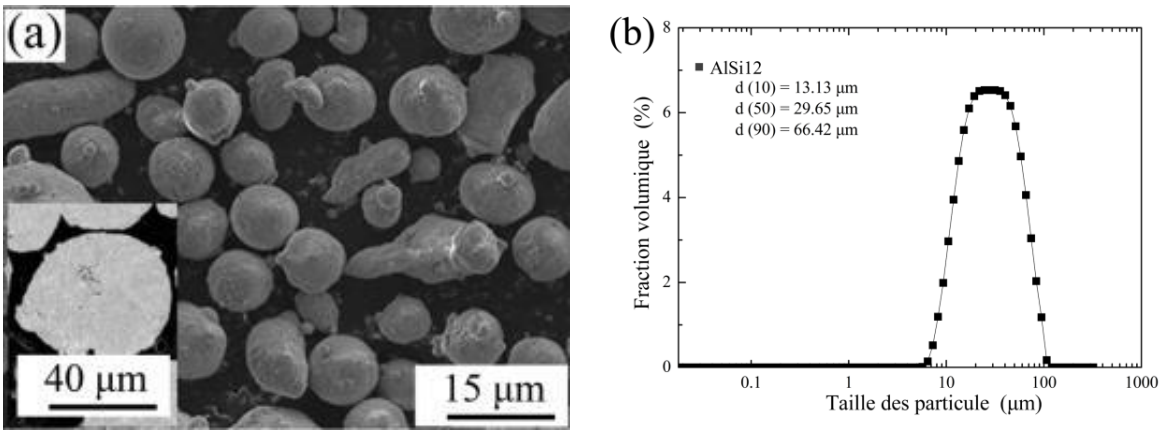

Figure II.8 Images MEB de la morphologie de la poudre Al-12Si (a) et distribution de la taille des particules (b).

Tous les mélanges de poudres ont été placé à l'étuve à 80 °C pendant 4 heures avant leur utilisation.

II.3 Machine de SLM

Une machine commerciale SLM 250 (MCP-HEK Tooling GmbH, Allemagne) équipée d'un laser à fibre ytterbium-YAG avec une taille de spot de 40 µm et une puissance maximale de 400 W a été utilisée pour fabriquer nos échantillons. Une photo de la machine est présentée dans la Figure II.9. Pendant l'élaboration des échantillons la chambre de travail est remplie avec de l'argon (1 bar). L'utilisation d'un gaz neutre tel que l'argon permet de maintenir la teneur en oxygène à un niveau inférieur à 0,2 vol.%, contrôlé par un détecteur d'oxygène, afin de limiter les phénomènes d'oxydation du matériau pouvant se produire au cours du processus de fabrication.

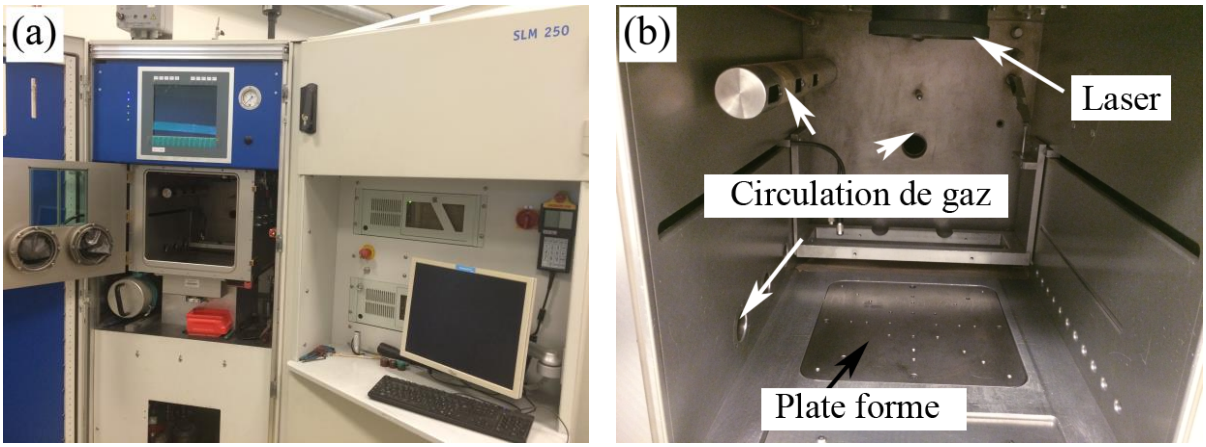

Figure II. 9 Photo de (a) la machine SLM (MCP-realiser SLM 250) du laboratoire LERMPS et (b) la chambre de travail.

Les échantillons exploratoires sont la plupart du temps des cubes de 8 mm d'arête. Ces cubes ont été réalisés suivant le mode de balayage (zigzag) représenté dans la Figure II.10. Le contour de la pièce est construit avant la partie intérieure. Pendant le processus de fabrication le plateau de travail est chauffé à 400 K.

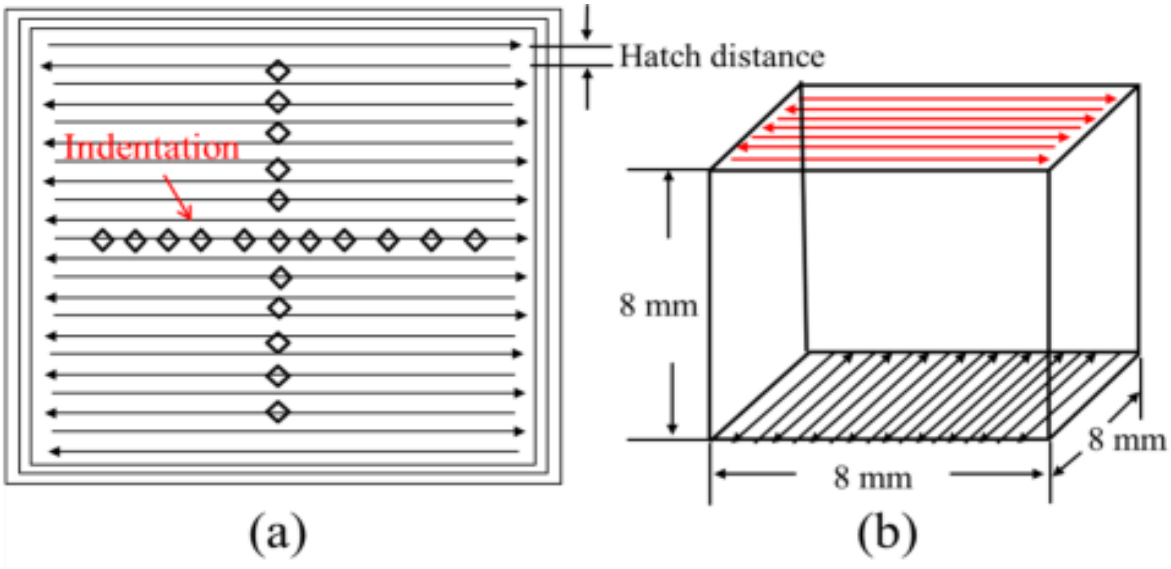

Figure II.10 Illustration schématique (a) du mode de balayage du spot laser et (b) des dimensions des échantillons fabriqués par fusion laser.

II.4 système d'application d'un champ magnétique

Il est bien connu que lorsqu'un champ magnétique statique (SMF) est appliqué au cours du procédé de solidification d'un métal, la force magnétique (MF), la force de Lorentz (LF) et la force magnétique thermoélectrique (TEMF) influencent le processus de solidification et donc la microstructure des alliages [6]. Dans le cas des alliages Al-Si, la convection magnétique thermoélectrique (TEMC) qui résulte de la TEMF a déjà été étudiée par Li et al [7]. Cette étude a montré que la TEMC accélère la vitesse de précipitation de la phase de silicium primaire et que sa morphologie tend à devenir colonnaire équi-axe. Une macro-ségrégation de la phase de silicium primaire sous l'effet d'un champ magnétique, lors de la coulée d'un alliage hyper eutectique Al - Si, a également été décrite par Jie et al. [8]. Le SMF affecterait de manière significative la microstructure en influençant le transport de chaleur et de soluté. Par conséquent, comme indiqué par Yuan et al. [9], Yap et al. [10] et Khairalah et al. [11], il semble que l'utilisation d'un SMF pourrait être une méthode sans contact intéressante pour le contrôle des écoulements de fluide dans un bain de micro-fusion.

Un dispositif permettant d'appliquer un champ magnétique durant le processus de construction SLM a été réalisé avec un aimant permanent placé sous le plateau support. La Figure II.11 (a) présente une vue schématique du dispositif et les principaux paramètres utilisés pour la fabrication des échantillons. L'intensité du champ magnétique, mesurée par un magnétomètre (WEITE magnétique, Chine), est d'environ 175 ± 1,5 mT sur la surface du plateau support avec un gradient d'environ 10 mT/mm dans le sens vertical. La direction du champ magnétique est parallèle à la direction de construction (axe vertical comme représenté sur la Figure II.11 (b)).

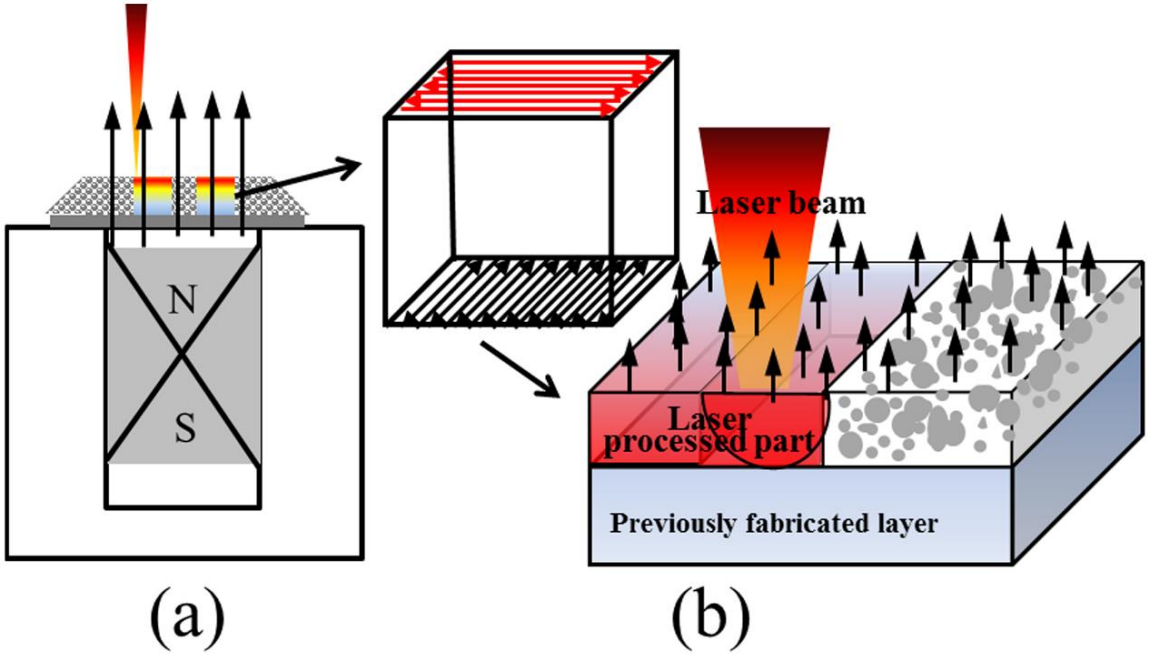

Figure II.11 Illustrations schématiques (a) de l'appareil de champ magnétique statique ; (b) du procédé de fusion sélective au laser.

Reference de Chapitre II

[1] L. Beuselinck, G. Govers, J. Poesen, G. Degraer, and L. Froyen, 'Grain-size analysis by laser diffractometry: comparison with the sieve-pipette method', *CATENA*, vol. 32, no. 3–4, pp. 193–208, Jun. 1998.

[2] W. D. Martin, B. J. Putman, and N. B. Kaye, 'Using image analysis to measure the porosity distribution of a porous pavement', *Constr. Build. Mater.*, vol. 48, pp. 210–217, Nov. 2013.

[3] H. Chandler, *Hardness Testing, 2nd Edition*. ASM International, 1999.

[4] C. Iliev, 'On the Wear Measurement and Calculation in Ball on Disc Test', World Tribology Congress III, vol. 1, pp. 49–50, September, 2005.

[5] J. J. Dunkley and R. Ruthardt, 'Atomisation, powder characterisation', in *Powder Metallurgy Data*, vol. 2A1, P. Beiss, R. Ruthardt, and H. Warlimont, Eds. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2003, pp. 14–38.

[6] J. Wang, Y. Fautrelle, Z. M. Ren, X. Li, H. Nguyen-Thi, N. Mangelinck-Noel, G. Salloum Abou Jaoude, Y. B. Zhong, I. Kaldre, A. Bojarevics, and L. Buligins, 'Thermoelectric magnetic force acting on the solid during directional solidification under a static magnetic field', *Appl. Phys. Lett.*, vol. 101, no. 25, p. 251904, 2012.

[7] X. Li, A. Gagnoud, Y. Fautrelle, Z. Ren, and R. Moreau, 'Influence of thermoelectric effects on the morphology of Al–Si eutectic during directional solidification under an axial strong magnetic field', *J. Cryst. Growth*, vol. 367, pp. 94–103, Mar. 2013.

[8] Y. Zhang, X. Miao, Z. Shen, Q. Han, C. Song, and Q. Zhai, 'Macro segregation formation mechanism of the primary silicon phase in directionally solidified Al–Si hypereutectic alloys under the impact of electric currents', *Acta Mater.*, vol. 97, pp. 357–366, Sep. 2015.

[9] P. Yuan, D. Gu, and D. Dai, 'Particulate migration behavior and its mechanism during

selective laser melting of TiC reinforced Al matrix nanocomposites', *Mater. Des.*, vol. 82, pp. 46–55, Oct. 2015.

[10] C. Y. Yap, C. K. Chua, Z. L. Dong, Z. H. Liu, D. Q. Zhang, L. E. Loh, and S. L. Sing, 'Review of selective laser melting: Materials and applications', *Appl. Phys. Rev.*, vol. 2, no. 4, p. 41101, Dec. 2015.

[11] S. A. Khairallah, A. T. Anderson, A. Rubenchik, and W. E. King, 'Laser powder-bed fusion additive manufacturing: Physics of complex melt flow and formation mechanisms of pores, spatter, and denudation zones', *Acta Mater.*, vol. 108, pp. 36–45, Apr. 2016.

Chapitre III

Réalisation d'alliages Al-12Si par SLM à partir de mélanges de poudres

Chapitre III Réalisation d'alliages Al-12Si par SLM à partir de mélanges de poudres

Ce chapitre présente les premiers essais réalisés pour la fabrication d'échantillons en alliage aluminium – silicium par SLM à partir de mélanges de poudres. Les premiers essais ont été réalisés sur des alliages à 12% de silicium. Les principaux paramètres opératoires (puissance du laser et vitesse de balayage) ont été étudiés. La densité des échantillons et les propriétés mécaniques (résistance à la traction) ont été étudiées en fonction des paramètres du laser. Les effets de ces paramètres sur la microstructure et la répartition des phases ont été étudiés avec un accent particulier sur la compréhension des réactions in situ au cours du processus de fusion.

III.1. Introduction

Lors de l'étape de fusion le choix des paramètres d'élaboration peut conduire à l'apparition de phénomènes ou de caractéristiques néfastes pour la qualité des échantillons fabriqués. Ainsi les phénomènes de « balling » [1], de distorsion, la porosité, la précision dimensionnelle, la rugosité de surface, ainsi que la perte d'éléments d'alliage sont des aspects qui doivent être pris en compte et évités lors de l'élaboration. Ces inconvénients se produisent généralement en raison de la contamination par des oxydes [2], du développement de gradients thermiques non uniformes à travers les échantillons traités et de phénomènes de convection de type « effet Marangoni » [3] [4]. Il a également été établi que ces difficultés conduisent à des microstructures indésirables qui engendrent une dégradation des propriétés

physiques et mécaniques. L'alliage Al-12Si a été choisi pour cette première partie de notre étude car ce système a déjà été largement étudié. Les deux poudres (Al pur et Si « fine ») avec la proportion (en poids) Al : Si = 88 : 12 ont été mélangées dans un mélangeur à culbutage pendant 60 minutes.

III.2 Résultats expérimentaux

III.2.1 Echantillons fabriqué par SLM

La figure III.1 présente les morphologies à l'état brut d'un échantillon de traction et de cubes en alliage Al-12Si fabriqués par micro fusion laser. Quelques particules indiquant le phénomène de « balling » sont observées à la surface des pièces.

Figure III.1 Echantillon de traction et cubes en alliage Al-12Si fabriqués par micro fusion laser.

III.2.2 Morphologie de surface

La Figure III.2 montre la morphologie de surface des alliages Al-12Si fabriqués avec différentes puissances laser. Pour l'échantillon obtenu à 180 W, de larges pores (plusieurs centaines de micromètres) peuvent être observés (Figure III.2 (a)). Pour une puissance du laser de 220 W, la taille des porosités diminue de quelques centaines à quelques micromètres (Figure III.2 (b)).

Un phénomène de « balling » [1] (voir chapitre I – phénomène de « balling ») est visible sur la surface des échantillons obtenus à 180 W et 220 W. La composition des « balles » a été caractérisée par EDS. Elles sont principalement composées d'élément Al. Comme on le voit sur la Figure III.2 (c), la taille et la quantité des particules formées par le phénomène de « balling » diminue quand la puissance du laser augmente à 260 W. Pour l'échantillon obtenu à 300 W, une surface très lisse, sans pores et sans phénomène de « balling » est obtenue (Figure III.2 (d)).

L'influence de la vitesse de balayage sur la morphologie de surface de l'alliage Al-12Si est montrée sur la Figure III.2 (e et f). Pour ces essais, la puissance du laser est fixée à 300 W et la vitesse de balayage varie de 500 à 1000 mm/s. Lorsque la vitesse de balayage augmente, on observe en surface la présence de particules partiellement fondues qui présentent une morphologie hémisphérique (Figure III.2 (d et e)). En outre des pores de petites dimensions apparaissent au niveau des interfaces entre la zone fondue et la zone partiellement fondue (Figure III.2 (e et f)).

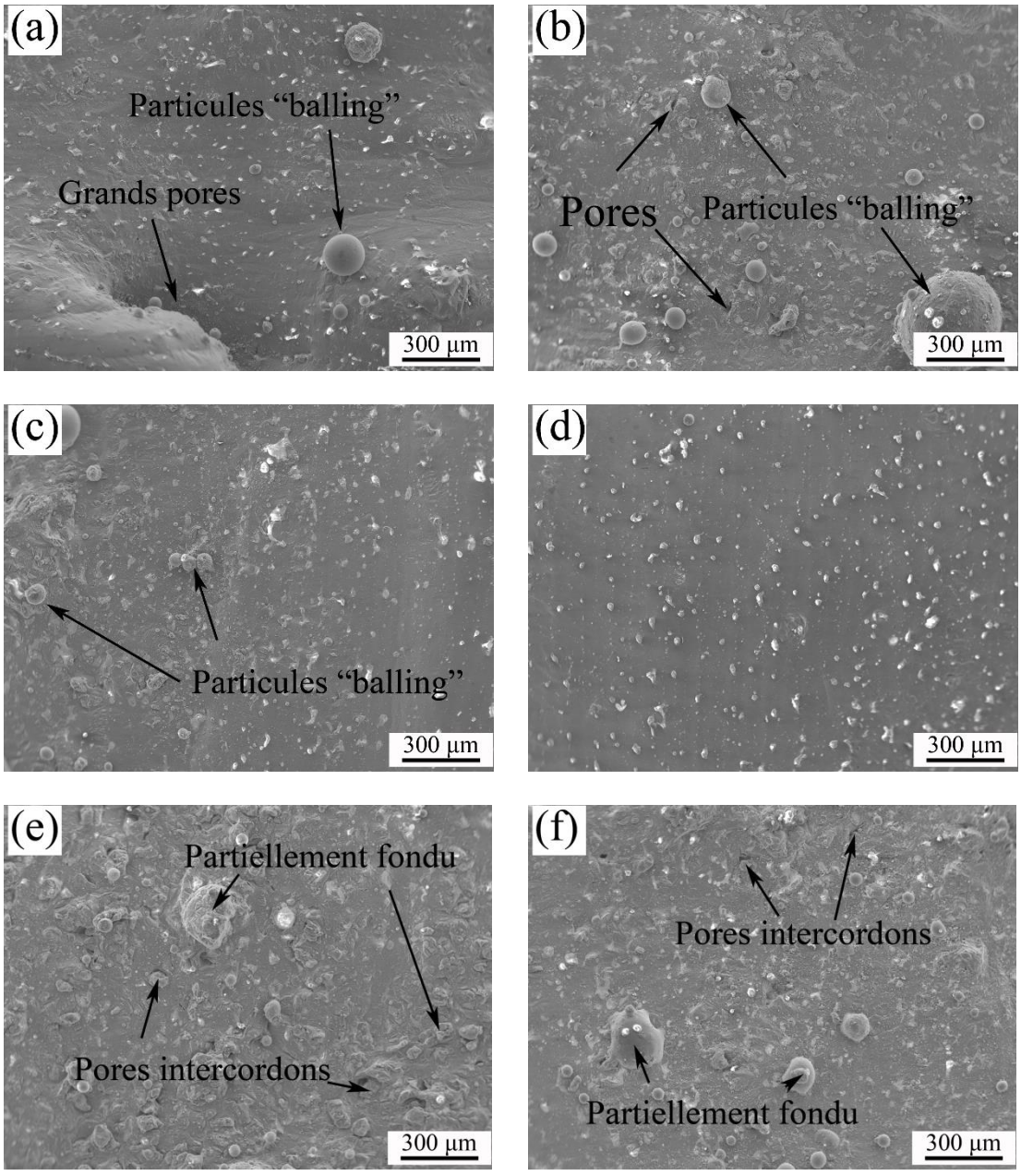

Figure III.2 Morphologie de surface des échantillons en fonction de la puissance laser (a) 180 W-500 mm/s, (b) 220 W-500 mm/s, (c) 260 W-500 mm/s, (d) 300 W-500 mm/s, (e) 300 W-750 mm / s, (f) 300 W-1000 mm / s.

III.2.3 Densification

La densité relative des alliages Al-12Si a été mesurée en fonction des paramètre puissance du laser et vitesse de balayage. Les résultats sont présentés dans la Figure III.3. Pour une

vitesse de balayage de 500 mm/s, la densité relative (mesurée par analyse d'image) (cf. Chapitre II.1.2) augmente continuellement de 92,7 à 99,0% lorsque la puissance du laser augmente de 160 W à 300 W. Cependant, la densité relative des échantillons fabriqués reste inférieure à celle obtenue à partir de poudres pré–alliées (99,6%) [5], [6].

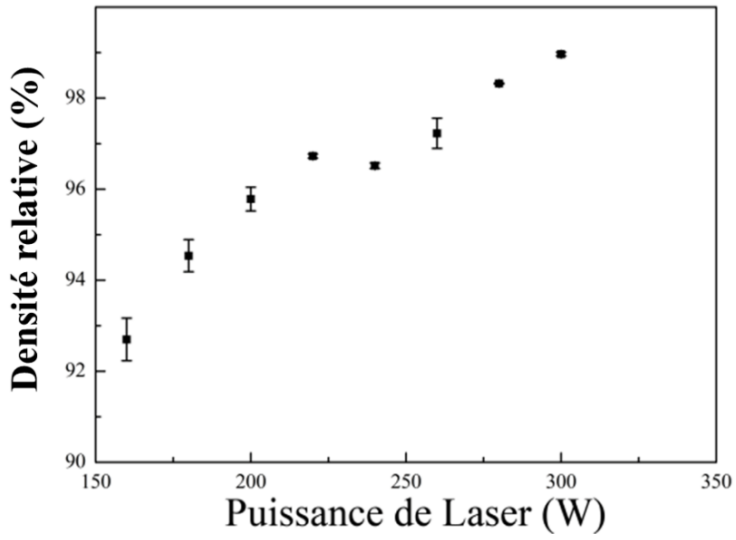

Figure III.3 Densité relative des échantillons fabriqués par SLM en fonction de la puissance du laser

Lorsque la puissance du laser est fixée à 300 W et que la vitesse de balayage est comprise entre 500 et 1000 mm/s, la densité relative des échantillons reste proche de 99% (Figure III.4). Dans cette gamme de vitesse de balayage et de puissance laser, l'effet de la puissance laser apparaît donc prépondérant. Un matériau avec une densité proche de 99% peut donc être élaboré avec une puissance de 300 W et une vitesse de balayage de 1000 mm/s.

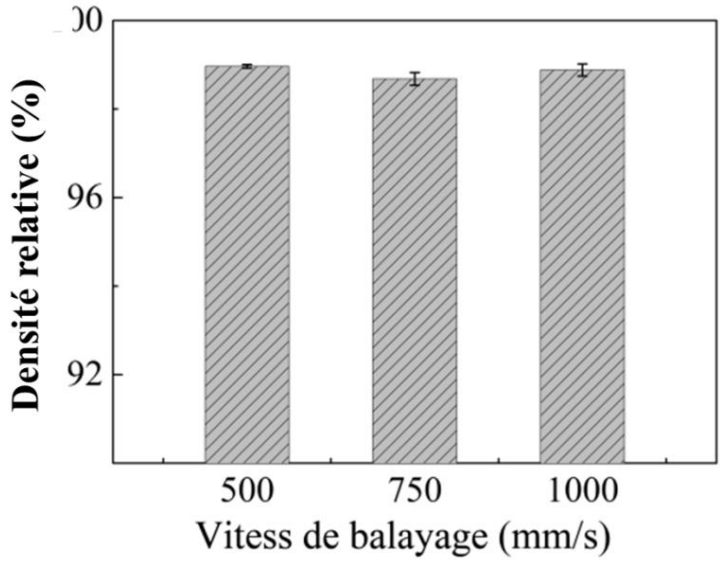

Figure III.4 Densité relative des échantillons fabriqués par SLM en fonction de la vitesse de balayage du faisceau laser.

II.2.4 Analyse des phases

Les spectres de diffraction des rayons X des échantillons fabriqués avec plusieurs puissances laser et plusieurs vitesses de balayage sont présentés dans la Figure III.5. Les données correspondant aux pics identifiés pour la phase α-Al sont rassemblées dans le Tableau III.1. Suite à la transformation du matériau par fusion laser aucune transformation de phase n'est clairement observée. Les phases identifiées correspondent à du α-Al et du Si pur. Cependant on constate que la position des pics identifiés pour l'α-Al se déplace vers la droite quand la puissance du laser augmente. Au contraire, quand la vitesse de balayage augmente, le déplacement des pics se fait vers des angles plus faibles. On peut en conclure que le taux de Si dissout dans la matrice d'Al augmente quand la densité d'énergie diminue, i.e. quand la vitesse de refroidissement augmente.

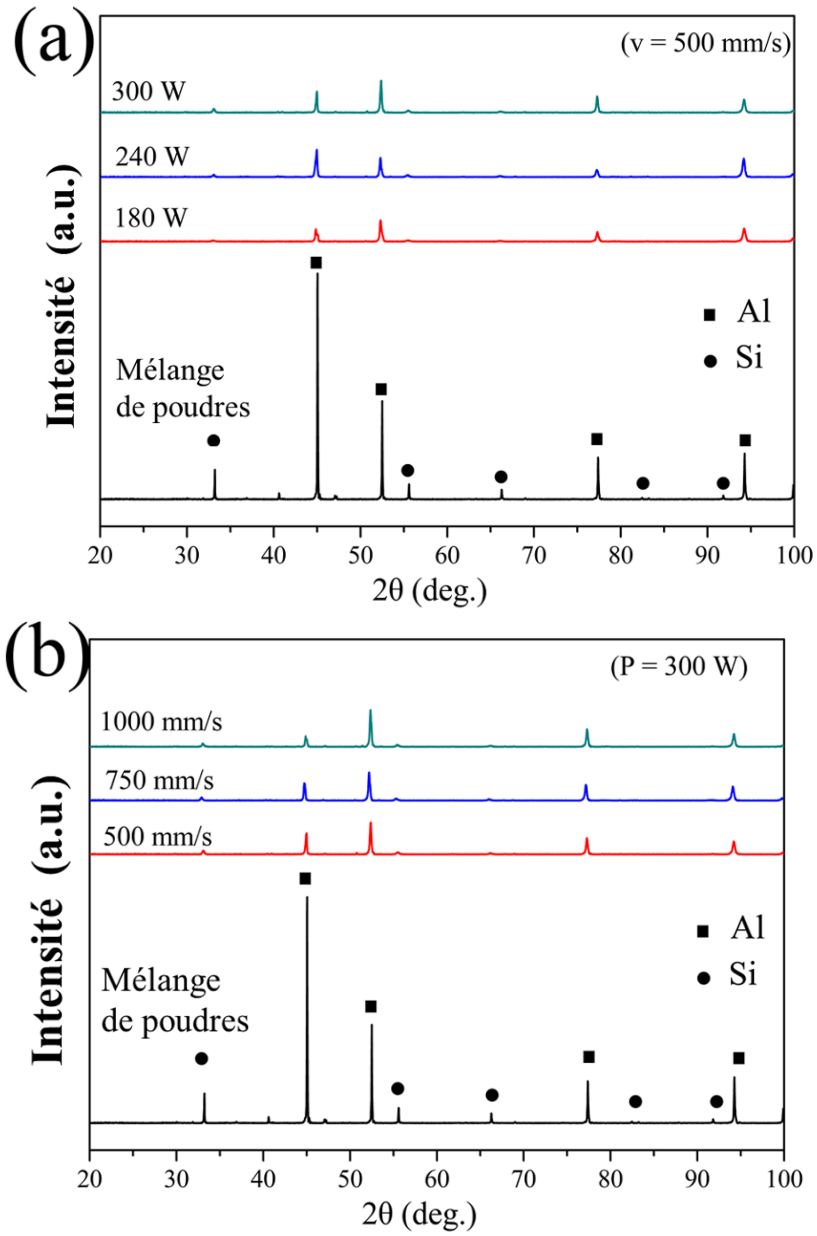

Figure III.5 Spectres de diffraction des rayons X pour le mélange des poudres et les échantillons traités (a) à différentes puissances laser et (b) à différentes vitesses de balayage.

Tableau III.1 Données DRX montrant le déplacement des pics identifiés pour la phase α-Al en fonction de la puissance du laser et de la vitesse de balayage.

Puissance			Vitesse de balayage		
Échantillon	2θ location (°)	Δ2θ	Échantillon	2θ location (°)	Δ2θ
Poudre	45.06219	0	Poudre	45.06219	0
180 W	44.84287	-0.21932	500 mm/s	44.98244	-0.07975
240 W	44.96250	-0.09969	750 mm/s	44.88275	-0.17944
300 W	44.98244	-0.07975	1000 mm/s	44.72324	-0.33895

II.2.4 Microstructures

La Figure III.6 montre la microstructure de l'alliage Al-12Si fabriqué à différentes puissances laser. Les phases riches en silicium apparaissent en blanc et les phases riches en aluminium (α) apparaissent en blanc. Une microstructure ultrafine composée de particules de silicium réparties dans la matrice d'aluminium a été formée. Pour tous les échantillons les grains d'aluminium présentent un diamètre inférieur à 5 µm avec une morphologie sphérique. Par contre, la morphologie et la distribution du silicium varient en fonction de la puissance du laser.

Pour l'échantillon obtenu à une puissance laser de 180 W, la distribution de phase du silicium est régulière mais non homogène. On observe sur la Figure III.6 (a) la présence d'agrégats de particules riches en silicium. A 240 W (Figure III.6 (b), la distribution des particules de silicium est plus homogène. La fusion des particules de silicium et le mélange du silicium avec la matrice d'aluminium semblent avoir été mieux réalisés. Le test réalisé à 300 W (Figure III.6 (c) montre que la taille des particules de silicium augmente avec la puissance laser et que la répartition des phases riches en silicium change et se localise

préférentiellement dans la zone d'interface entre les grains d'aluminium. On remarque également que la taille des grains d'aluminium augmente avec la puissance du laser. Ce changement est à relier à l'augmentation de la taille de la zone fondue lorsque l'énergie transférée au matériau est plus importante. Cela conduit à des températures plus élevées sur une zone plus étendue et donc à des vitesses de refroidissement plus faible [7].

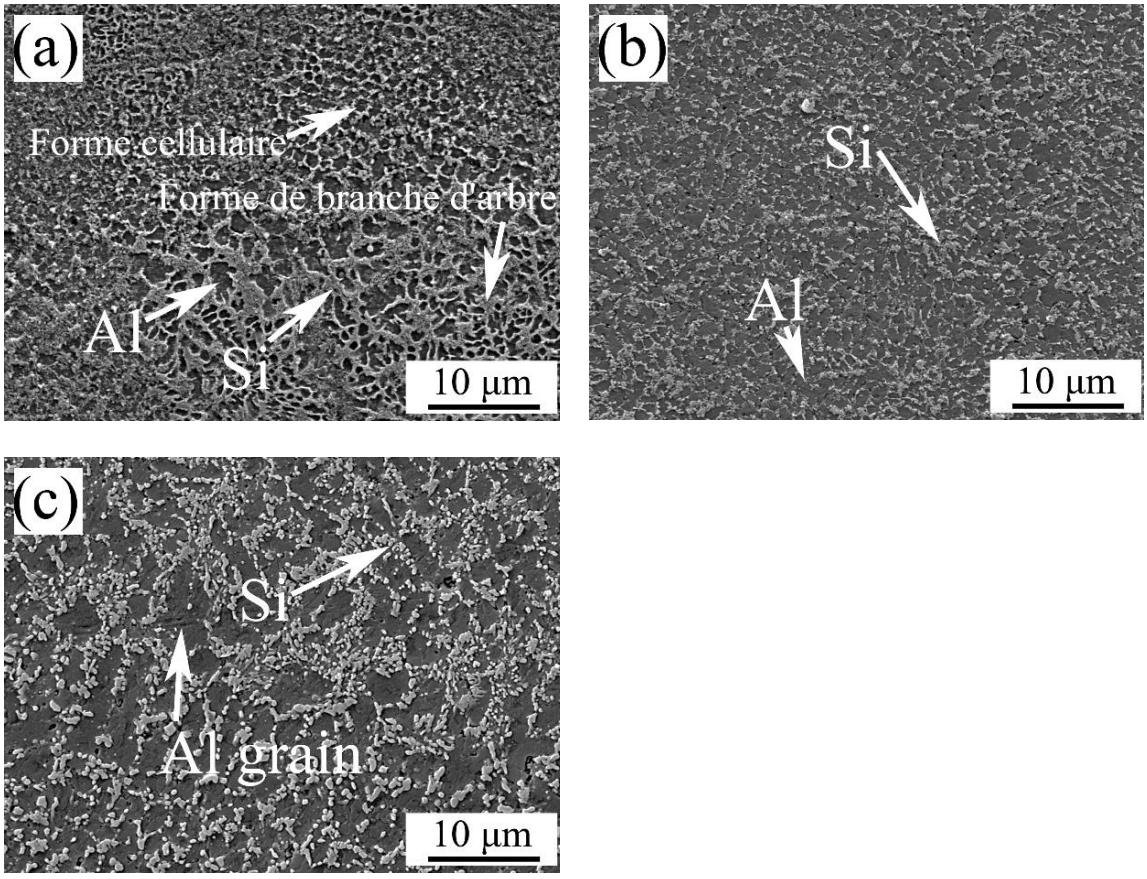

Figure III.6 Images MEB de la microstructure des alliages Al-12Si fabriqués avec une puissance laser de (a) 180 W, (b) 240 W ou (c) 300 W.

La microstructure des échantillons fabriqués avec différentes vitesses de balayage est présentée dans la Figure III.7. Nous pouvons observer que la microstructure de l'échantillon fabriqué à une vitesse de balayage de 500 mm/s est identique et celle obtenue pour l'échantillon réalisé à 750 mm/s (Figure III.7 (a et b)). Les petites particules de silicium sont

situ ées dans les interfaces des grains d'Al. L'échantillon obtenu à une vitesse de balayage de 1000 mm/s pr ésente une microstructure diff érente avec une distribution non homog ène du silicium (Figure III.7 (c)).

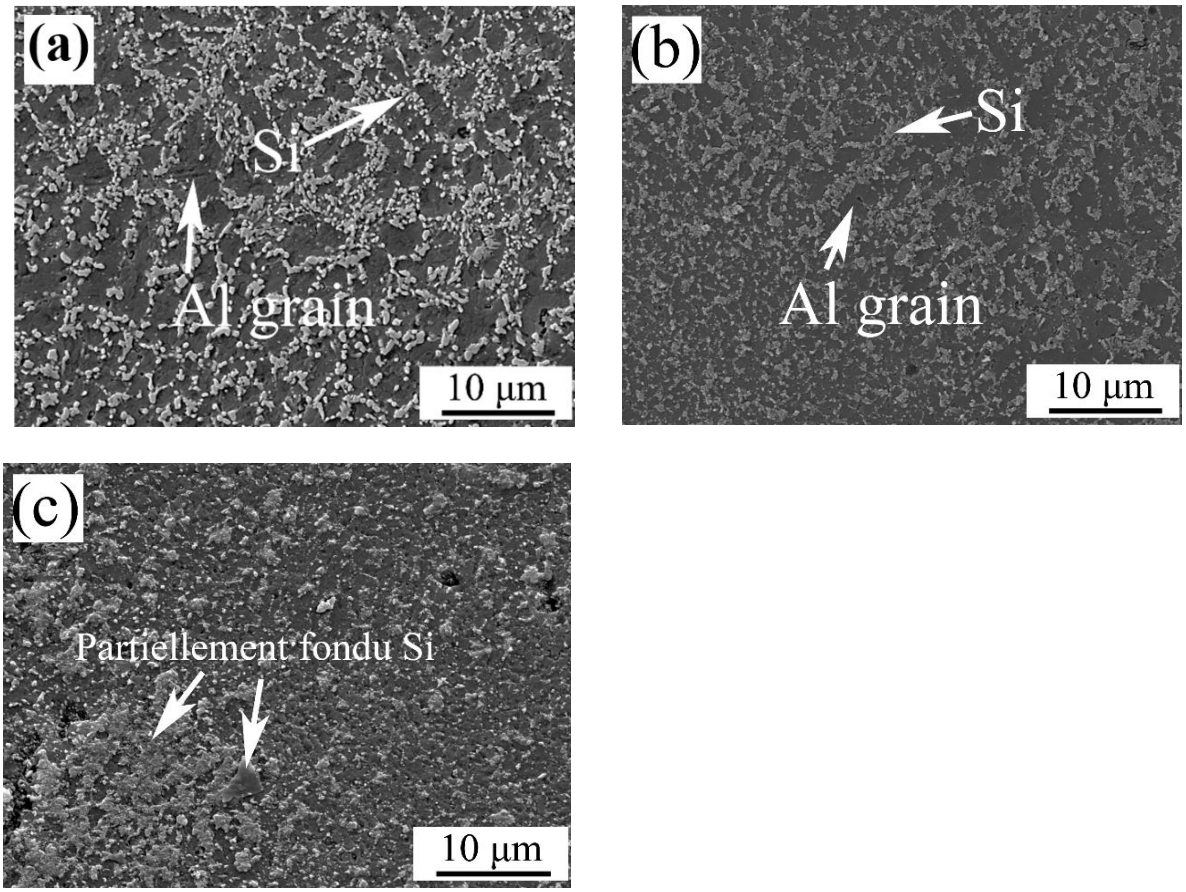

Figure III.7 Images MEB de la microstructure des échantillons fabriqu és à une puissance de 300 W et à une vitesse de balayage de (a), 500 mm/s, (b) 750 mm/s and (c) 1000 mm/s.

Une vue agrandie de la microstructure des échantillons obtenus aux vitesses de balayage de 750 et 1000 mm/s est pr ésent ée dans la Figure III.8. Pour une vitesse de balayage de 750 mm/s (ou de 500 mm/s), on peut voir que les particules de silicium pr ésentent un diam ètre inf érieur à 1 µm. Ces particules se situent sur le pourtour des grains d'aluminium. Un micropore avec un diamètre d'environ 1 µm peut être également observ é sur la Figure III.8 (a). Des zones dans lesquelles les particules de silicium apparaissent partiellement

fondue sont aussi clairement observées. A 1000 mm/s (Figure III.8 (b)) on remarque que le silicium nanométrique a tendance à former des agrégats.

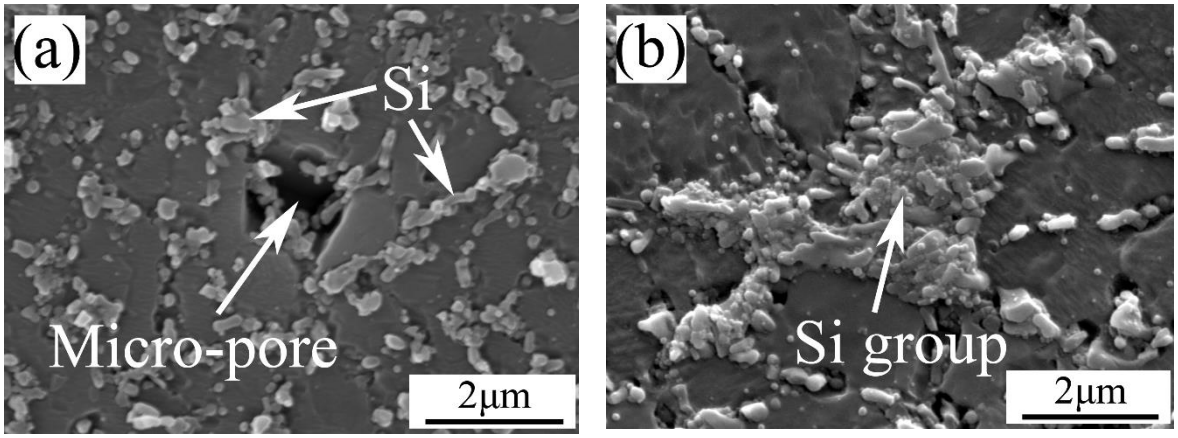

Figure III.8 Microstructure des échantillons fabriqués à une puissance de 300 W et à une vitesse de balayage de (a) 750 mm/s et (b) 1000 mm/s.

III.2.3 Propriétés en traction

Les courbes de contrainte-déformation des échantillons fabriqués à 300 W et avec une vitesse de balayage de 500 mm/s ou 1000 mm/s (Relevées avec une machine de traction Lloyd Instrument LR50K, cf. Chapitre II.1.4, avec une précession de ± 10MPa) sont présentées dans la Figure III.9. L'influence de la vitesse de balayage sur la résistance à la traction est clairement observée. La résistance à la traction la plus élevée (UTS) est observée pour l'échantillon obtenu avec une vitesse de balayage de 500 mm/s. A 1000 mm/s, l'UTS diminue de 273 MPa à 217 MPa. La ductilité des échantillons présente une tendance similaire avec un allongement à rupture qui passe de 9,5 à 7,0 %.

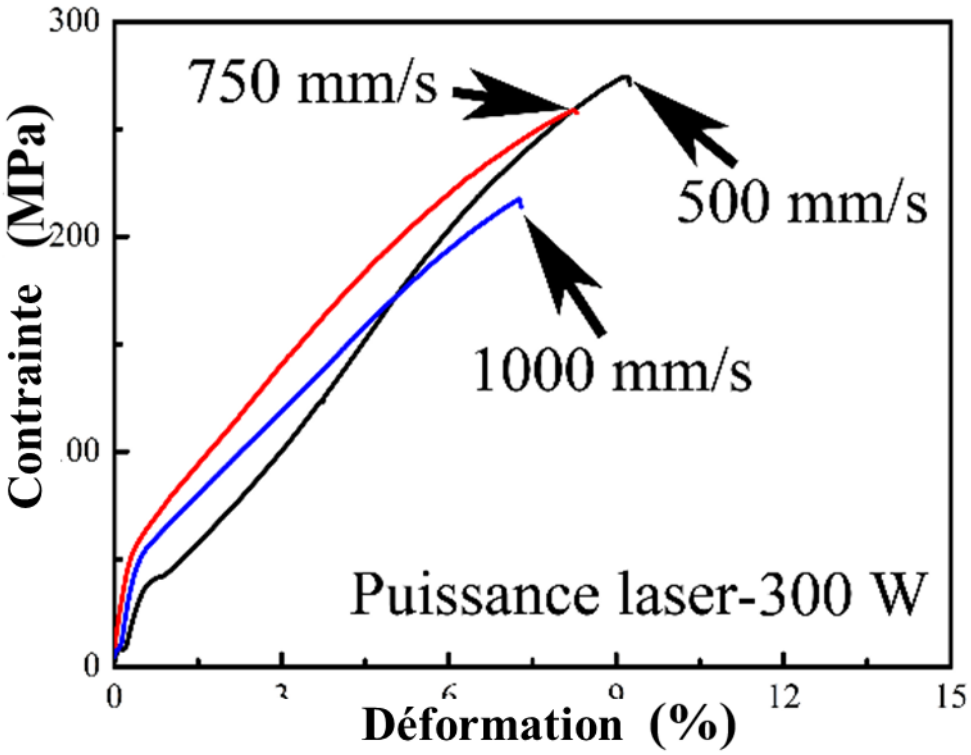

Figure III.9 Courbes contrainte-déformation obtenues pour les échantillons fabriqués à 300 W avec une vitesse de balayage de 500, 750 ou 1000 mm/s.

La faciès de rupture après essai de traction pour les échantillons fabriqués à différentes vitesses de balayage est présentée sur la Figure III.10. Pour une vitesse de balayage de 500 mm/s, la porosité (Figure III.10 (a)) apparaît supérieure à celle mesurée par analyse d'image (1,0%). Cette valeur supérieure peut être attribué aux fissures qui se propagent de manière préférentielle aux endroits où sont situées les porosités. Une image à grandissement élevé de la faciès de rupture de cet échantillon est présentée sur la Figure III.10 (b). Sur cette micrographie une cupule, caractéristique d'une rupture ductile, peut être observée sur la surface de fracture.

Pour l'échantillon fabriqué à une vitesse de balayage de 1000 mm/s l'interface du bain fondu apparaît également sur la faciès de rupture (Figure III.10 (c)). Cette zone est propice à

la génération de concentrations de contraintes qui peuvent conduire à une réduction de la résistance à la traction et de la ductilité des échantillons.

A fort grandissement, des petites cupules sont visibles sur la surface de clivage, ce qui indique un mélange entre une fracture fragile et ductile. Un agrégat de silicium peut aussi être observé sur la faciès de rupture. Les zones riches en silicium présentent une faible ductilité et favorisent l'apparition de fissures au début de l'essai de traction. Les agrégats de silicium agissent donc comme point d'amorçage de rupture dans la structure dense, ce qui conduit à la diminution de la résistance à la traction et de la ductilité.

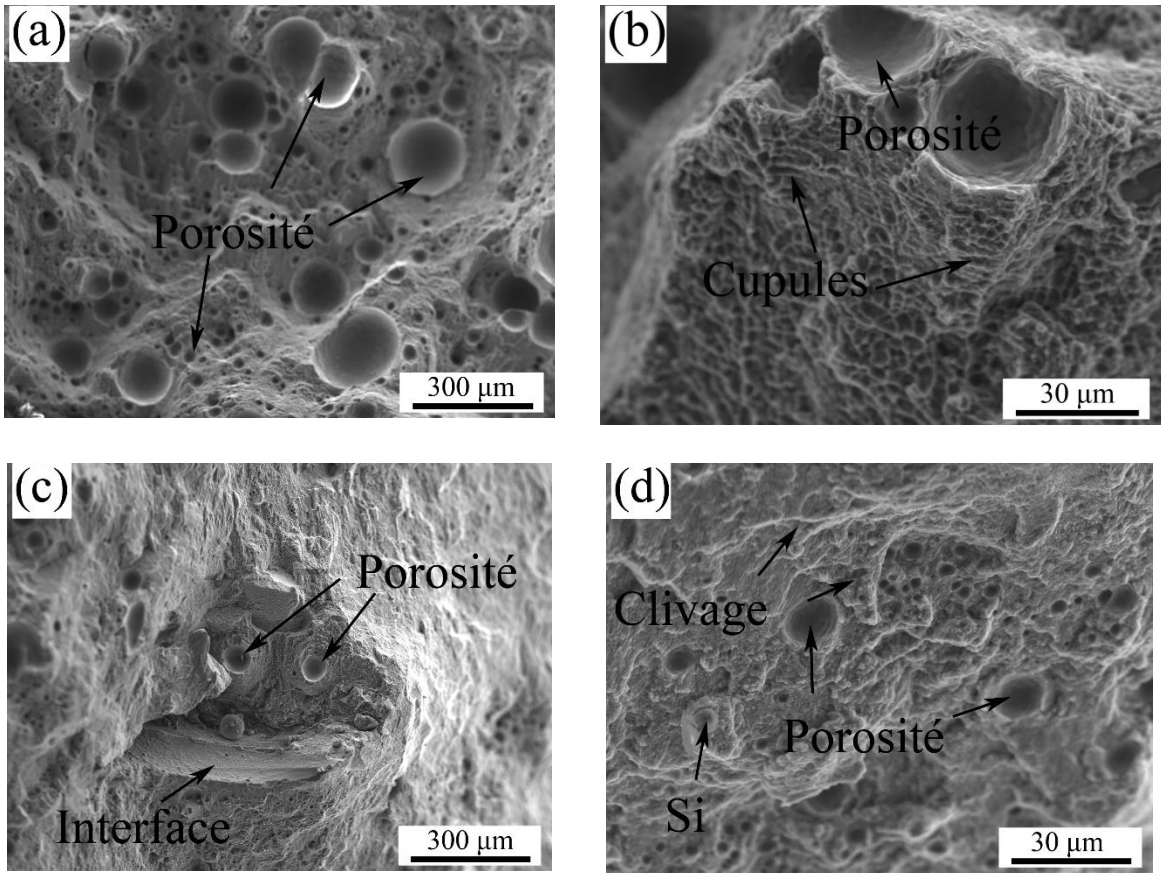

Figure III.10 Observation par MEB de la microstructure de la surface de fracture des échantillons produits à une vitesse de balayage (a et b) de 500 mm/s ou (c et d) de 1000 mm/s.

III.3 Discussion

Nous avons observé que la vitesse du laser présente une influence sur la microstructure des échantillons Al-12Si. Des régions riches en Si apparaissent dans l'échantillons fabriqué avec

une vitesse du laser élevée. La Figure III.11 présente une illustration schématique de l'évolution de la masse fondue en fonction de la vitesse de balayages du laser. Une plus grande vitesse de balayage du faisceau laser correspond à une densité d'énergie plus faible. Dans ce cas les particules de silicium sont fondues partiellement (Figure III.11 (a)) [8]. La partie non fondue des particules de Si engendre alors une région riche en Si après le processus de solidification. Quand la vitesse de balayage du laser diminue, les particules de Si sont complètement fondues et ainsi les groupes de particules de Si disparaissent. (Figure III.11 (b)). Par ailleurs une grande vitesse de balayage du laser correspond à une vitesse de refroidissement élevée. Or, en partant d'un mélange de poudres, un processus de diffusion entre Al et Si est nécessaire pour former une microstructure homogène. Avec une vitesse de refroidissement élevée, cette inter diffusion pourra s'avérer incomplète [9]. Ainsi, des zones riches en silicium sont formées pour les échantillons obtenus à haute vitesse de balayage du laser. Etant donnée la fragilité du silicium, la présence d'amas de Si provoque une défaillance lors de la solidification en traction, ce qui conduit à une diminution de la résistance à la traction et de la ductilité.

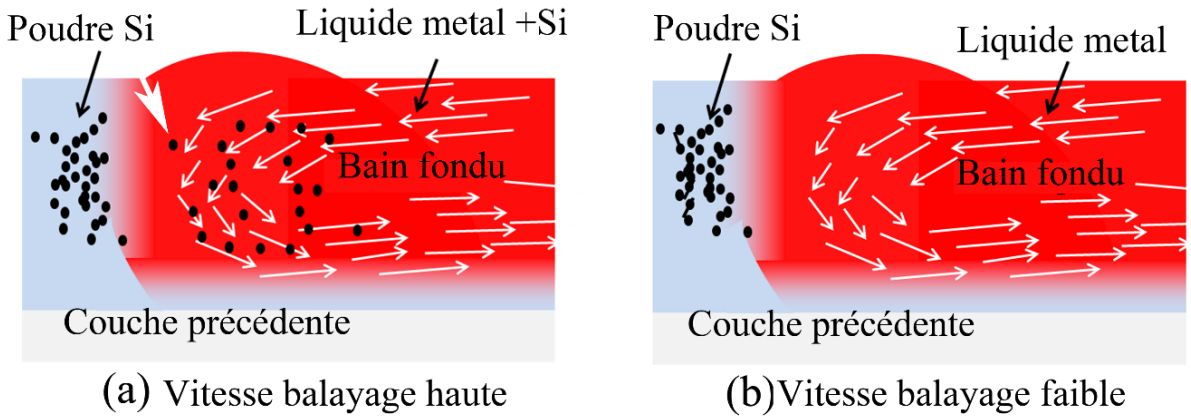

Figure III.11 Illustration schématique de l'évolution de la masse fondue en fonction de la vitesse de balayage du laser (a) élevée (1 m/s) et (b) faible (0.5 m/s) pour un mélange de poudres d'Al et Si.

Par ailleurs, la vitesse de balayage du faisceau laser ne présente pas clairement d'influence sur le taux de porosité ; cependant la morphologie de la porosité semble évoluer. Les images de l'échantillon obtenu à une vitesse de balayage de 500 mm/s (Figure III.12 (a)), montrent une porosité sphérique (mode key-hole) [10], [11], par contre, l'échantillon fabriqué avec une vitesse de balayage de 1000 mm/s présente une porosité en forme de croissant (interface du bain de fusion) [12]. La Figure III.12 (b) propose une représentation schématique de la propagation de la fissure selon la morphologie et la disposition des porosités dans la pièce. On peut voir que le chemin emprunté par la fissure est plus court pour l'échantillon avec une porosité en forme de croissant. Par conséquent, les propriétés de résistance à la traction et de ductilité seront plus faibles dans ce cas.

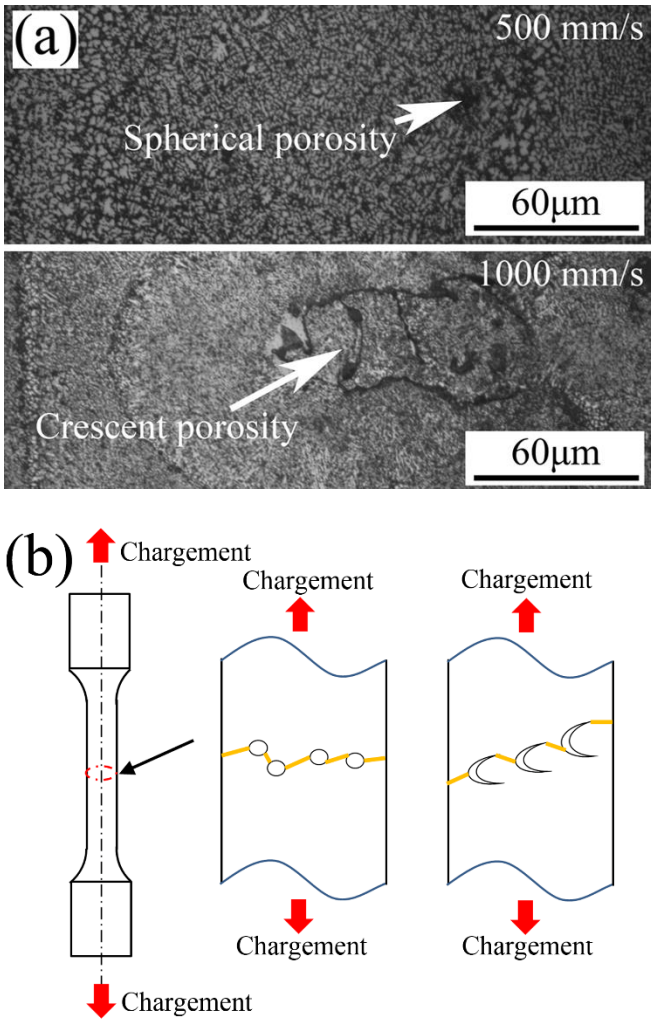

Figure III.12 (a) Aspect de la morphologie de la porosité des échantillons obtenus à 500 et à 1000 mm/s et (b) Représentation schématique de l'effet de la morphologie de la porosité sur la propagation de fissure.

III.4 Conclusion

Dans cette partie de notre travail, l'alliage eutectique Al-12Si a été fabriqué in situ par micro fusion laser d'un mélange de poudres d'Al et de Si. La vitesse de refroidissement élevée obtenue par le procédé de SLM conduit à une microstructure ultrafine composée de grains sursaturés riches en Al (α-Al cellulaire) et Si nanométrique. La distribution et la morphologie

des particules de silicium nanométriques dépendent respectivement de la vitesse de balayage et de la puissance du faisceau laser.

Une densité proche de 99% est obtenue. La valeur maximale de micro-dureté, environ 95 Hv, a été mesurée sur des échantillons obtenus à une puissance laser faible (160 W).

La microstructure ultrafine des échantillons fabriqués pas SLM permet d'améliorer significativement les propriétés de résistance à la traction (UTS=273 MPa) par rapport à l'alliage Al-12Si obtenu par fonderie classique (UTS : 192 MPa) [5].

L'influence de la vitesse de balayage du faisceau laser sur les propriétés en traction a également été étudiée pour des échantillons fabriqués à une puissance laser de 300 W. Lorsque la vitesse de balayage augmente, la résistance à la traction et la ductilité des échantillons diminue, bien que les échantillons présentent un niveau de porosité similaire.

Ces résultats peuvent être attribués d'une part à la présence d'agrégats de silicium et d'autre part à la forme des porosités qui change lorsque la vitesse de balayage augmente. Les défauts à l'interface du bain de fusion sont également une raison sous-jacente de la réduction des propriétés en traction due à un grand rapport longueur / largeur rapport de courbe qui provoque une concentration des contraintes et raccourci la distance de propagation des microfissures.

Par rapport à une poudre pré-alliée, une densité d'énergie plus importante doit être fournie pour produire l'alliage Al-12Si par SLM. La raison peut être attribuée au processus de diffusion nécessaire à l'homogénéité et à la formation d'une structure dense et homogène. Par conséquent, la distribution de phase du silicium est considérablement influencée par la vitesse de chauffage et de refroidissement du matériau. Cette influence a été mise en évidence avec la formation d'agrégats de silicium lorsque la vitesse de balayage du faisceau laser est élevée.

Référence de Chapitre III

[1] R. Li, J. Liu, Y. Shi, L. Wang, et W. Jiang, « Balling behavior of stainless steel and nickel powder during selective laser melting process », *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 59, n° 9‑12, p. 1025‑1035, avr. 2012.

[2] M. Simonelli, C. Tuck, N. T. Aboulkhair, I. Maskery, I. Ashcroft, R. D. Wildman, et R. Hague, « A Study on the Laser Spatter and the Oxidation Reactions During Selective Laser Melting of 316L Stainless Steel, Al-Si10-Mg, and Ti-6Al-4V », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 46, n° 9, p. 3842‑3851, sept. 2015.

[3] E. O. Olakanmi, « Direct selective laser sintering of aluminium alloy powders », phd, University of Leeds, 2008.

[4] J.-P. Kruth, G. Levy, F. Klocke, et T. H. C. Childs, « Consolidation phenomena in laser and powder-bed based layered manufacturing », *CIRP Ann. - Manuf. Technol.*, vol. 56, n° 2, p. 730‑759, janv. 2007.

[5] J. Suryawanshi, K. G. Prashanth, S. Scudino, J. Eckert, O. Prakash, et U. Ramamurty, « Simultaneous enhancements of strength and toughness in an Al-12Si alloy synthesized using selective laser melting », *Acta Mater.*, vol. 115, p. 285‑294, août 2016.

[6] X. P. Li, X. J. Wang, M. Saunders, A. Suvorova, L. C. Zhang, Y. J. Liu, M. H. Fang, Z. H. Huang, et T. B. Sercombe, « A selective laser melting and solution heat treatment refined Al–12Si alloy with a controllable ultrafine eutectic microstructure and 25% tensile ductility », *Acta Mater.*, vol. 95, p. 74‑82, août 2015.

[7] P. Yuan et D. Gu, « Molten pool behaviour and its physical mechanism during selective laser melting of TiC/AlSi10Mg nanocomposites: simulation and experiments », *J. Phys. Appl. Phys.*, vol. 48, n° 3, p. 35303, janv. 2015.

[8] P. Yuan, D. Gu, et D. Dai, « Particulate migration behavior and its mechanism during selective laser melting of TiC reinforced Al matrix nanocomposites », *Mater. Des.*, vol. 82, p. 46‑55, oct. 2015.

[9] A. Fick, « Uber Diffusion », *Ann. Phys. Chem.*, vol. 170, n° 1, p. 59‑86, 1855.

[10] D. Dai et D. Gu, « Effect of metal vaporization behavior on keyhole-mode surface morphology of selective laser melted composites using different protective atmospheres », *Appl. Surf. Sci.*, vol. 355, p. 310‑319, nov. 2015.

[11] W. E. King, H. D. Barth, V. M. Castillo, G. F. Gallegos, J. W. Gibbs, D. E. Hahn, C. Kamath, et A. M. Rubenchik, « Observation of keyhole-mode laser melting in laser powder-bed fusion additive manufacturing », *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 214, n° 12, p. 2915‑2925, déc. 2014.

[12] C. Qiu, C. Panwisawas, M. Ward, H. C. Basoalto, J. W. Brooks, et M. M. Attallah, « On the role of melt flow into the surface structure and porosity development during selective laser melting », *Acta Mater.*, vol. 96, p. 72‑79, sept. 2015.

Chapitre IV

Réalisation d'alliages Al-18Si par SLM à partir de mélanges de poudres

Chapitre IV Réalisation d'alliages Al-18Si par SLM à partir de mélanges de poudres

Ce chapitre présente l'étude de la microstructure et du comportement à l'usure d'un alliage Al-18Si, fabriqué par SLM à partir d'un mélange de poudres d'Al-12Si (% en poids) et de Si. L'effet de la puissance du faisceau laser sur la microstructure (taille et morphologie de la phase Si) du matériau a été étudiée. Des essais d'usure, de glissement à sec et des mesures de micro dureté ont été utilisées pour caractériser les propriétés mécaniques du matériau.

IV.1. Introduction

Il est bien établi que les alliages hyper eutectiques Al - Si présentent un bon potentiel pour des applications tribologiques [1] [2]. Le silicium primaire, en tant que matériau dur, augmente la résistance à l'usure de ce type d'alliages. [3] [4]. Dans l'industrie automobile le moulage d'alliages hyper eutectiques Al-18Si (% en poids) est largement utilisé pour la réalisation de composants résistant à l'usure dans les moteurs. Les mécanismes d'usure de ce matériau ont donc été largement étudiés et sont relativement bien connus [5]. Par conséquent, cette composition « classique » a été choisie dans ce travail pour analyser le potentiel de la SLM pour la réalisation de ce type d'alliage.

Une poudre sphérique préalliée Al-12Si (% en poids) et une poudre fine de silicium ont été utilisées pour les essais (Cf. Chapitre II). La granulométrie fine de la poudre de silicium a été choisie afin d'obtenir une distribution homogène et une fusion plus facile lors du processus

SLM. Afin d'atteindre la composition hyper eutectique à 18% de Si, les deux poudres ont été mélangées dans un culbuteur pendant 60 minutes avec la proportion massique :

Al-12Si : Si = 92.6 : 7.4.

IV.2 Résultats expérimentaux

IV.2.1 Echantillons fabriqué par SLM

Les trajectoires de balayage et morphologies des cubes des alliage Al-18Si fabriquée par micro fusion laser sont présentées dans la Figure IV.1. Quelques particules produites par le phénomène de « balling » sont observées à la surface des pièces.

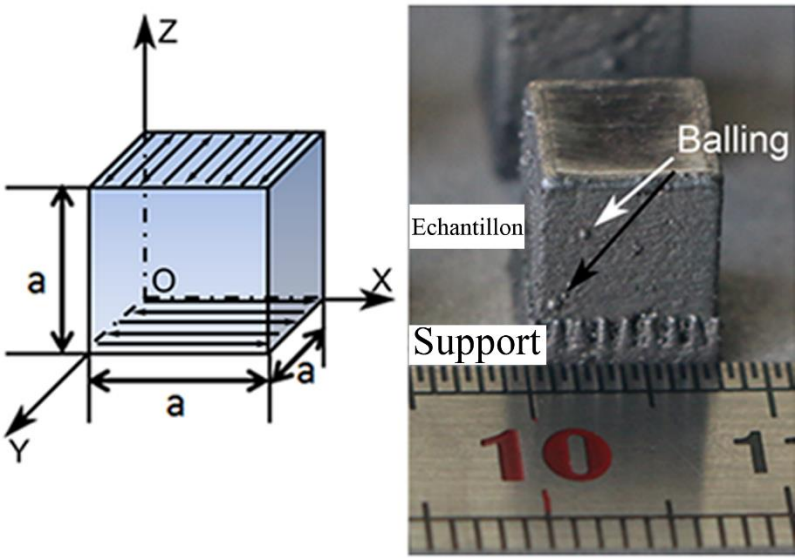

Figure IV.1 Echantillon d'alliage Al-18Si fabriqué par micro fusion laser.

IV.2.2 Morphologies de surface

La morphologie des échantillons (vue de la surface) en fonction de la puissance du faisceau laser est présentée sur la Figure IV.2. Pour une puissance du faisceau laser de 120 W

(Figure IV.2 (a)), les échantillons présentent des particules partiellement fondues. La fusion non complète des particules est visiblement due à un apport d'énergie insuffisant. On remarque que les particules partiellement fondues apparaissent majoritairement à proximité de la zone de chevauchement de deux trajectoires du faisceau laser. Des pores ayant un diamètre de plusieurs centaines de micromètres apparaissent également en raison de la quantité limitée de la phase liquide.

Lorsque la puissance du faisceau laser atteint 195 W ou 210 W (Figure IV.2 (b et c)), la morphologie de surface devient plus lisse et plus régulière avec un aspect dense. Pour une puissance du faisceau laser de 225 W (Figure IV.2 (d)) de nombreuses petites boules, de l'ordre de quelques micromètres de diamètre, apparaissent sur la surface.

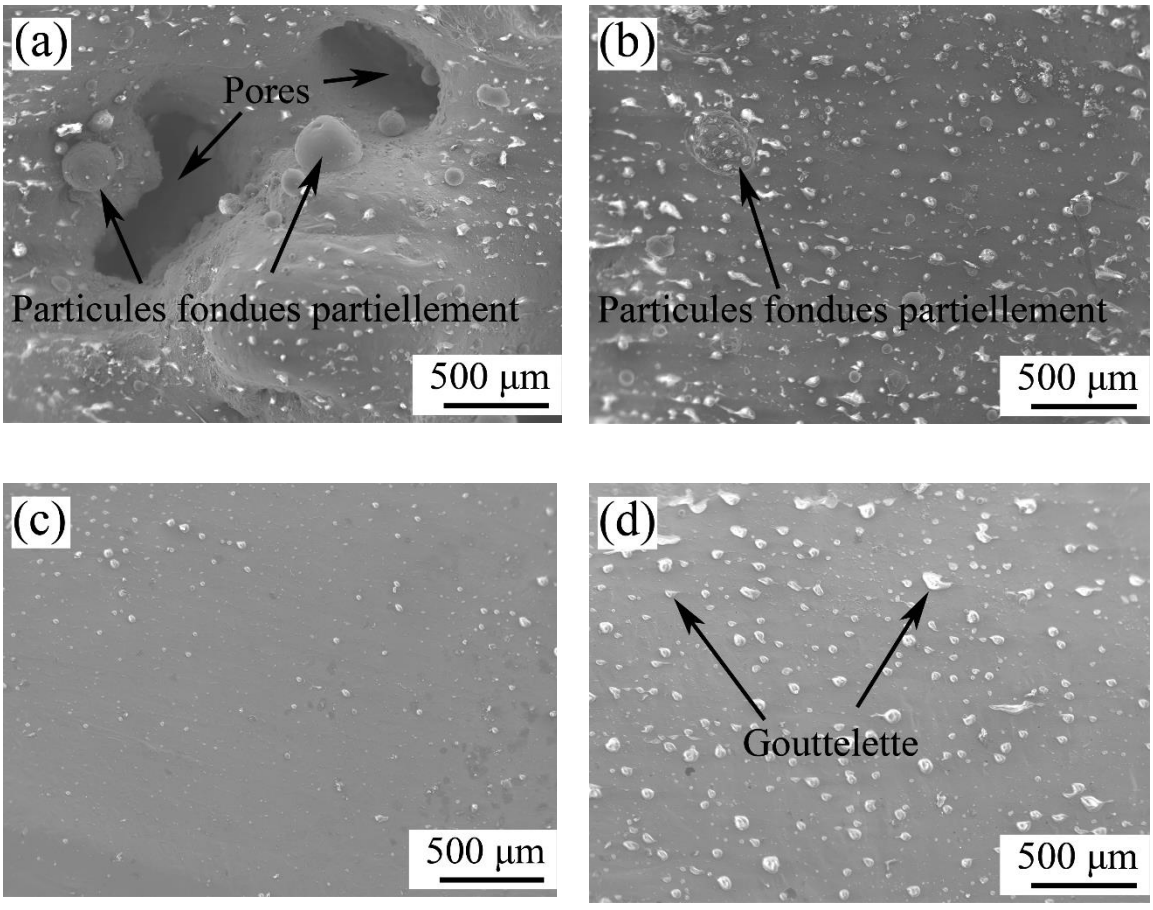

Figure IV.2 Micrographies MEB de la surface des échantillons pour des puissances laser de (a) 120 W (b) 195 W (c) 210 W et (d) 225 W.

IV.2.3 Densité

La Figure IV.3 (a) montre la densité relative des échantillons fabriqués avec des puissances laser allant de 120 W à 225 W. Les mesures ont été réalisées selon la vue de dessus et la vue latérale d'une section par rapport au plan d'accumulation. Les résultats montrent que la densité relative des alliages Al-Si augmente lorsque la puissance laser augmente. Une valeur maximale proche de 95% est obtenue pour les échantillons fabriqués à 210 W. Une puissance du laser élevée conduit à un apport d'énergie plus important et à une augmentation de la taille du bain de fusion. Ainsi la porosité diminue et la densité augmente. Toutefois, lorsque la puissance du laser atteint 225 W, on observe la formation d'un phénomène de « balling » (Cf. Chapitre I : phénomène de « balling ») au cours du processus de fusion, ce qui conduit à une répartition non homogène de la couche de poudre suivante [6], et donc à un accroissement de la porosité.

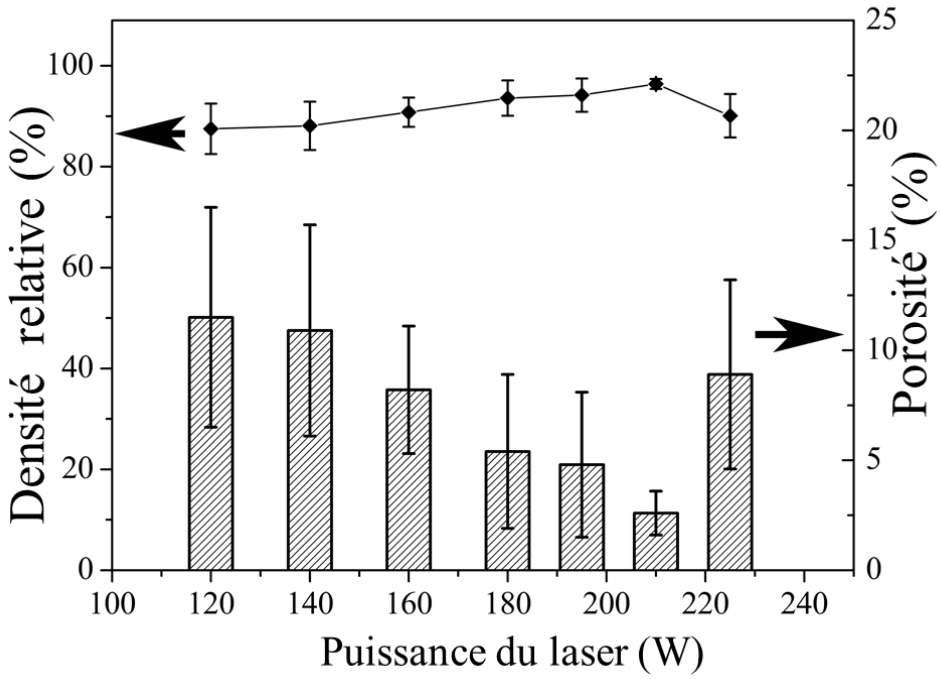

Figure IV.3 Evolution de la densité relative de l'alliage Al-18Si en fonction de la puissance du faisceau laser

IV.2.4 Analyse de phase

Les spectres de DRX du mélange de poudres et des échantillons fabriqués par SLM sont présentés dans la Figure IV.4. Seules les raies α-Al et Si sont observées dans le mélange de poudre (Figure IV.4 (a). Après fusion à différentes puissances laser (Figure IV.4 (b)), les raies observées sont les mêmes. Toutefois, l'intensité des pics Si (1 1 1), (2 2 0) et (3 1 1) augmente lorsque la puissance du laser augmente. L'énergie supplémentaire apportée pour fondre le matériau peut en effet conduire à une meilleure cristallisation du matériau lors du refroidissement.

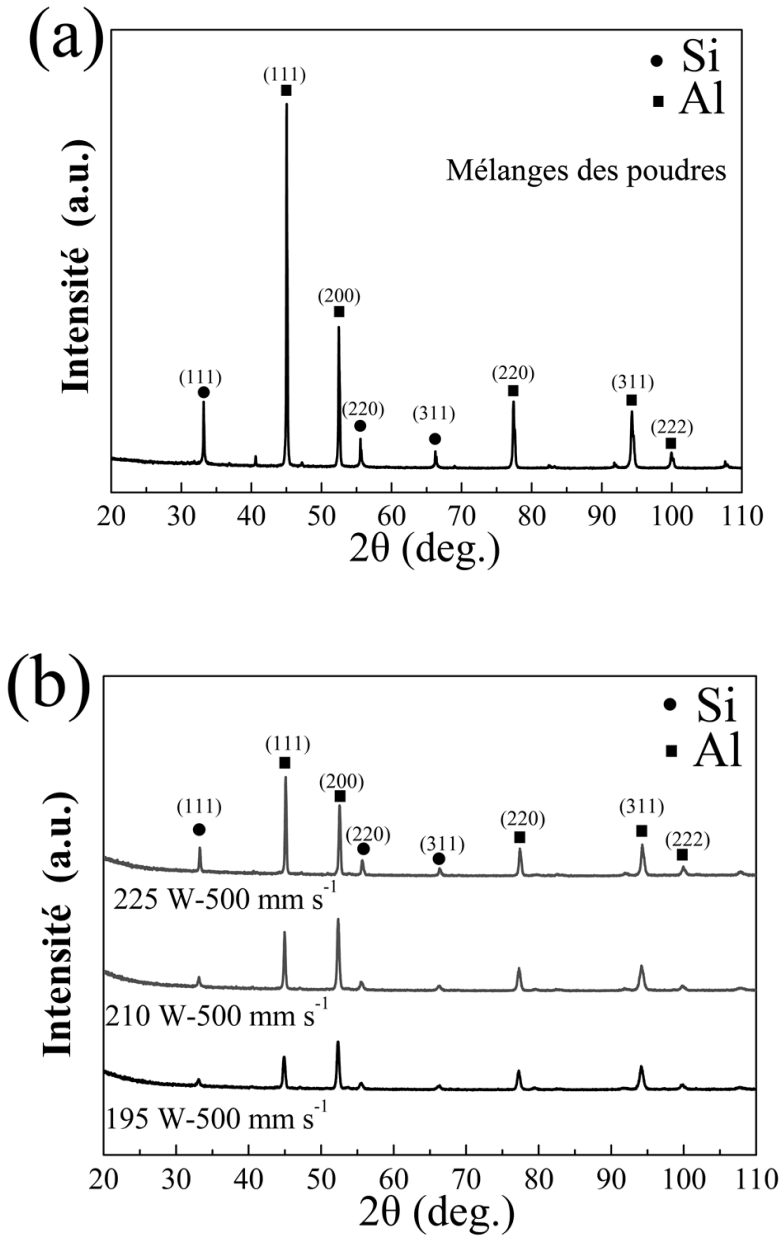

Figure IV.4 Spectres de DRX (a) du mélange de poudres et (b) des échantillons fabriqués par SLM.

IV.2.5 Teneur de Silicium

La Figure IV.5 présente la teneur en Si des échantillons fabriqués à différentes puissance laser. Alors que la teneur en Si reste inférieure à 15% en masse pour les échantillons fabriqués avec une puissance laser inférieure à 160 W, elle augmente régulièrement avec la puissance du laser pour atteindre 22 (% en poids) à 225 W.

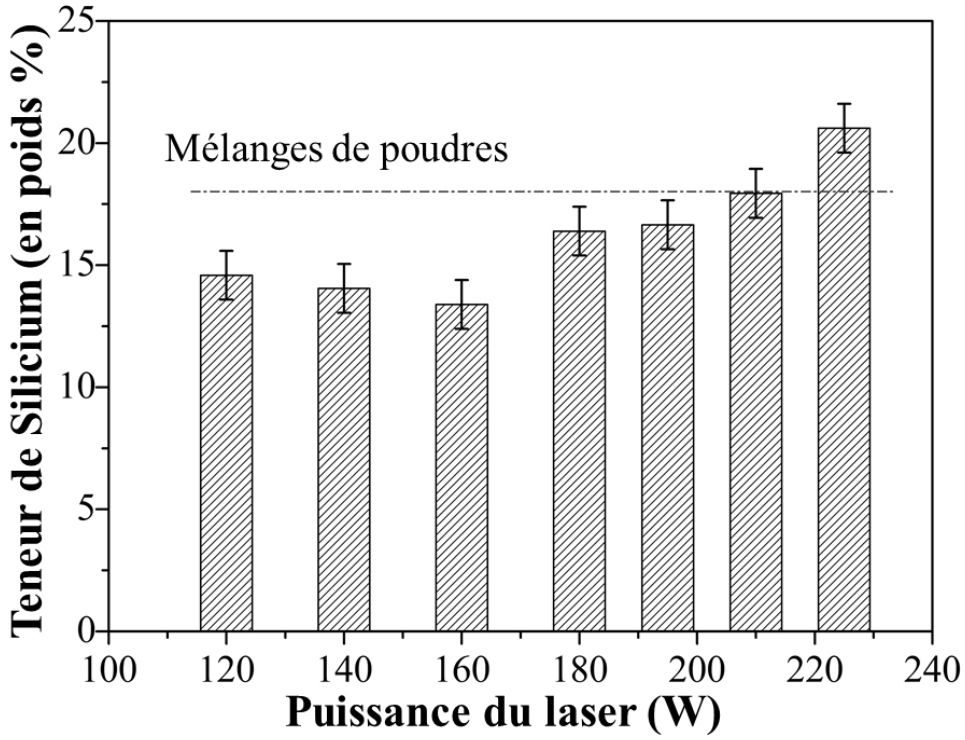

Figure IV.5 Evolution de la teneur en Si de échantillons produits avec plusieurs puissances laser.

IV.2.6 Microstructure

La Figure IV.6 montre la microstructure des alliages Al - Si obtenus à plusieurs puissances du faisceau laser, après attaque chimique. On observe clairement une diminution de la porosité lorsque la puissance laser augmente. La morphologie des pores varie d'une forme irrégulière (Figure IV.6 (a)) à une forme sphérique (Figure IV.6 (b, c et d)). Par ailleurs,

lorsque l'on augmente la puissance du faisceau laser, la taille du bain fondu augmente, augmentant la largeur du cordon qui passe d'environ 80 µm pour 160 W (Figure IV.6 (a)) à 125 µm pour 225 W (Figure IV.6 (d)).

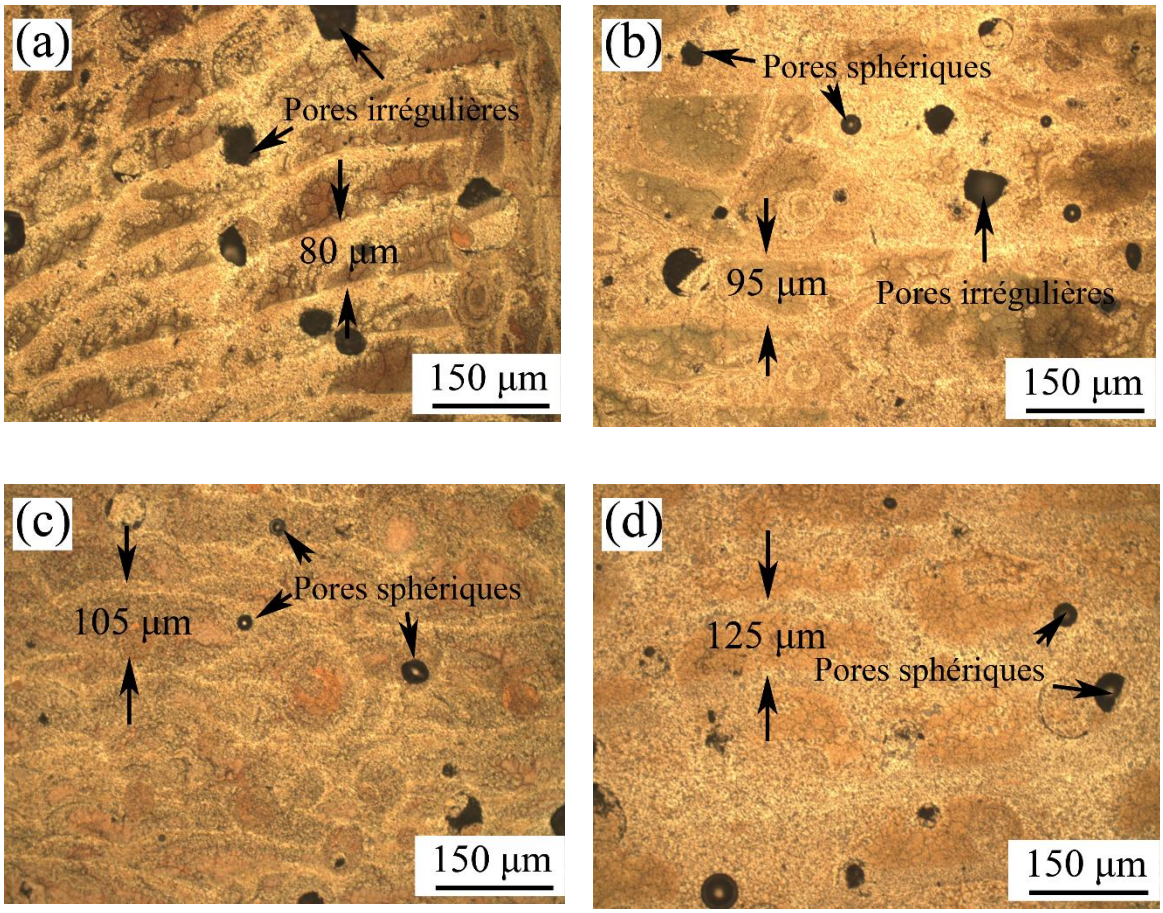

Figure IV.6 Micrographies optiques de coupes transversales pour les échantillons obtenus à une puissance laser (a) de 160 W, (b) de 195 W, (c) de 210 W et (d) de 225 W.

La Figure IV.7 montre la microstructure des échantillons vue en coupe transversale après attaque chimique. A 160 W (Figure IV.7 (a)) des particules de silicium de tailles nano et micrométriques sont observées. Quand la puissance laser augmente de 160 W à 210 W, le nombre de particules micrométriques de Si ayant une forme irrégulière diminue (Figure IV.7 (b et c)). A une puissance laser de 225 W (Figure IV.7 (d)) la morphologie des

particules de silicium devient sphérique, ce qui indique une bonne fusion de l'élément. Par ailleurs, les nano particules de Si observées à faible puissance laser disparaissent pour la pièce fabriquée à 225 W.

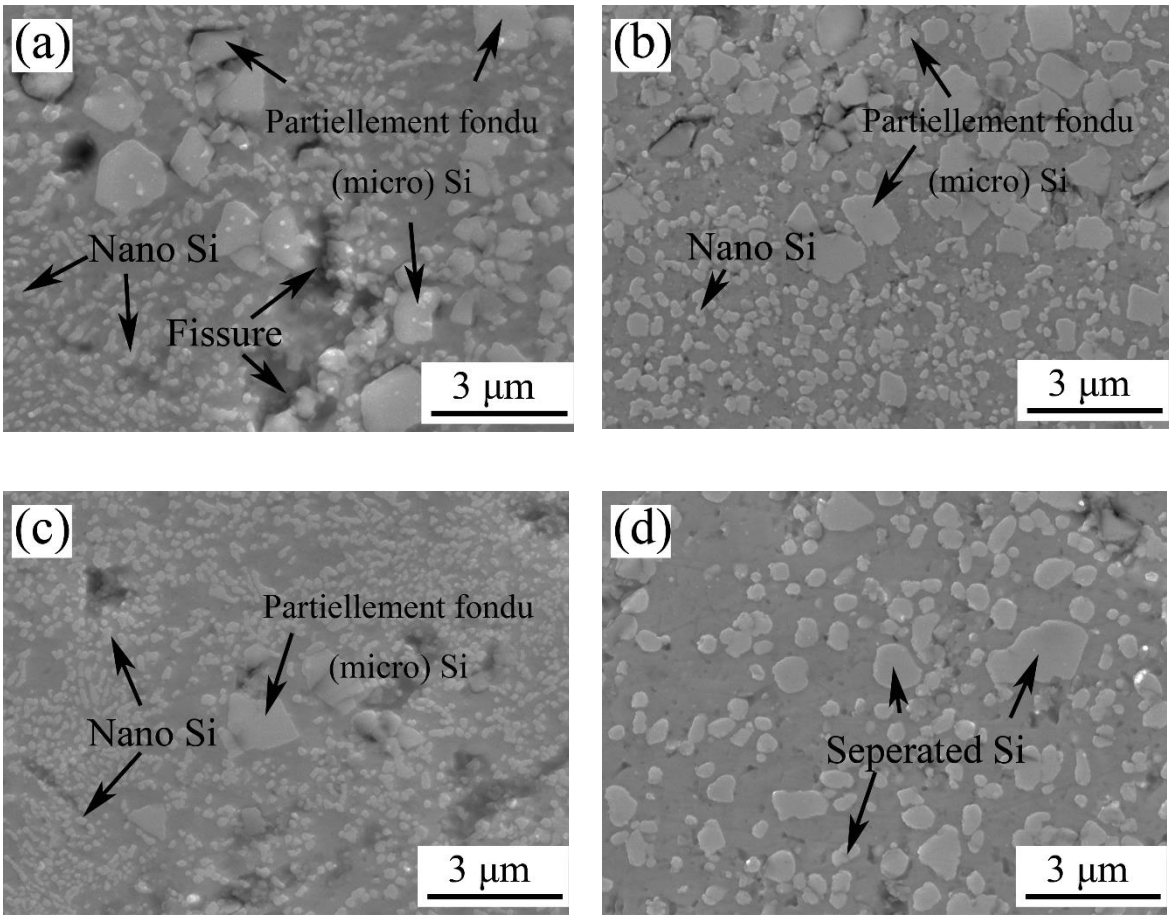

Figure IV.7 Micrographies MEB de coupes transversales pour les échantillons fabriqués à une puissance laser (a) de 160 W, (b) de 195 W, (c) de 210 W et (d) de 225 W

IV.2.7 Dureté

L'influence de la puissance du faisceau laser sur la micro dureté des échantillons est présentée sur la Figure IV.8. On observe que la micro dureté augmente continuellement de 80 Hv à 130 Hv quand la puissance du laser augmente de 120 W à 210 W. Ce comportement pourrait être lié à la porosité qui diminue lorsque la puissance du laser augmente. Toutefois,

pour une puissance laser supérieure à 210 W, des valeurs de dureté inférieures sont mesurées (60 Hv seulement à 225 W). On peut donc en déduire que la micro dureté est aussi fortement influencée par la microstructure de l'alliage Al-Si, en particulier la distribution et la morphologie de la phase silicium.

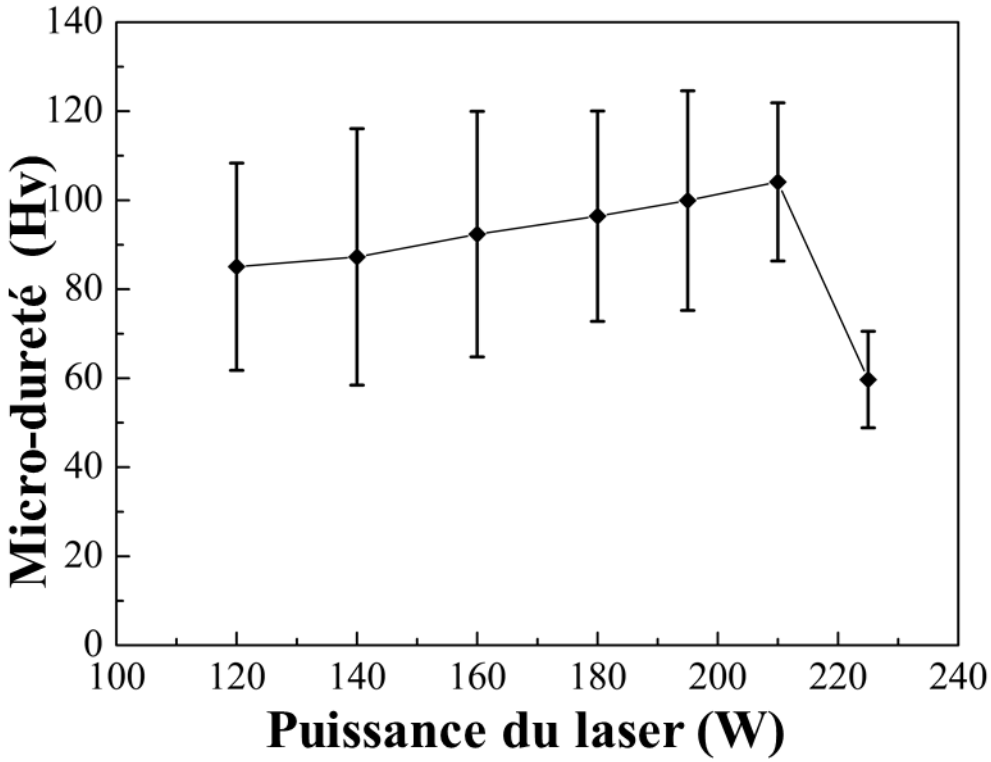

Figure IV.8 Evolution de la micro dureté des échantillons en fonction de la puissance laser.

IV.2.8 Comportement à l'usure

La Figure IV.9 présente les coefficients de friction des différents échantillons. Tous présentent un coefficient de friction moyen de l'ordre de 0,46. Au début du glissement des fluctuations locales apparaissent pour les échantillons obtenus à des puissances laser élevées (195 W à 225 W). Les échantillons fabriqués à 225 W présentent la plus longue durée du

temps de fluctuation alors que les échantillons obtenus à 160 W ne présentent pas de fluctuation importante du coefficient de friction.

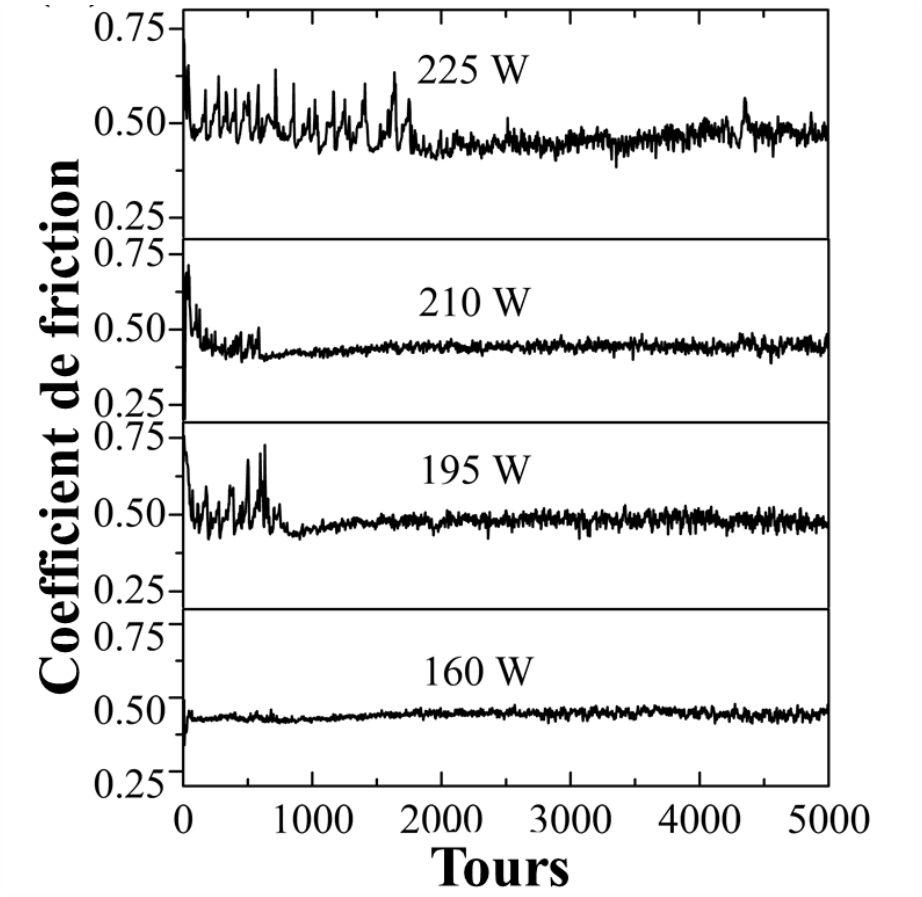

Figure IV.9 Coefficients de friction pour les échantillons obtenus à plusieurs puissances laser.

La dureté et le coefficient de friction sont deux facteurs importants qui influent sur la résistance à l'usure [8]. En règle générale une dureté supérieure et un coefficient de friction inférieur conduisent à une résistance à l'usure plus élevée. Le taux d'usure des échantillons obtenus à plusieurs puissances du faisceau laser sont présentés dans la Figure IV.10. On constate qu'il diminue à mesure que la puissance laser augmente jusqu'à 210 W. Ainsi, les échantillons obtenus à 210 W présentent le taux d'usure le plus faible d'environ

$7{,}0\times10^{-4}$ mm^3 N^{-1} m^{-1}. Ce résultat est cohérent avec les valeurs de dureté et de densité relative. Par contre, pour une puissance laser de 225 W, pour laquelle la dureté chute de façon très importante, on constate que le taux d'usure augmente considérablement jusqu'à

16.5×10^{-4} mm^3 N^{-1} m^{-1}, ce qui confirme la relation dureté/taux d'usure pour ce type d'alliage [9].

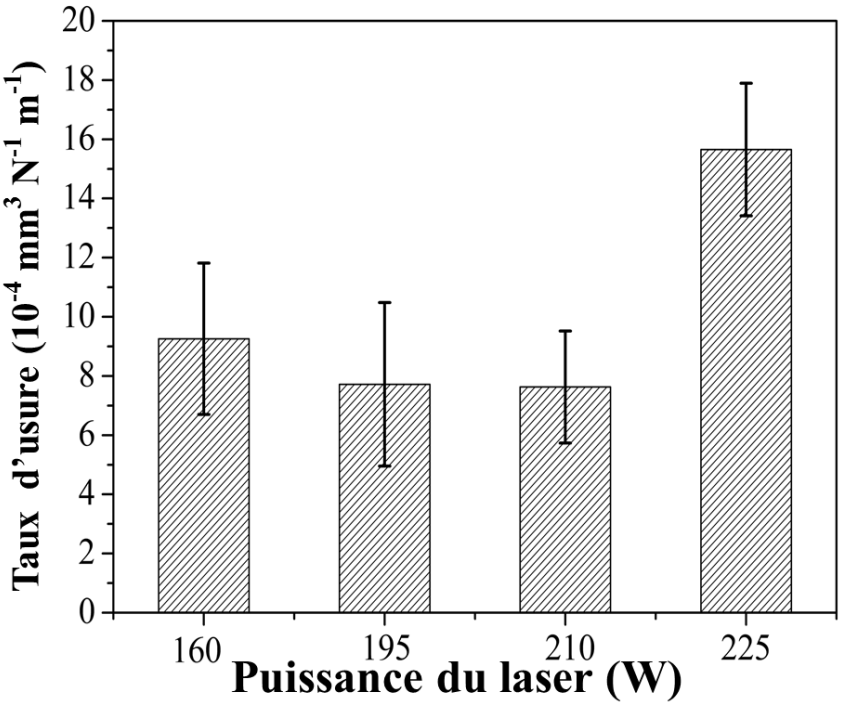

Figure IV.10 Taux d'usure pour les échantillons obtenus à plusieurs puissances laser.

Il est par ailleurs connu que la présence de porosités de surface, dans le cas d'un frottement sec, augmente le taux d'usure en réduisant la surface de contact entre le matériau testé et la surface abrasive opposée [10].

La Figure IV.11 montre la morphologie des traces d'usure après les essais de frottement. Pour les échantillons obtenus à 160 W (Figure IV.11 (a)), la surface usée se compose

principalement de profondes rainures parallèles qui indiquent un mécanisme d'usure par abrasion. Certains grands fragments de forme irrégulière peuvent également être observés sur la surface usée (Figure IV.11 (a)). La présence de ces fragments de forme irrégulière révèle une déformation locale sévère et une délamination de la surface usée. Pour les échantillons obtenus à 210 W, seuls des débris d'usure de petite taille (constitués principalement d'oxydes d'Al et Si) apparaissent sur la surface usée. La morphologie de la trace d'usure (Figure IV.11 (c)) indique que le mécanisme d'usure principal est toujours abrasif. A fort grandissement, des fissures peuvent être observées dans les traces d'usure des échantillons fabriqués à 160 W et 210 W (Figures IV.11 (b et d)). En ce qui concerne les échantillons produits à 225 W, il apparaît clairement que le mécanisme d'usure n'est plus abrasif mais adhésif. De nombreux petits débris résultant de la rupture de la tribo-couche peuvent être observés (Figure IV.11 (e et f)). Dans ce cas, en raison de la faible dureté du matériau, le mécanisme d'usure principal est le micro-labourage. A fort grandissement, quelques fractures apparaissent également dans les traces d'usure.

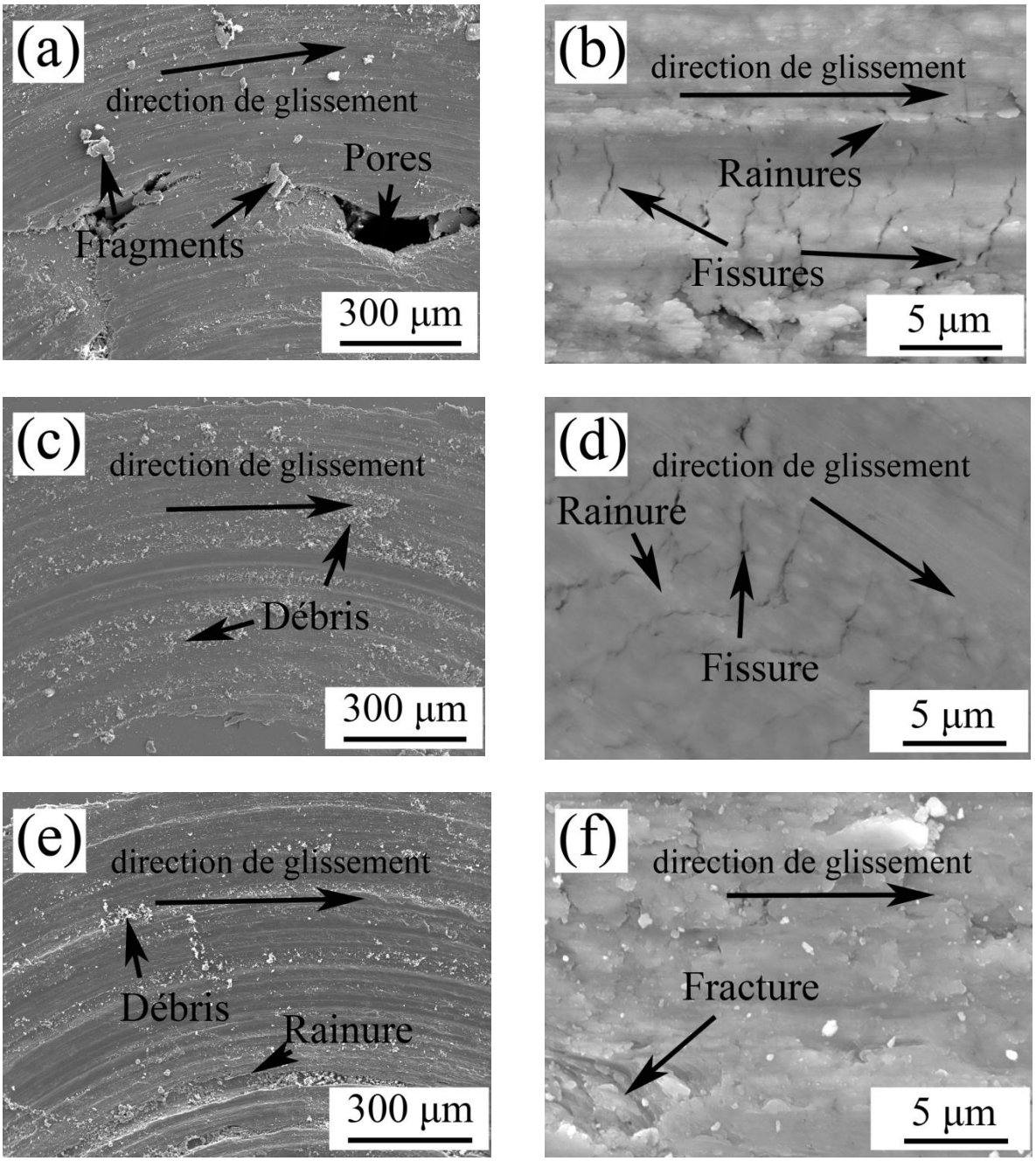

Figure IV.11 Micrographies MEB de surfaces usées d'échantillons fabriqués à (a, b) 160 W, (c, d) 210 W et (e, f) 225 W.

IV.3 Discussion

En principe, une puissance laser élevée produit un bain de fusion plus grand, conduisant à moins de porosité et donc une densité plus élevée. Toutefois, lorsque la puissance du laser est

trop élevée, la formation de boulette et de crasses pendant le processus de fusion conduit à une répartition inhomogène de la couche de poudre de charge suivante [6]. Par ailleurs, comme la température d'ébullition et la pression de vapeur saturante de l'aluminium sont respectivement plus faible et plus élevée que celles du silicium, une forte puissance laser engendre un phénomène de vaporisation sérieux [11]. Un comportement similaire a également été observé pour le chrome dans d'autres travaux portant sur la fabrication de pièces en d'acier inoxydable 316L [12]. Ainsi, l'évaporation de l'aluminium est plus prononcée lorsque la puissance du laser augmente et les échantillons obtenus présentent donc une teneur en Si plus élevée.

Par ailleurs la morphologie de la phase Si change d'irrégulière à sphérique quand la puissance laser augmente. Compte tenu de la forme initiale irrégulière des particules de poudre de silicium, il apparait raisonnable de conclure que les particules de silicium qui comportent une forme irrégulière n'ont pas été entièrement fondues au cours du processus de fabrication, ce qui est observé pour une puissance laser inférieur à 180 W (Figure II.5). Quand la puissance du laser est plus élevée, la poudre est entièrement fondue et la phase de Si se sépare de la phase liquide au cours du processus de solidification avec des formes plus arrondie.

Dans les essais de frottement sec, la fluctuation du coefficient de friction semble être le résultat de la formation d'une couche de métal stable sur la bille d'alumine. Le contact entre la bille d'alumine et l'échantillon se fait à travers une très petite surface qui subit une pression très élevée. Avec l'augmentation de la distance de glissement, la surface de contact augmente à cause de l'usure et d'une possible adhésion de métal sur la surface de la bille d'alumine [7].

Ainsi, une sorte de soudage à froid apparaît entre la bille d'alumine enrobée de métal et l'échantillon jusqu'à ce qu'il y ait fracturation de la partie métallique adhérente. Ce phénomène de soudage/fracturation se répète plusieurs fois et conduit à la fluctuation du

coefficient de frottement. Après une certaine distance de glissement une couche stable est formée sur l'échantillon et le coefficient de frottement tend à se stabiliser. On peut donc supposer que la dureté plus faible des échantillons ainsi que la porosité plus élevée pour l'échantillon fabriqué à 160 W contribuent à réduire le processus de soudage/fracturation.

Comme tous nos échantillons présentent un coefficient de frottement similaire, il semble possible de conclure que leur résistance à l'usure est principalement affectée par la dureté et la porosité. Nous pouvons observer que la teneur en Si des échantillons augmente en fonction de puissance du faisceau laser (Figure IV.5). Comme le silicium présente une dureté élevée, la dureté des échantillons fabriqués sous la puissance du laser haute est plus grande. Hors l'échantillon fabriqué sous une puissance de 225 W qui présente une structure poreuse et donc une faible dureté pour la raison indiquée précédemment. Ainsi les échantillons obtenus à 210 W, qui présentent les valeurs de densité et de dureté les plus élevées, présentent le plus faible taux d'usure.

On notera que les échantillons fabriqués par SLM présentent une résistance à l'usure supérieure à celle d'échantillons en alliage hyper eutectique Al - Si-Cu fabriqués plus classiquement par extrusion à chaud pour lesquels une valeur de 24×10^{-4} mm^3 N^{-1} m^{-1} a été relevée par Gode et al. [13]. Par ailleurs, pour un composite $Al+Al_2O_3$ (18% en poids) réalisé par projection à froid, Shockley et al. [14] obtiennent une valeur de 20×10^{-4} mm^3 N^{-1} m^{-1}.

IV.4 Conclusion

(1) Des alliages hyper eutectiques Al - Si ont été obtenus in situ à partir d'un mélange de poudres en utilisant un procédé de fusion sélective par laser sous atmosphère d'argon.

(2) A une vitesse de balayage constante de 500 mm/s, la puissance du faisceau laser présente une forte influence sur les propriétés mécaniques et la microstructure du matériau. Jusqu'à 210 W, la densité relative et la micro-dureté des échantillons augmente de façon continue avec l'augmentation de la puissance du laser. Au-dessus de cette valeur, la densité relative et la micro-dureté diminuent de manière prononcée. Les principaux facteurs responsables de ce comportement sont la taille du bain fondu, le mécanisme de précipitation de la phase primaire et la vaporisation de l'aluminium.

(3) Des particules de silicium de taille nanométrique apparaissent dans les échantillons produits à des puissances laser inférieures à 210 W. Ces particules sont bénéfiques pour le comportement mécanique de l'alliage. Au-dessus de 210 W, les particules de taille nanométrique ne sont plus formées et seules des particules de taille micrométrique (≈ 5 µm) apparaissent en raison d'un temps de solidification prolongé. Ce changement de microstructure entraine un affaiblissement de la résistance à l'usure.

(4) Des fluctuations du coefficient de frottement apparaissent pour les échantillons obtenus à puissance laser élevée, ce qui peut être attribué à la formation d'une couche adhésive sur la surface du contre-échantillon et à un mécanisme de soudage/fracturation produisant des fluctuations du coefficient de frottement.

(5) Les échantillons fabriqués à une puissance laser de 210 W présentent les valeurs les plus élevées de la densité relative et de la micro-dureté. Ils présentent également le taux

d'usure le plus faible ($7,0 \times 10^{-4}$ mm^3 N^{-1} m^{-1}). Cette valeur est notamment inférieure à celle obtenue pour des alliages hyper eutectique similaires extrudés à chaud [13].

Ces résultats confirment que la technologie de SLM présente un potentiel intéressant pour la production d'alliages hyper eutectique Al - Si avec une microstructure contrôlée qui permet un renforcement des propriétés mécaniques.

Référence de chapitre IV

[1] « ASM Handbook Volume 18: Friction, Lubrication, and Wear Technology - ASM International ». [En ligne]. Disponible sur: http://www.asminternational.org/materials-resources/results/-/journal_content/56/10192/06185G/PUBLICATION..

[2] K. M. Jasim et E. S. Dwarakadasa, « Wear in Al-Si alloys under dry sliding conditions », *Wear*, vol. 119, n° 1, p. 119‑130, sept. 1987.

[3] « Aluminum-Silicon Casting Alloys Atlas of Microstructures - ASM International ». [En ligne]. Disponible sur: http://www.asminternational.org/home/-/journal_content/56/10192/26201505/PUBLICATION/.

[4] A. Mahato, S. Xia, T. Perry, A. Sachdev, et S. K. Biswas, « Role of silicon in resisting subsurface plastic deformation in tribology of aluminium–silicon alloys », *Tribol. Int.*, vol. 43, n° 1‑2, p. 381‑387, janv. 2010.

[5] S. K. Dey, T. A. Perry, et A. T. Alpas, « Micromechanisms of low load wear in an Al–18.5% Si alloy », *Wear*, vol. 267, n° 1‑4, p. 515‑524, juin 2009.

[6] J.-P. Kruth, G. Levy, F. Klocke, et T. H. C. Childs, « Consolidation phenomena in laser and powder-bed based layered manufacturing », *CIRP Ann. - Manuf. Technol.*, vol. 56, n° 2, p. 730‑759, janv. 2007.

[7] R. L. Deuis, C. Subramanian, et J. M. Yellup, « Dry sliding wear of aluminium composites—A review », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 57, n° 4, p. 415‑435, janv. 1997.

[8] J. Clarke et A. D. Sarkar, « Wear characteristics of as-cast binary aluminium-silicon alloys », *Wear*, vol. 54, n° 1, p. 7‑16, mai 1979.

[9] J. F. Archard, « Contact and Rubbing of Flat Surfaces », *J. Appl. Phys.*, vol. 24, n° 8, p. 981, 1953.

[10] P. K. Deshpande et R. Y. Lin, « Wear resistance of WC particle reinforced copper

matrix composites and the effect of porosity », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 418, n° 1‑2, p. 137‑145, févr. 2006.

[11] F. Verhaeghe, T. Craeghs, J. Heulens, et L. Pandelaers, « A pragmatic model for selective laser melting with evaporation », *Acta Mater.*, vol. 57, n° 20, p. 6006‑6012, déc. 2009.

[12] A. Masmoudi, R. Bolot, et C. Coddet, « Investigation of the laser–powder–atmosphere interaction zone during the selective laser melting process », *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 225, p. 122‑132, nov. 2015.

[13] C. Gode, H. Yilmazer, I. Ozdemir, et Y. Todaka, « Microstructural refinement and wear property of Al–Si–Cu composite subjected to extrusion and high-pressure torsion », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 618, p. 377‑384, nov. 2014.

[14] J. M. Shockley, S. Descartes, P. Vo, E. Irissou, et R. R. Chromik, « The influence of Al2O3 particle morphology on the coating formation and dry sliding wear behavior of cold sprayed Al–Al2O3 composites », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 270, p. 324‑333, mai 2015.

Chapitre V

Réalisation d'alliages Al-50Si à partir de poudres d'Al et de Si par SLM

Chapitre V Réalisation d'alliages Al-50Si à partir de poudres d'Al et de Si par SLM

Dans ce chapitre des alliages Al-50Si (% en poids) ont été fabriqués in-situ par SLM en utilisant un mélange de poudres (Al et Si) sous atmosphère protectrice d'argon. Les effets de la puissance du laser sur la microstructure la taille et la morphologie de la phase Si primaire et les propriétés mécaniques ont été déterminées.

V. 1 Introduction

Les alliages Al-Si hyper eutectiques disposent de vastes applications commerciales dans l'aéronautique, l'industrie automobile et l'emballage électronique en tant que matériaux de gestion thermique, en raison de leur bonne coulabilité, d'une conductivité thermique élevée, d'un faible coefficient de dilatation thermique, d'une faible densité et de propriétés mécaniques élevées [1]. Pour obtenir des macrostructures fines la solidification rapide est recherchée, qui permet une réduction des coûts et s'affranchit des limites de composition. Parmi les méthodes de solidification rapide, le processus de projection est le plus utilisé [2], Si-30Al, Si-50Al, Al -30Si.

Dans ce travail, un alliage Al-50Si (% en poids) a été fabriqué par SLM en utilisant un mélange de poudres d'Al et de Si sous atmosphère protectrice d'argon. La microstructure, le comportement à l'usure et la micro dureté des échantillons ont été caractérisés avec un accent porté sur la taille et la morphologie de la phase de silicium primaire. Pour une vitesse de balayage fixée à 500 mm/s, les effets de la puissance du laser sur la microstructure et les propriétés mécaniques ont été déterminés en lien avec la taille et la morphologie de la phase

Si primaire.

Avant leurs introductions dans la machines SLM, les deux poudres (Al pur et Si pur) ont été mélangées dans un mélangeur à culbutage pendant 60 minutes avec une proportion en poids de :

Al : Si = 50 : 50

V. 2 Résultats expérimentaux

III.2.1 Echantillons fabriqué par SLM

La figure V.1 présente un ensemble de cubes fabriqués par micro fusion laser avec différentes puissances du laser.

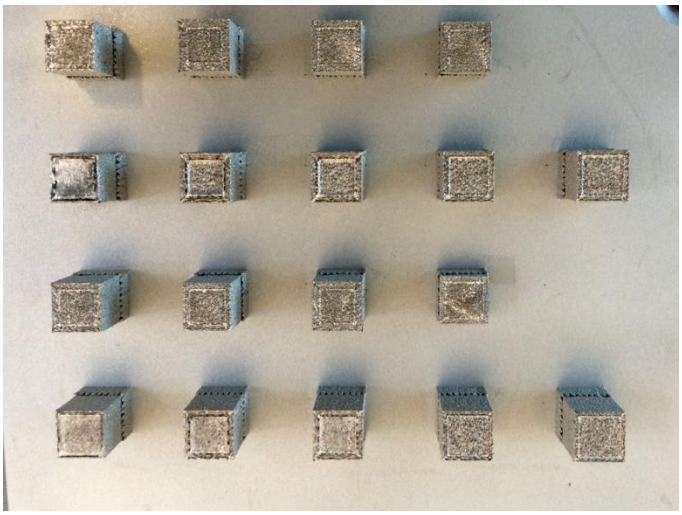

Figure V.1 Echantillons en alliage Al-50Si fabriqués par micro fusion laser selon différents paramètres.

V.2.2 Densité

La porosité des alliages Al-50Si fabriqués avec des puissances laser allant de 260 W à 360 W est présentée dans la Figure V.2. On observe une diminution de la porosité avec l'augmentation de la puissance du laser. Le diagramme de distribution de la porosité est divisé en deux zones correspondant à I), une porosité élevée (> 3,0%), II), une porosité faible (< 2,0%). Comme vu dans les chapitres précédent, l'augmentation de la densité d'énergie élargit le bain de fusion et conduit à une diminution de la porosité et donc à une densité plus élevée. Une porosité inférieure à 2% est obtenue pour les échantillons fabriqués avec une puissance laser supérieure à 300 W (Figure V.2).

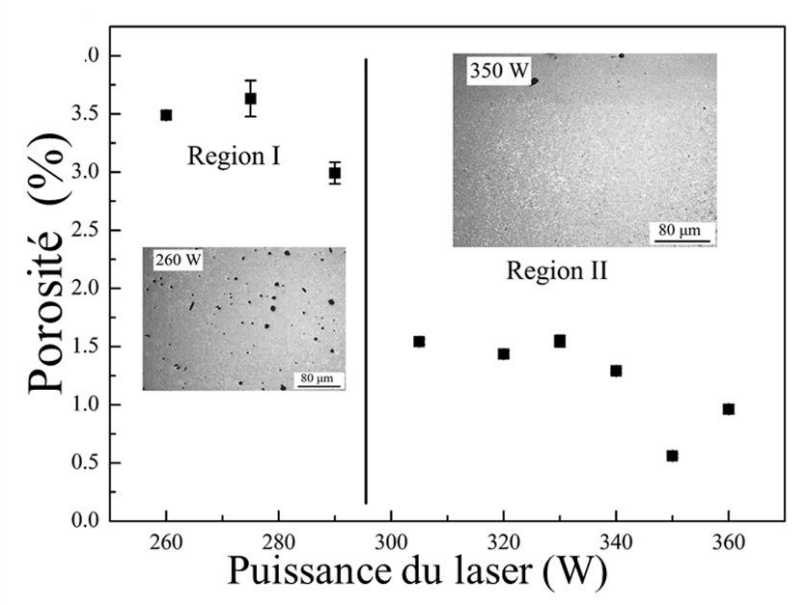

Figure V.2 Evolution de la porosité des échantillons après fusion laser en fonction de la puissance du faisceau laser.

V.2.2 analyse de phase

La Figure V.3 présente les diagrammes de DRX des alliages obtenus à différentes puissances du faisceau laser. Par rapport au mélange de poudres initial, aucune transformation

de phase évidente n'est observée. Les pics de diffraction correspondent à l'aluminium et au silicium purs. Pour le mélange de poudres, l'intensité du pic principal d'aluminium est supérieure à celle du silicium. Cependant, après transformation par fusion laser, on observe que l'intensité du pic de Si est plus élevée que celle du pic d'Al pur. Ce résultat peut être attribué à la vaporisation de l'aluminium au cours du processus de fusion qui conduit à un plus grand pourcentage de Si dans le produit final [3].

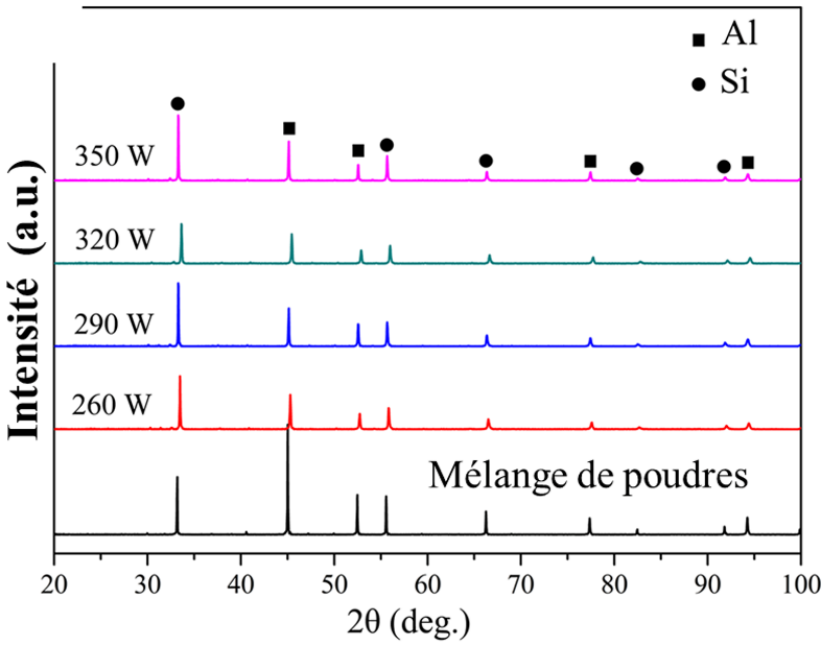

Figure V.3 Evolution des spectres de DRX du mélange de poudres et des échantillons après fusion laser avec différentes puissance laser.

V.2.3 Microstructure

La Figure V.4 montre la microstructure, la taille et la distribution de la phase silicium (vues de dessus d'une section dans le plan de construction) pour des échantillons obtenus à différentes puissances laser. La phase de silicium primaire présente une répartition homogène

dans tous les alliages. A 260 W (Figure V.4 (a)), elle se présente sous la forme d'un granulat ultrafin indépendant de la morphologie des particules initiales. D'après les résultats statistiques (Figure V.4 (e)), la taille moyenne des grains de silicium primaire est de 3 µm. A 290 W (Figure V.4 (b et f)), le diamètre moyen de la phase Si primaire augmente à 4 µm. A 320 W (Figure V.4 (c et g)), les grains de silicium ont un diamètre moyen de 6 µm avec une morphologie qui devient plus irrégulière ; Certains grains peuvent atteindre 20 µm selon une direction principale. A 350 W (Figure V.4 (d et h)), le diamètre moyen de la phase de silicium primaire augmente encore jusqu'à plus de 7 µm. Cette évolution de la taille de la phase primaire de silicium avec l'augmentation de la puissance du laser est liée à l'agrandissement de la masse fondue qui engendre des vitesses de refroidissement plus faibles. La taille des grains de silicium primaire dans ces échantillons reste toutefois nettement inférieure à celle observée dans des échantillons fabriqués classiquement par fonderie (typiquement de l'ordre de 200 µm) [4].

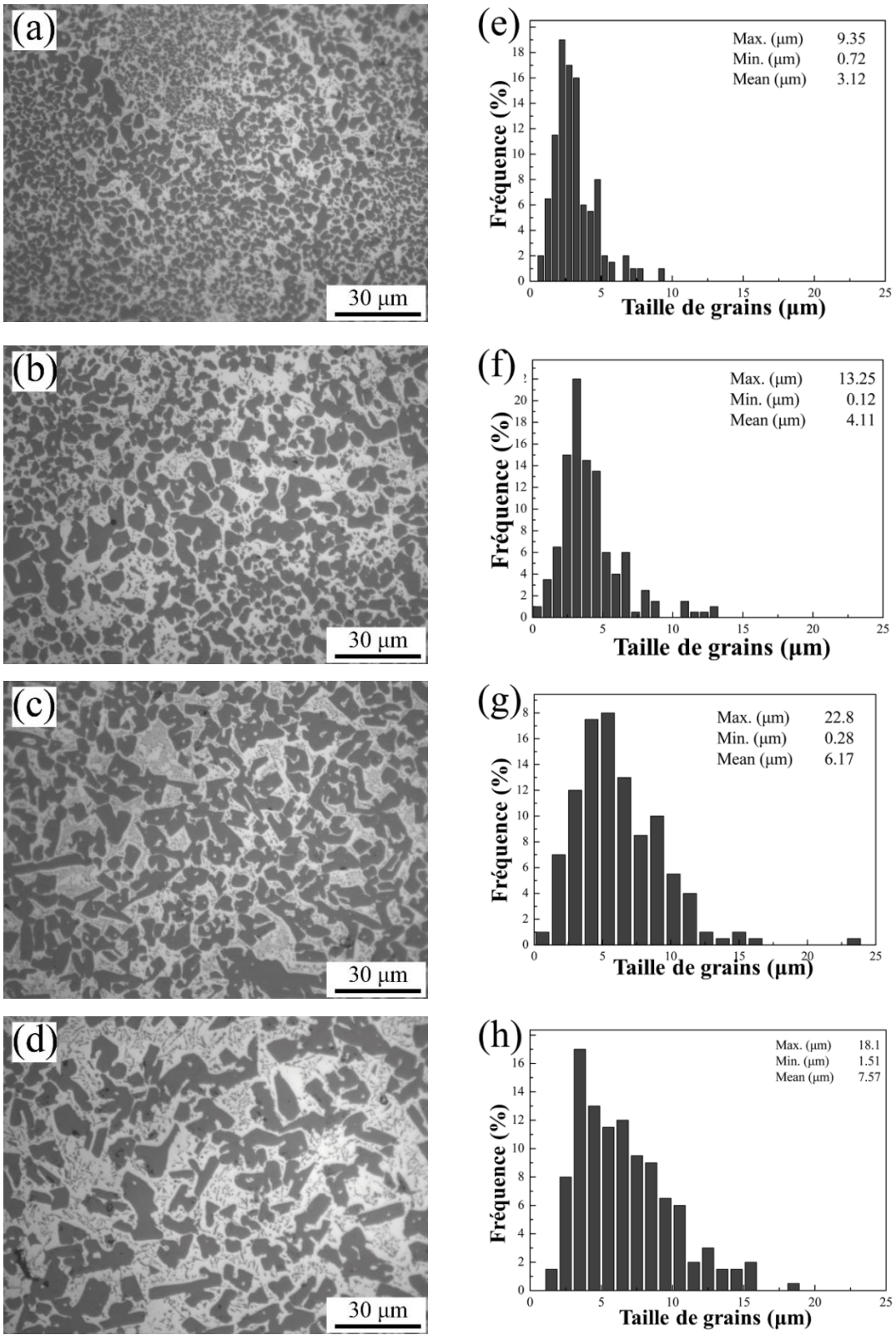

Figure V.4 Micrographies optiques et statistiques correspondantes de la taille des grains de silicium primaire pour les échantillons fabriqués à (a, e) 260 W, (b, f), 290 W, (c, g) 320 W et (d, h) 350 W.

La Figure V.5 présente la microstructure des échantillons avec un plus fort grandissement permettant d'observer le silicium eutectique. Aux basses énergie (260 W et 290 W (Figure V.5 (a et b)), les grains de Si eutectique sont de forme plutôt arrondie. Aux plus hautes énergies (320 W et 350 W (Figure V.5 (c et d)), la morphologie du silicium eutectique change avec une forme qui devient irrégulière.

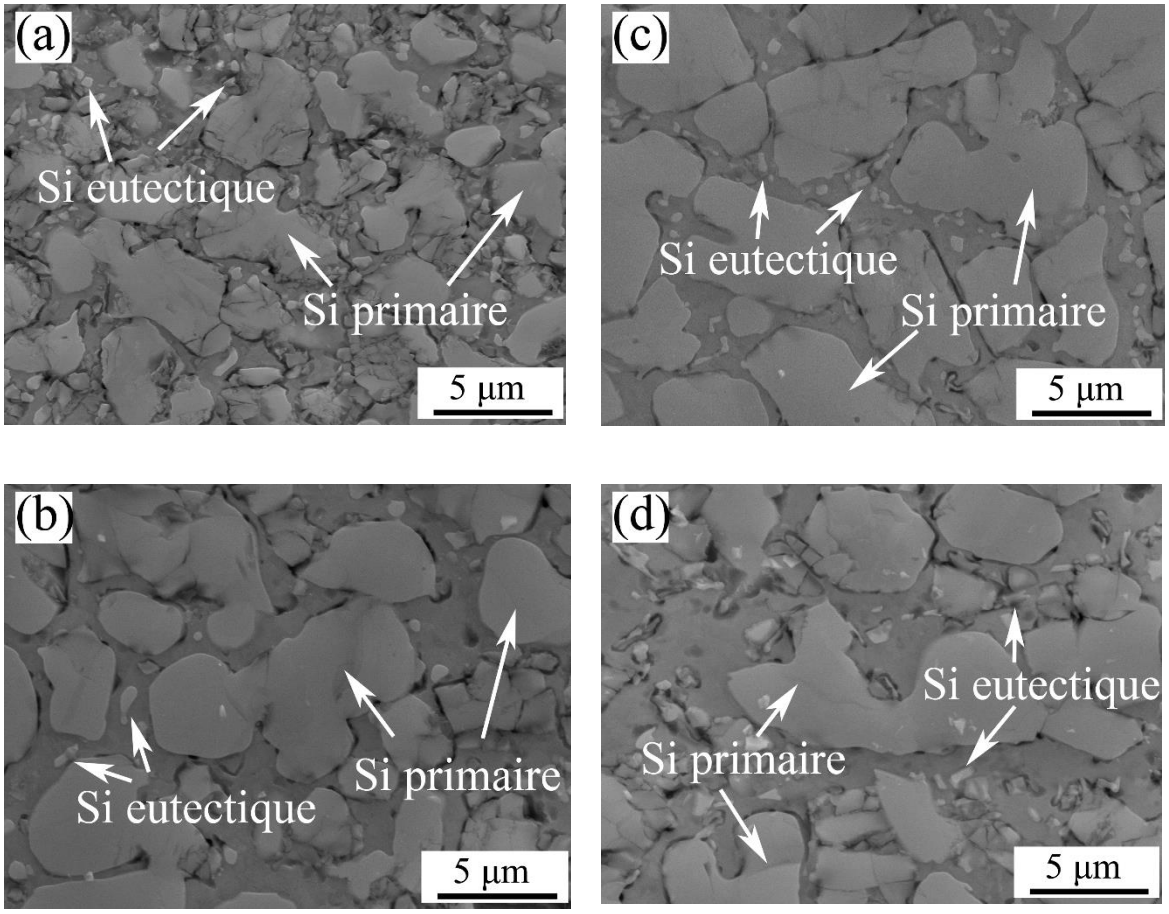

Figure V.5 Morphologie de la phase silicium dans des échantillons fabriqués à (a) 260 W, (b) 290 W, (c) 320 W et (d) 350 W.

V.2.3 Teneur en silicium

Les teneurs en silicium (silicium eutectique et silicium primaire) dans les alliages Al - Si ont été obtenues par EDS et analyse d'image (Figure V.6). Tous les échantillons montrent une

teneur en silicium supérieure à celle du mélange de poudres initial (50%). Ce résultat est confirmé par l'analyse de diffraction des rayons X dans la Figure V.3. De plus, la teneur en silicium eutectique augmente continuellement lorsque la puissance laser augmente. Ce comportement est bien sûr lié au phénomène de vaporisation de l'aluminium au cours du processus de fusion.

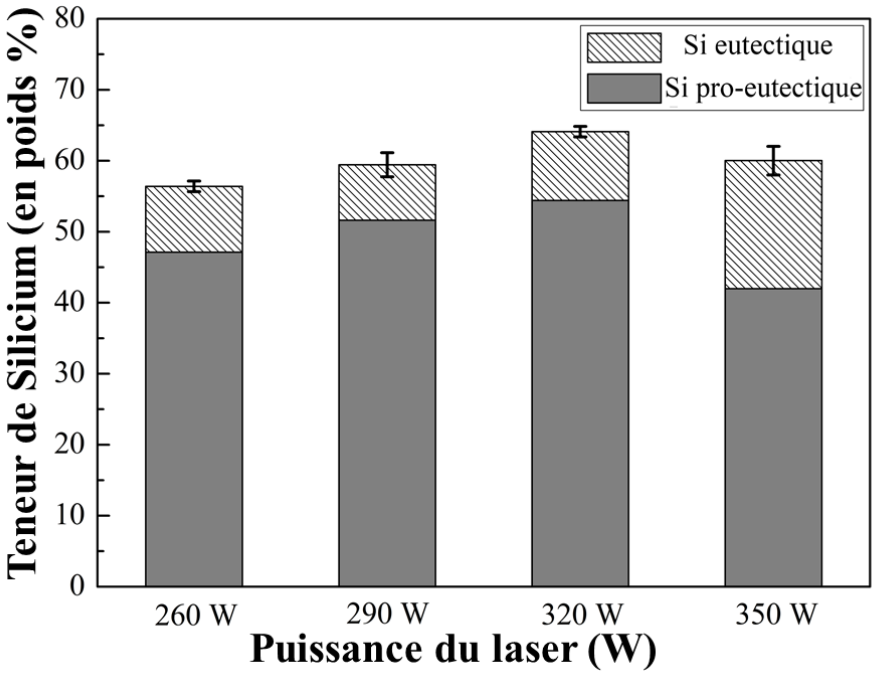

Figure V.6 Variation de la teneur en silicium et de la proportion de silicium primaire dans les échantillons fabriqués à différentes puissances laser.

V.2.4 Dureté

La micro dureté Vickers moyenne est présentée dans la Figure V.7. Lorsque la puissance laser augmente de 260 W à 320 W, la micro dureté de l'alliage Al-50Si augmente également. La valeur de dureté maximale (environ 188 Hv) est mesurée pour l'échantillon fabriqué à 320 W. Par contre, lorsque la puissance laser dépasse les 320 W la micro dureté diminue.

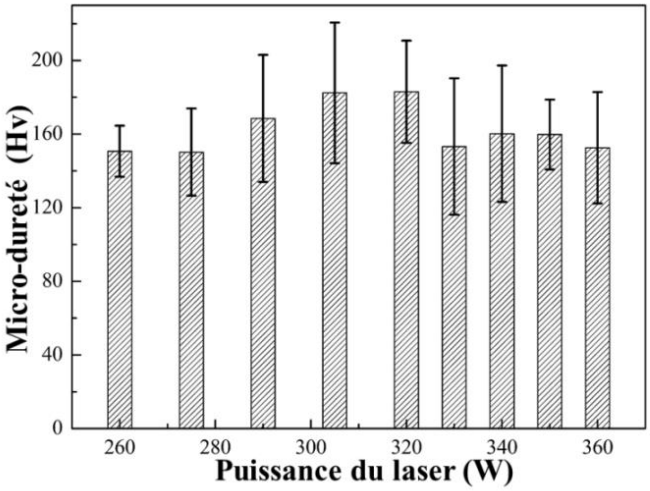

Figure V.7 Evolution de la micro dureté des échantillons en fonction de la puissance du faisceau laser.

La distribution de la dureté des échantillons obtenus à différentes puissances laser est présentée dans la Figure V.8. Une répartition non homogène des valeurs de dureté peut être observée. La région centrale de l'échantillon présente notamment une dureté supérieure à celle de la zone périphérique pour les échantillons obtenus à la puissance laser élevée.

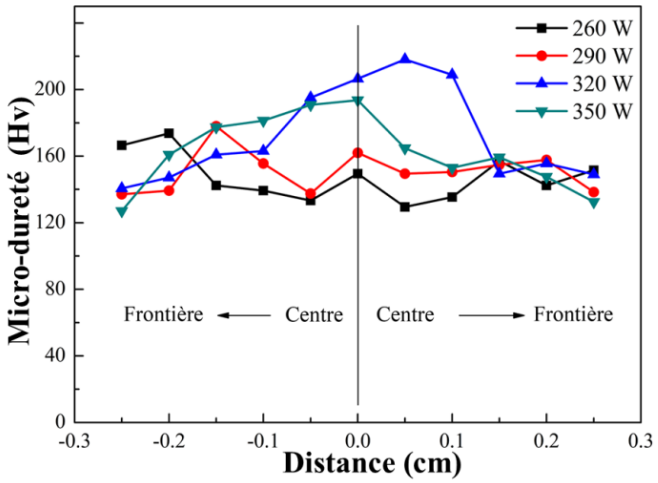

Figure V.8 Variation de la micro dureté en fonction de la distance par rapport au centre de l'échantillon.

Les images MEB et EDS d'indentation sont présentées dans la Figure V.9. Des microfissures caractéristiques d'une faible ductilité sont observées dans et autour de la trace d'indentation.

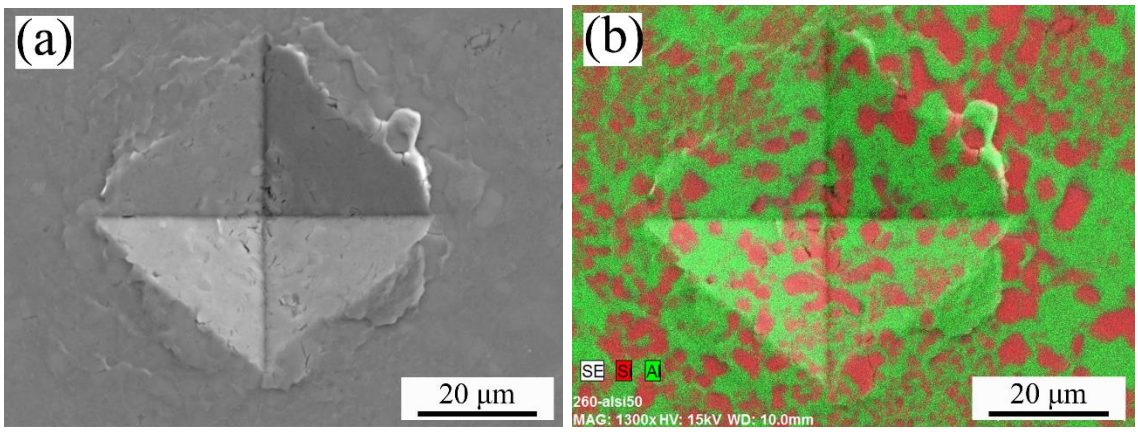

Figure V.9 (a) Micrographie MEB, (b) analyse EDS de l'empreinte sur un échantillon fabriqué à 320 W

V.2.5 Macroségrégation du silicium primaire

La microstructure de l'alliage Al-50Si SLM est présentée dans la Figure V.10. On constate que l'échantillon présente une distribution inhomogène du silicium. Pour les faces A et B des cubes (Figure V.10 (a)), la teneur minimale en silicium primaire est détectée dans la zone médiane entre la centre et le bord. Pour la face A (Figure V.10 (b)), la teneur en phase primaire de silicium dans la région médiane est d'environ 43,7% (en poids). Sur le contour, la teneur est proche de 53,4% (en poids) et au centre de 51,4% (en poids). L'analyse EDS confirme que la teneur en silicium est d'environ 60% (en poids) dans le contour et au centre alors qu'elle n'est que de 50% dans la zone médiane. Pour la face B (Figure V.10 (c)), la phase silicium primaire présente (en poids) la même distribution. Toutefois, le centre et le contour présentent moins de pores en comparaison avec la zone intermédiaire. Ces résultats montrent que des régions riches en Si apparaissent au centre et sur le contour de la pièce. Par ailleurs un comportement de macro ségrégation de la phase de silicium primaire (silicium pro-eutectique) est observé, principalement dans la zone intermédiaire des échantillons.

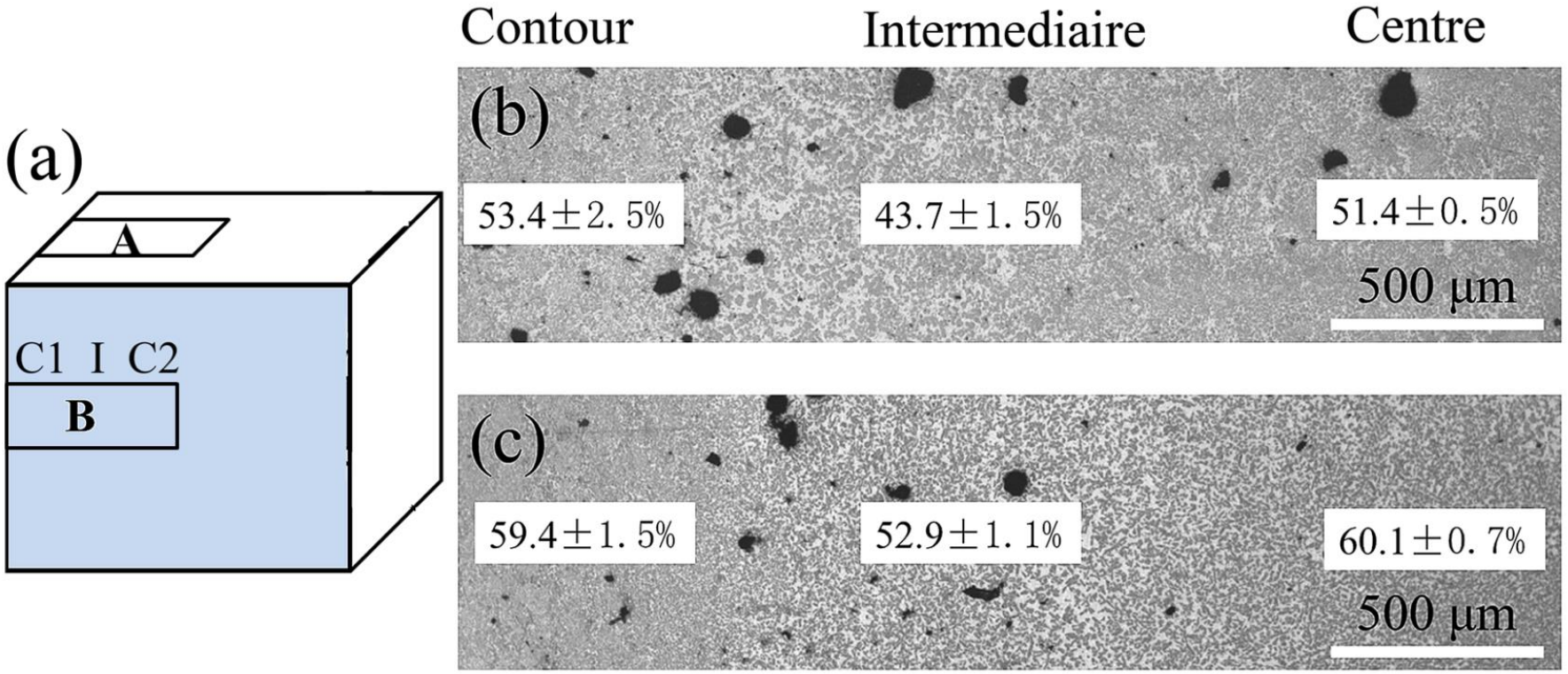

Figure V.10 (a) Représentation schématique d'un échantillon (C1 : contour, C2 : centre) et micrographies correspondantes indiquant la teneur en silicium primaire (vol. %) (b) face A vue du dessus, (c) face B vue de côté.

La Figure V.11 montre la microstructure (vue de dessus) et les distributions de taille de la phase de silicium primaire à plus fort grandissement. La phase de silicium primaire dans la région de contour présente une structure fine (Figure V.11 (a)) avec une taille moyenne de grain inférieure à 3 µm (Figure V.11 (d)). Dans la zone intermédiaire, de grands grains irréguliers de silicium primaire (8 µm) apparaissent (Figure V.11 (b et e)). Ces grains primaires sont entourés par la structure eutectique. Les Figures V.11 (c et f) montrent une phase de silicium primaire avec un diamètre moyen de 6 µm dans la région centrale.

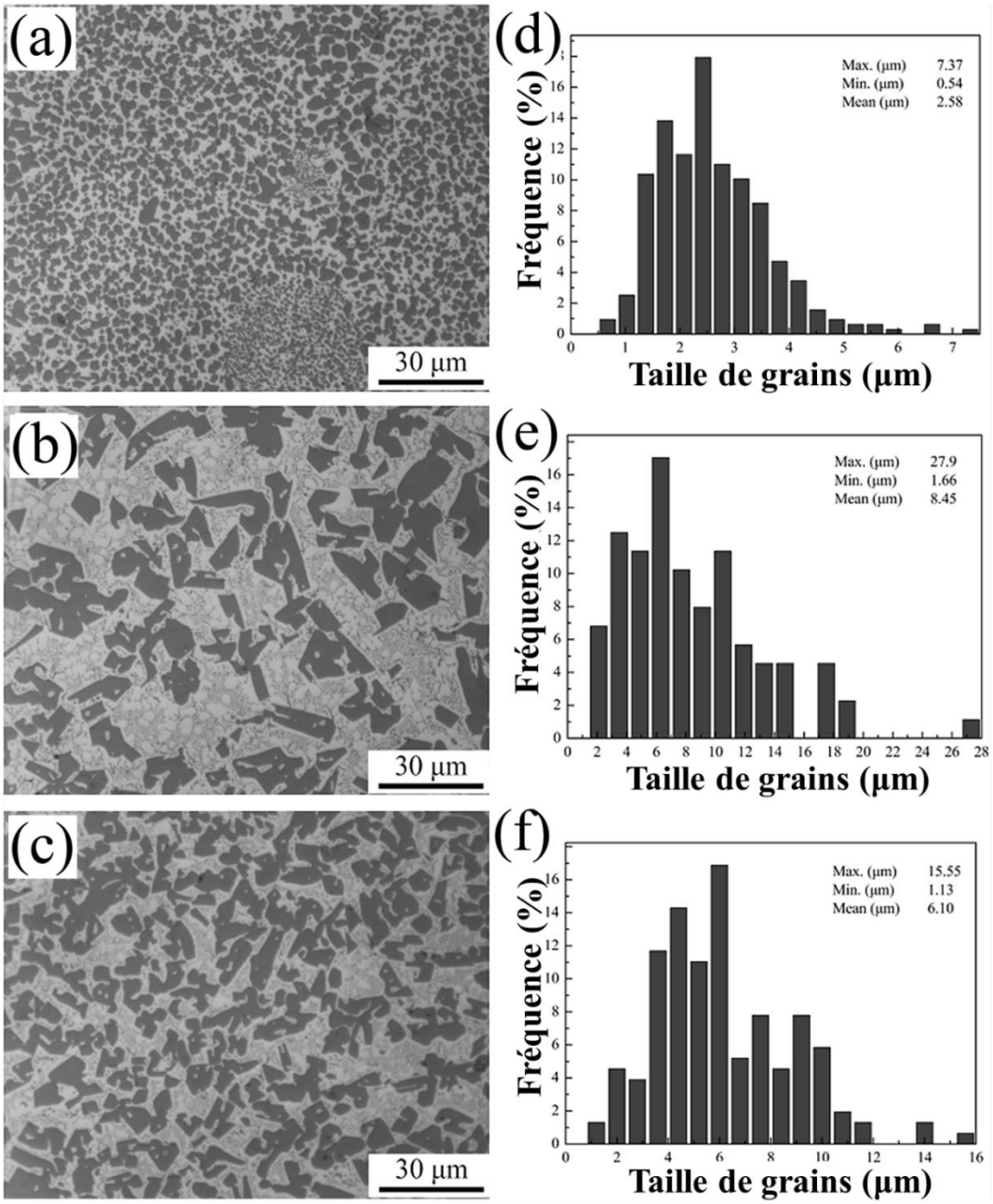

Figure V.11 Micrographies optiques de la microstructure des échantillons fabriqués à 320 W, (a) le contour, (b) la zone intermédiaire et (c) le centre du cube vu de dessus. Avec en regard la taille des grains de silicium primaire.

V.2.5 Comportement à l'usure

La Figure V.12 montre quelques évolutions représentatives des coefficients de friction pour des échantillons fabriqués à différentes puissances laser. Les courbes d'évolution du

coefficient de friction présentent toutes la même tendance. Un état d'équilibre est atteint après une distance de glissement supérieure à 10 m. Lorsque la distance de glissement atteint 125 m, le coefficient de friction moyen est de 0,51, 0,49 et 0,48 pour les échantillons fabriqués à 275 W, 320 W et 350 W respectivement.

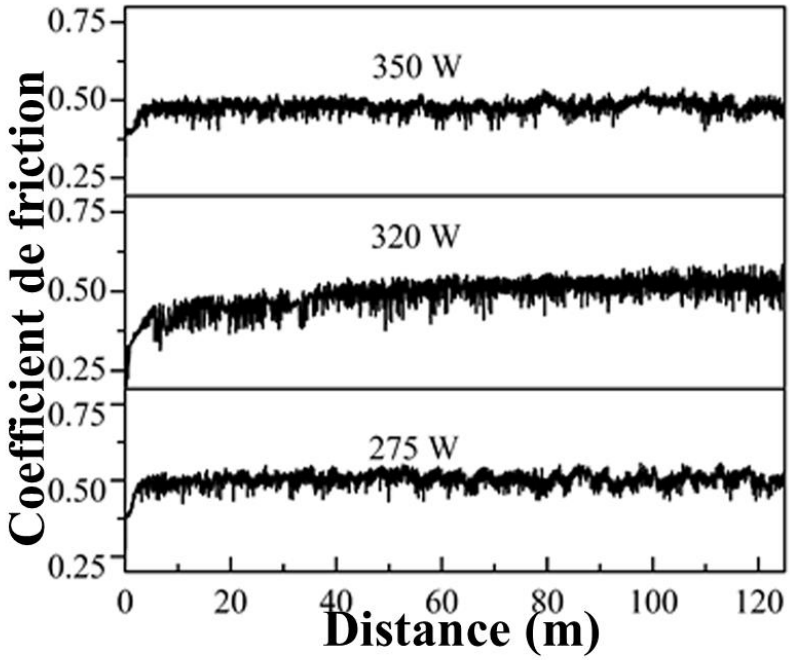

Figure V.12 Evolution du coefficient de friction en fonction de la distance parcourir et de la puissance laser utilisée.

La Figure V.13 montre quelques évolutions représentatives des taux d'usure pour des échantillons fabriqués à différentes puissances laser. Les échantillons fabriqués à 275 W montrent un taux de 8,0 $\times 10^{-4}$ mm^3 N^{-1} m^{-1}. Une valeur proche (8,3 $\times 10^{-4}$ mm^3 N^{-1} m^{-1}) est mesurée pour les échantillons fabriqués à 320 W. A 350 W la valeur minimale du taux d'usure est mesurée à environ 5,5 $\times 10^{-4}$ mm^3 N^{-1} m^{-1}. Ces valeurs peuvent être comparées à la valeur de 7,8 $\times 10^{-4}$ mm^3 N^{-1} m^{-1} obtenue pour l'alliage Al-18 Si (wt. %) (Chapitre IV). Les échantillons à plus forte teneur en Si présentent donc une résistance à l'usure supérieure.

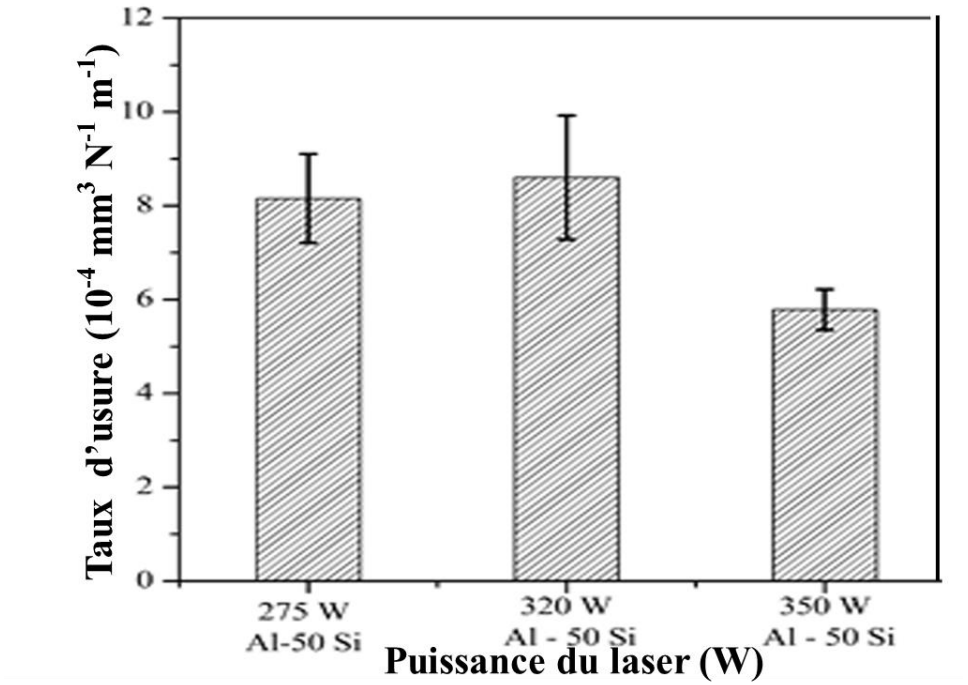

Figure V.13 Evolution du taux d'usure en fonction de la puissance laser utilisée.

Les pistes d'usure des échantillons fabriqués à 275 W et 350 W sont présentées sur la Figure V.14. Les traces d'usure sur l'échantillon obtenu à 275 W (Figure V.14 (a et b)) montrent la présence de rainures de labourage le long de la direction de glissement. Des fissures et des microfissures de délamination multiples apparaissent le long et à l'intérieur des rainures. Certains débris apparaissent sur la surface d'usure, ce qui correspond à la zone d'endommagement local. Pour les échantillons obtenus à 350 W les traces d'usure présentent également des rainures le long de la direction de glissement, ce qui indique que le mécanisme d'usure ne change pas (Figure V.14 (d et e)). On peut cependant remarquer que le nombre de microfissures et de fissures de délamination est inférieur pour l'échantillon obtenus à 350 W. L'analyse EDS des surfaces montre qu'une région d'oxydation apparaît le long de la surface d'usure pour tous les échantillons, ce qui est dû à la forte augmentation de la température au cours du processus de frottement. On peut en conclure que tous les échantillons présentent un mécanisme d'usure identique.

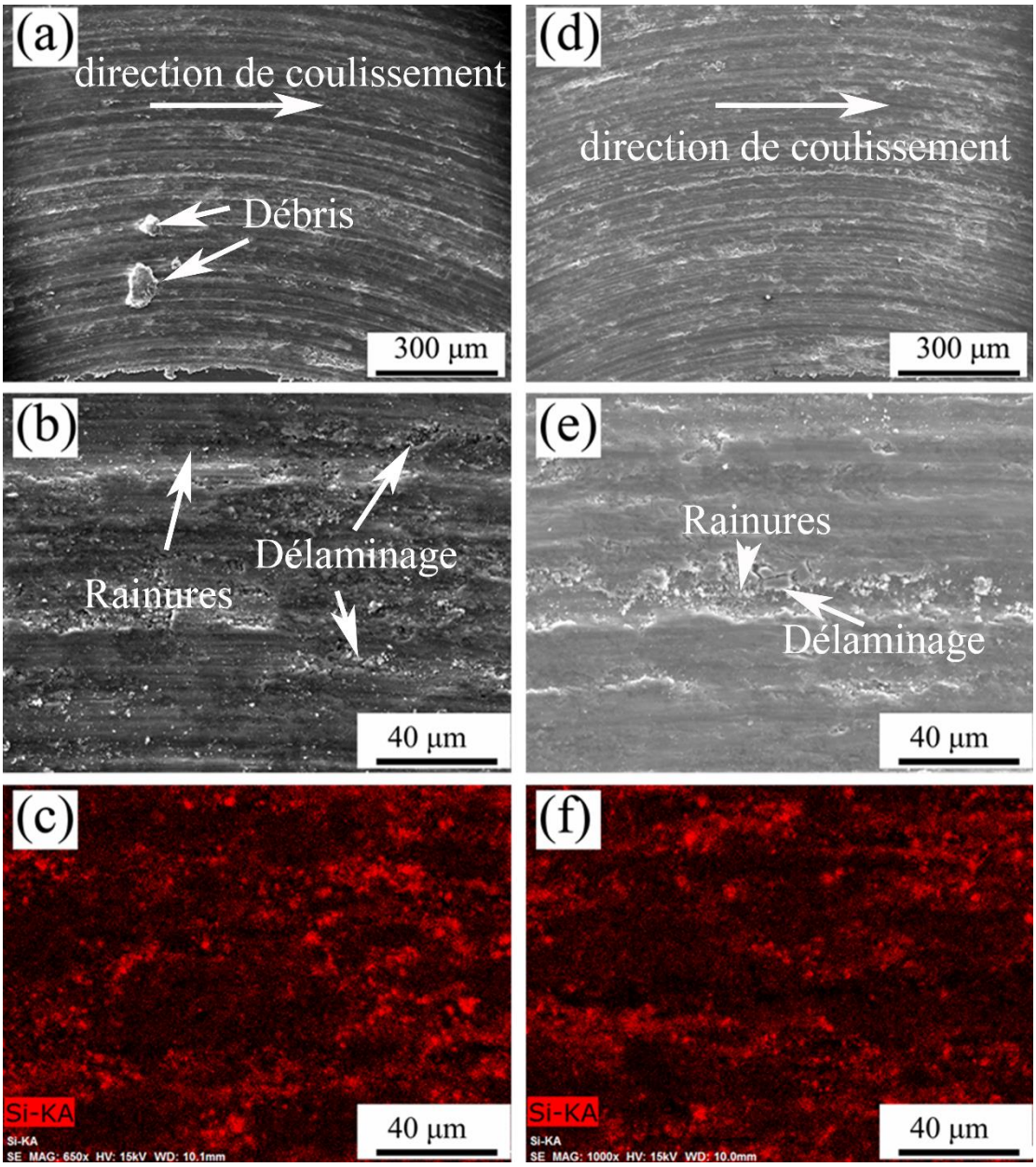

Figure V.14 Micrographies MEB des surfaces après les tests d'usure des échantillons fabriqués par SLM à (a et b) 275 W et (d et e) 350 W et leur analyses EDS correspondantes : (c) 275 W (f) 350 W.

V.3 Discussion

Nous avons observé que la morphologie du silicium primaire change d'arrondie à irrégulière lorsque la puissance de faisceau du laser augmente. Un résultat similaire sur la

transition de phase du silicium primaire a également été observé par Hogg et al.[2] dans le cas de Si-30Al formé par projection. Quand la puissance augmente, le silicium précipite à partir de la solution solide sursaturée Al (Si) en raison de la faible vitesse de refroidissement. La croissance non facette-facettes du silicium dans les alliages Al-Si a tendance à former une morphologie irrégulière.

La dureté de l'alliage est affectée par deux facteurs principaux : la taille de la phase de silicium primaire et la porosité. La porosité élevée réduit la dureté en diminuant la surface réelle de contact entre le pénétrateur et l'échantillon. Même si la porosité des échantillons est relativement faible, la distribution inhomogène des pores mène à une diminution de la micro dureté dans les zones ou la porosité est supérieure. Donc les échantillons obtenus avec une puissance du laser haute, qui présentent une faible porosité, sont plus durs. La taille de la phase de silicium primaire est aussi un facteur important. En général, l'échantillon avec la microstructure la plus fine est plus dur [5], donc l'échantillon obtenue sous une puissance laser (320 W) présente la plus haute dureté. Nous avons aussi observé une distribution inhomogène de la dureté pour les échantillons fabriqués sous une puissance du laser plus élevée. Ce comportement peut être attribué à une macro ségrégation du silicium qui intervient dans la partie centrale de l'échantillon quand l'énergie transférée augmente [6].

Cette macroségrégation est fortement influencée par la taille et la température du bain de fusion, qui est contrôlée par la densité d'énergie fournie par le laser. Une représentation schématique du mécanisme de macro ségrégation de la phase silicium primaire pour un bain de fusion est présentée dans la Figure V.15.

Plusieurs auteurs comme par exemple Dai et al. [7] ont rapporté qu'un écoulement de fluide apparaît dans le bain fondu. Cet écoulement est attribué au gradient de température entre la partie centrale et les bords du bain liquide. En effet, ce gradient de température induit des variations de la tension superficielle et de la masse volumique qui produisent une force de

cisaillement et provoquent l'écoulement du fluide. En général, la convection Marangoni se produit quand une distribution de température non homogène existe dans le liquide selon la formule (4).

$$\eta \frac{\partial u}{\partial y} = \gamma \frac{\partial T}{\partial x} \tag{4}$$

Où η est la viscosité dynamique, γ est la dérivée en température de la tension superficielle (N / (m × K)). Le gradient température dans la direction de X provoque un mouvement du liquide dans la direction Y. Lorsque le gradient de température change, le mouvement du liquide change. Finalement, une circulation de liquide se forme [8].

Dai et al. [9] ont étudié l'influence de l'oxydation d'un alliage à base d'Al sur la tension superficielle et l'écoulement de Marangoni. Ils ont montré que la masse fondue présente un flux de fluide tel que celui représenté dans la Figure V.15 (b). Selon le diagramme de phase binaire Al-Si, la phase de silicium est la première à la nucléation au cours du processus de solidification. Ainsi, la phase de silicium primaire est entraînée par l'écoulement du fluide dans le bain de fusion et commence à se solidifier dans les zones où la température est la plus faible. La concentration de la phase de silicium primaire est donc plus importante dans la région extérieure de la masse fondue. Inversement la région interne est appauvrie en Si (Figure V.15 (c et d)). Par ailleurs, en raison du gradient de température et du temps de solidification plus rapide sur les zones extérieures, la taille de la phase de silicium primaire dans la région extérieure est inférieure à celle de la région intérieure (Figure V.15 (e)).

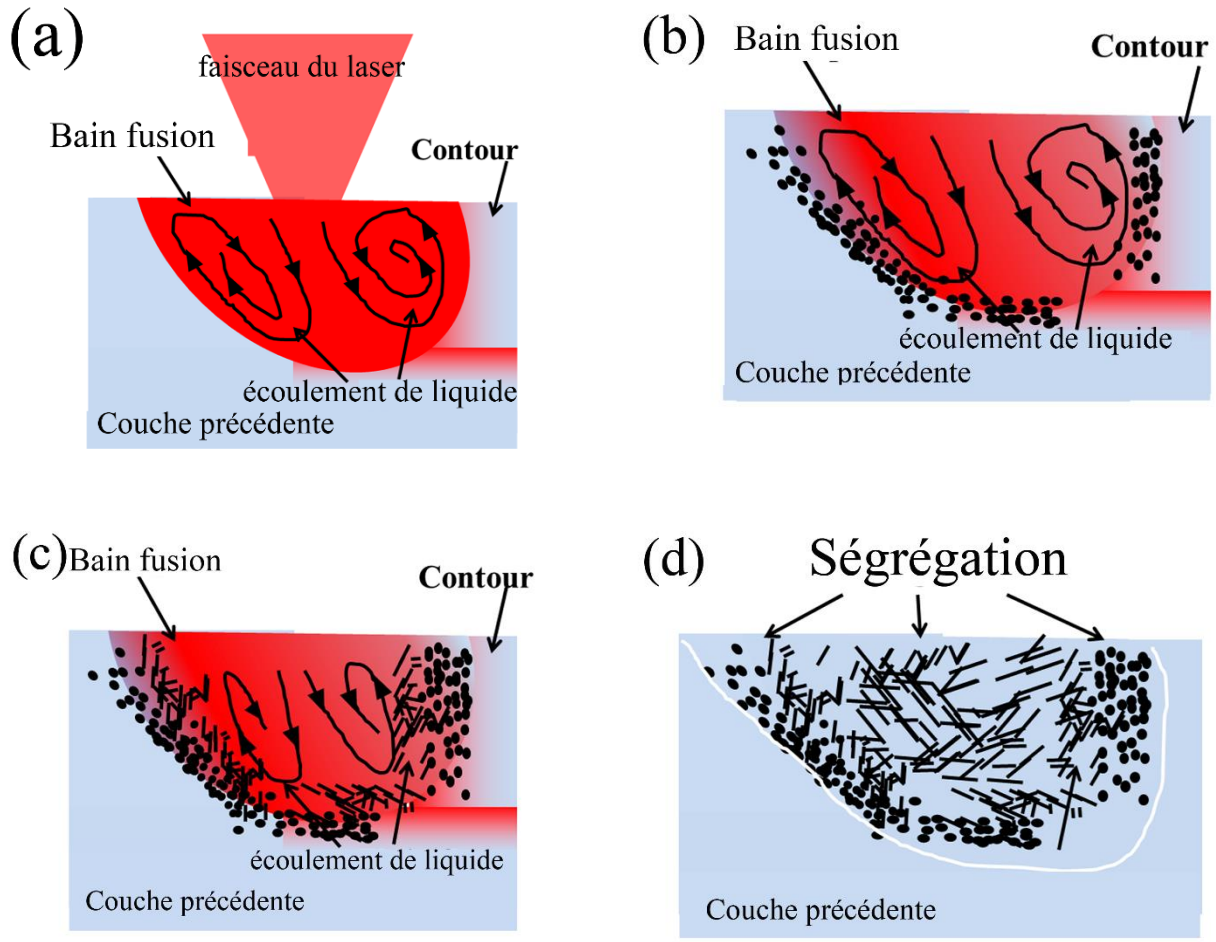

Figure V.15 Représentation schématique du mécanisme de séparation et de macro ségrégation lors de la fusion et de la solidification de l'alliage Al-Si (a) mode de balayage, (b-d) processus de solidification et illustrations schématiques du bain de fusion.

Ainsi, une forte puissance du faisceau laser provoque un large bain de fusion avec une ségrégation importante du silicium primaire (Figure V.16 (a)). Dans ce travail, le bain de fusion est considéré comme circulaire. Le Figures V.16 (b et c) proposent une représentation d'une couche obtenue avec une puissance laser basse ou haute (paramètres de balayage identiques). Cette représentation indique que l'échantillon obtenu à une puissance laser faible présente une répartition quasi homogène du silicium primaire. En revanche, l'échantillon

obtenu à une puissance laser élevée montre la présence de macro ségrégations avec une distribution inhomogène du silicium primaire pour l'ensemble de l'échantillon.

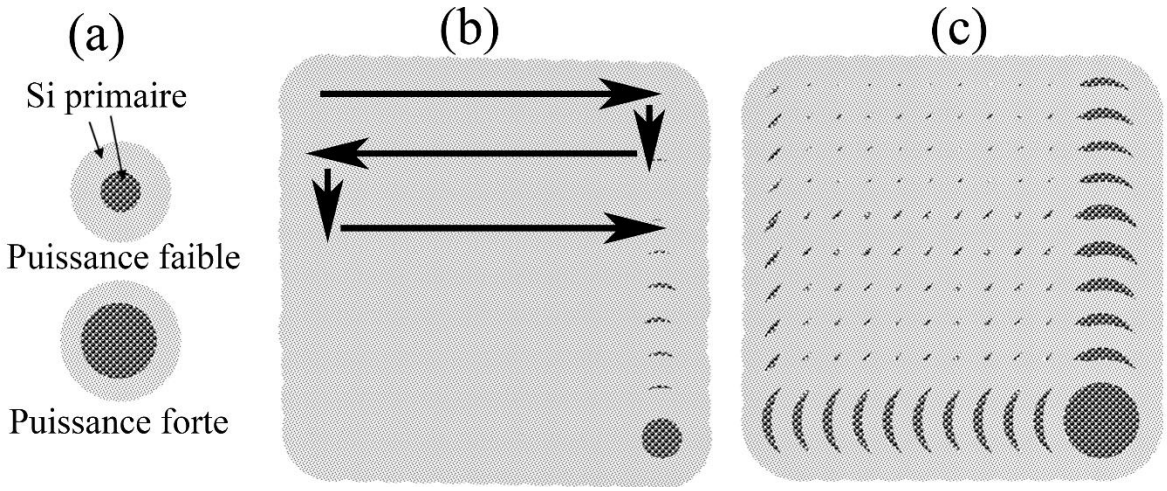

Figure V.16 Influence de la puissance laser sur la forme du bain de fusion (a) et représentation d'une couche obtenue à (b) puissance laser faible et (c) puissance laser élevée.

Le silicium primaire agit comme renfort dans les alliages Al - Si et donc, même si la répartition et la microstructure jouent un rôle, plus la teneur en Si est élevée, plus la résistance à l'usure est élevée [10].

D'une manière générale, pour les alliages coulés classiques, les structures avec de petits grains (<50 µm) de silicium primaire présentent une résistance à l'usure plus élevée que celles disposant de gros grains (>150 µm), en raison de leur plus forte fraction volumique en surface [11]. Mais dans la situation de micro fusion laser, les microstructures des alliages sont ultrafines (< 10 µm). C'est pourquoi, une nouvelle représentation schématique du mécanisme d'usure en fonction de la taille du silicium primaire est proposée dans la Figure V.17. Dans le cas de gros grains de silicium primaire (~10 µm) (Figure V.17 (a et b)), de petits éclats (environ 3 à 4 µm) sont créés pendant le processus de glissement, par suite de l'écrasement des gros grains de silicium primaire (>6 µm), puis ils forment une couche de particules dans

la trace (Figure V.17 (c). La Figure V.17 (d-e) présente le comportement à l'usure des échantillons avec de petits grains de silicium primaire (taille moyenne 3 µm). Lorsque la bille glisse sur la surface, le silicium primaire est directement pressé dans la matrice d'aluminium et forme la couche pleine d'usure en contact (Figure V.17 (f)). Ainsi en raison de la réduction du taux de silicium en surface de frottement, petit grains de silicium primaire présente une résistance à l'usure relativement plus faible.

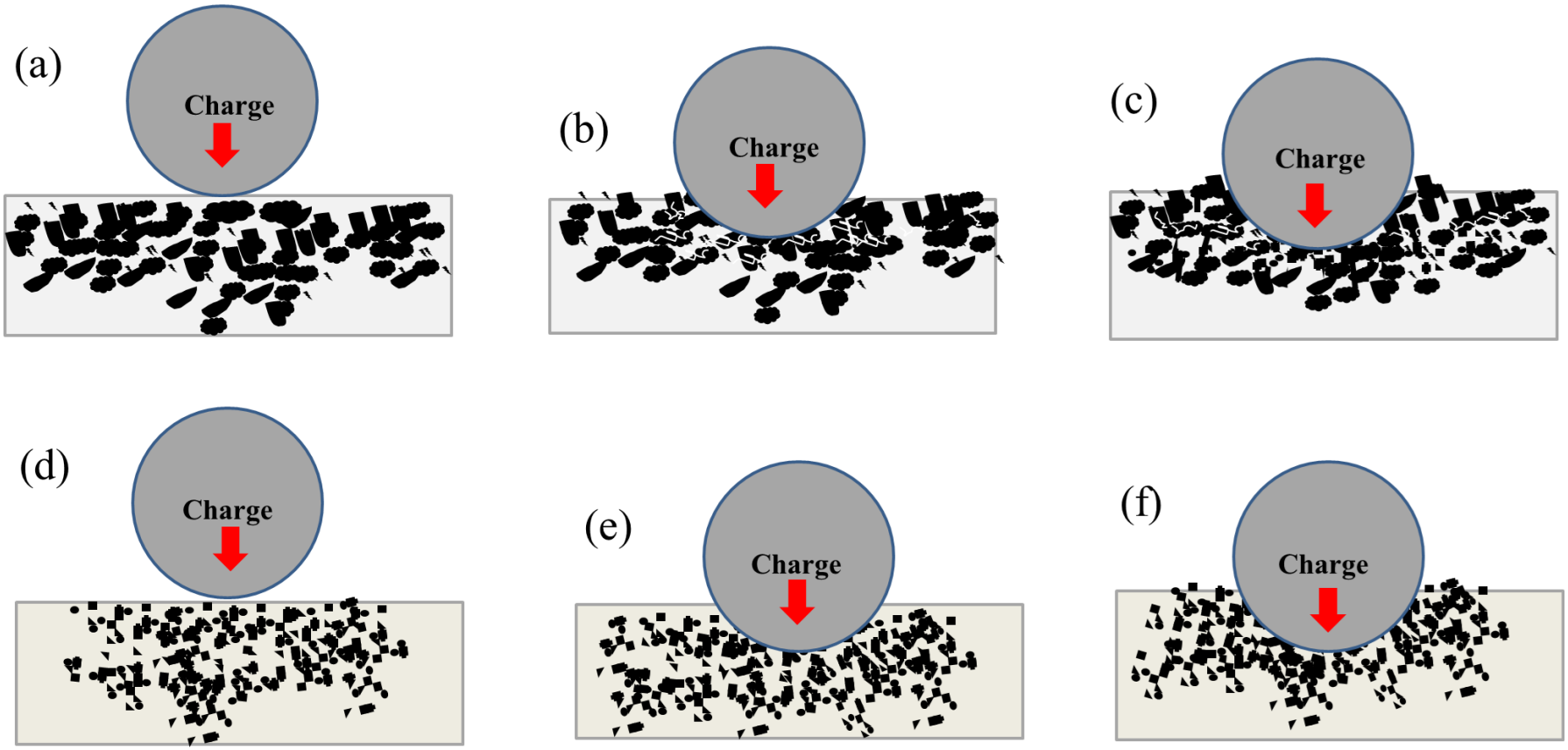

Figure V.13 Représentation schématique du processus d'usure pour (a-c) de gros grains (≈10 µm) de Si et (d-f) de petits grains (≈ 3 µm)) de Si.

V.4 Conclusion

Des alliages hyper eutectiques Al-50Si ont été fabriqués par micro fusion laser à partir d'un mélange de poudres (Al et Si). Les conclusions peuvent être énumérées comme suit :

(1) Une microstructure fine est obtenue avec une taille de la phase silicium primaire de l'ordre de (5 µm nettement inférieure à celle d'observée par des échantillons coulés classiques (200 µm). La taille et la morphologie de la phase de silicium primaire est fortement influencée par la puissance du laser (densité d'énergie). Une puissance laser plus élevée conduit à des grains de silicium primaire plus grands et plus irréguliers.

(2) Une micro dureté de 188 Hv a été obtenue pour les échantillons réalisés à la puissance laser de 320 W. Par rapport à des échantillons denses Al-60Si (%, en poids) obtenus par pulvérisation pour lesquels une dureté de 165 Hv a été reportée dans la littérature [6], les échantillons fabriqués par fusion laser montrent une valeur de dureté supérieure.

(3) L'échantillon obtenu à 350 W présente le taux d'usure le plus faible (environ $5{,}5 \times 10^{-4}$ mm ^{3} N^{-1} m^{-1}). Ce taux est inférieur à celui des alliages Al-18Si fabriqués par fusion laser et présentés dans le chapitre IV. Un mécanisme d'usure mixte (abrasif et oxydatif) a été observé. En plus, dans la situation de SLM (ultrafine microstructure), les échantillons avec des gros grains de silicium presentent une haute résistance au frottement.

(4) Au cours du processus de solidification, les grains de silicium primaire sont entraînés par l'écoulement de fluide (convection Marangoni) et se solidifient dans la partie externe du bain de fusion (basse température). Ainsi, le bain de fusion interne se

solidifié avec une teneur en Si plus faible. Dans la zone externe, les grains de silicium primaire présentent des dimensions inférieures à celles de la région interne en raison de la différence de vitesse de refroidissement.

Référence de chapitre V

[1] C. Zweben, « Advances in composite materials for thermal management in electronic packaging », *JOM*, vol. 50, n° 6, p. 47‑51, juin 1998.

[2] S. C. Hogg, A. Lambourne, A. Ogilvy, et P. S. Grant, « Microstructural characterisation of spray formed Si–30Al for thermal management applications », *Scr. Mater.*, vol. 55, n° 1, p. 111‑114, juill. 2006.

[3] F. Verhaeghe, T. Craeghs, J. Heulens, et L. Pandelaers, « A pragmatic model for selective laser melting with evaporation », *Acta Mater.*, vol. 57, n° 20, p. 6006‑6012, déc. 2009.

[4] Y. Zhang, X. Miao, Z. Shen, Q. Han, C. Song, et Q. Zhai, « Macro segregation formation mechanism of the primary silicon phase in directionally solidified Al–Si hypereutectic alloys under the impact of electric currents », *Acta Mater.*, vol. 97, p. 357‑366, sept. 2015.

[5] B. K. Prasad, K. Venkateswarlu, O. P. Modi, A. K. Jha, S. Das, R. Dasgupta, et A. H. Yegneswaran, « Sliding wear behavior of some Al-Si alloys: Role of shape and size of Si particles and test conditions », *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 29, n° 11, p. 2747‑2752, nov. 1998.

[6] N. Kang, P. Coddet, H. Liao, et C. Coddet, « Macrosegregation mechanism of primary silicon phase in selective laser melting hypereutectic Al – High Si alloy », *J. Alloys Compd.*, vol. 662, p. 259‑262, mars 2016.

[7] D. Dai et D. Gu, « Tailoring surface quality through mass and momentum transfer modeling using a volume of fluid method in selective laser melting of TiC/AlSi10Mg powder », *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, vol. 88, p. 95‑107, janv. 2015.

[8] D. B. Spalding, « Physicochemical hydrodynamics », *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 6,

n° 10, p. 931‑932, oct. 1963.

[9] D. Dai et D. Gu, « Influence of thermodynamics within molten pool on migration and distribution state of reinforcement during selective laser melting of AlN/AlSi10Mg composites », *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, vol. 100, p. 14‑24, janv. 2016.

[10] A. Mahato, S. Xia, T. Perry, A. Sachdev, et S. K. Biswas, « Role of silicon in resisting subsurface plastic deformation in tribology of aluminium–silicon alloys », *Tribol. Int.*, vol. 43, n° 1‑2, p. 381‑387, janv. 2010.

[11] G. Liu, G. Li, A. Cai, et Z. Chen, « The influence of Strontium addition on wear properties of Al–20wt% Si alloys under dry reciprocating sliding condition », *Mater. Des.*, vol. 32, n° 1, p. 121‑126, janv. 2011.

Chapitre VI

Effet d'un champ magnétique statique sur la fabrication d'alliages Al-50Si

Chapitre VI Effet d'un champ magnétique statique sur la fabrication d'alliages Al-50Si

Les alliages traités par SLM présentent généralement une microstructure ultrafine qui peut être plus ou moins ajustée en fonction des paramètres de traitement. Toutefois, pour des matériaux tels que les alliages à base d'aluminium, la microstructure est difficile à contrôler en changeant uniquement les paramètres du procédé. Ainsi, dans ce chapitre, un champ magnétique statique axial a été ajouté au procédé de fabrication. Les effets du champ magnétique statique sur le comportement à la solidification, la microstructure et les propriétés des alliages hyper eutectiques Al-50Si a ainsi été étudiée.

VI.1 Introduction

Du point de vue de l'efficacité structurelle, les matériaux composites fonctionnellement gradués (FGCM) sont considérés comme une solution prometteuse [1]. Fondamentalement, les FGCM présentent une structure hétérogène présentant un profil de composition variant de façon continue dans l'espace [2] [3]. Kieback et al. [4] divisent la famille des FGCMs en deux types : (1) la structure continue et (2) la structure par étapes. Une variation de composition et/ou de structure continue est généralement considérée comme plus efficace mais aussi plus difficile à obtenir.

Les méthodes de densification de mélanges de poudres et les méthodes de dépôt par couches avec des procédés tels que la projection thermique sont les principales techniques envisagées pour la production de FGCMs. Toutefois ces méthodes se confrontent à de nombreux défis : (l) le coût, (2) l'automatisation, (3) la capacité à produire des formes complexes et de grande

taille et (4) la précision. Il apparaît en effet très difficile de satisfaire à ces exigences en utilisant des procédés classiques de fabrication.

VI. 2 Résultats

IV.2.1 Echantillon fabriqué par SLM

Un échantillon cubique fabriqué par micro fusion laser sous champ magnétique statique est présenté dans la Figure VI. 1.

Figure VI.1 Cube d'alliage Al-50Si fabriqué par micro fusion laser sous l'effet d'un champ magnétique statique.

VI.2.2 Analyses de phase

La Figure VI.2 présente les spectres DRX des échantillons fabriqués avec et sans champ magnétique statique. Les analyses ont été effectuées sur des coupes transversales à partir d'une vue de côté (a) et d'une vue de dessus (b). Les spectres indiquent que les principales phases restent du α- Al et du silicium dans les deux cas. On observe cependant que l'intensité

des pics est modifiée après l'ajout du champ magnétique statique, ce qui indique des orientations privilégiées. Le spectre de diffraction des rayons X typique de ce type d'alliage [5] montre que, dans une situation d'arrangement aléatoire, l'intensité du pic Si (1 1 1) est deux fois plus importante que celle du Si (2 2 0). Pour nos échantillons produits par SLM, le rapport d'intensité est d'environ 1,7 sans champ magnétique statique. Or ce ratio monte à 2,5 quand la pièce est fabriquée avec un champ magnétique statique. Cette variation traduit donc un changement significatif dans les orientations préférentielles des grains. Pour l'aluminium, l'intensité du pic Al (1 1 1) diminue lorsque l'intensité du champ magnétique statique augmente alors que l'intensité du pic Al (2 0 0) augmente. Ainsi, on peut conclure qu'une direction de croissance préférentielle se produit pour les deux phases lorsque les échantillons sont fabriqués en présence d'un champ magnétique statique.

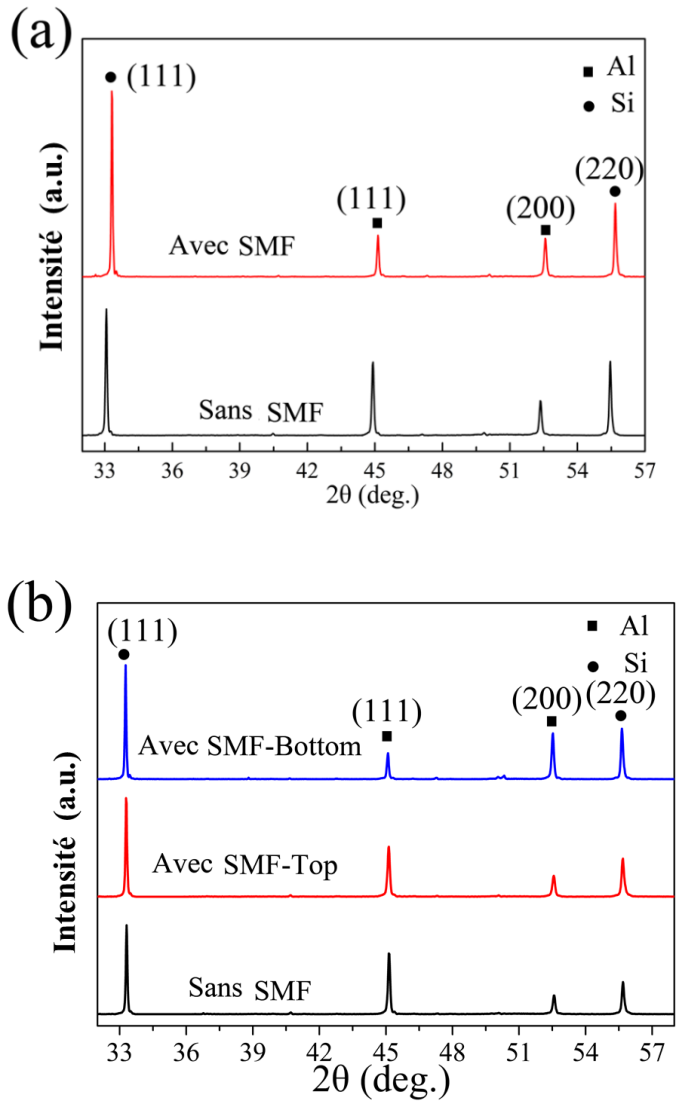

Figure VI.2 Spectres de rayons X pour des alliages Al-50Si fabriqués avec et sans champ magnétique statique : (a) en vue latérale et (b) en vue de dessus. (Bottom : partie inférieure, Top : partie supérieure de l'échantillon)

VI.2.2 Microstructure

Une comparaison des microstructures en coupe d'échantillons fabriqués sans et avec champ magnétique statique est proposée dans la Figure VI.3. Cette figure montre que la porosité des échantillons sans/avec champ magnétique statique ne change pas (environ 1,5%). Par contre, on observe que la proportion de la phase silicium augmente lorsque l'intensité du champ magnétique statique augmente (Figure VI.3 (c, d et e)). Ce résultat est confirmé par analyse d'image et EDS (Tableau VI.1). La teneur en silicium augmente d'environ 56 à 76 % (en

masse) quand l'intensité du champ magnétique statique passe de 0 à 175 mT. Le résultat EDS est une valeur moyenne correspondant à 10 analyses (500 µm × 500 µm).

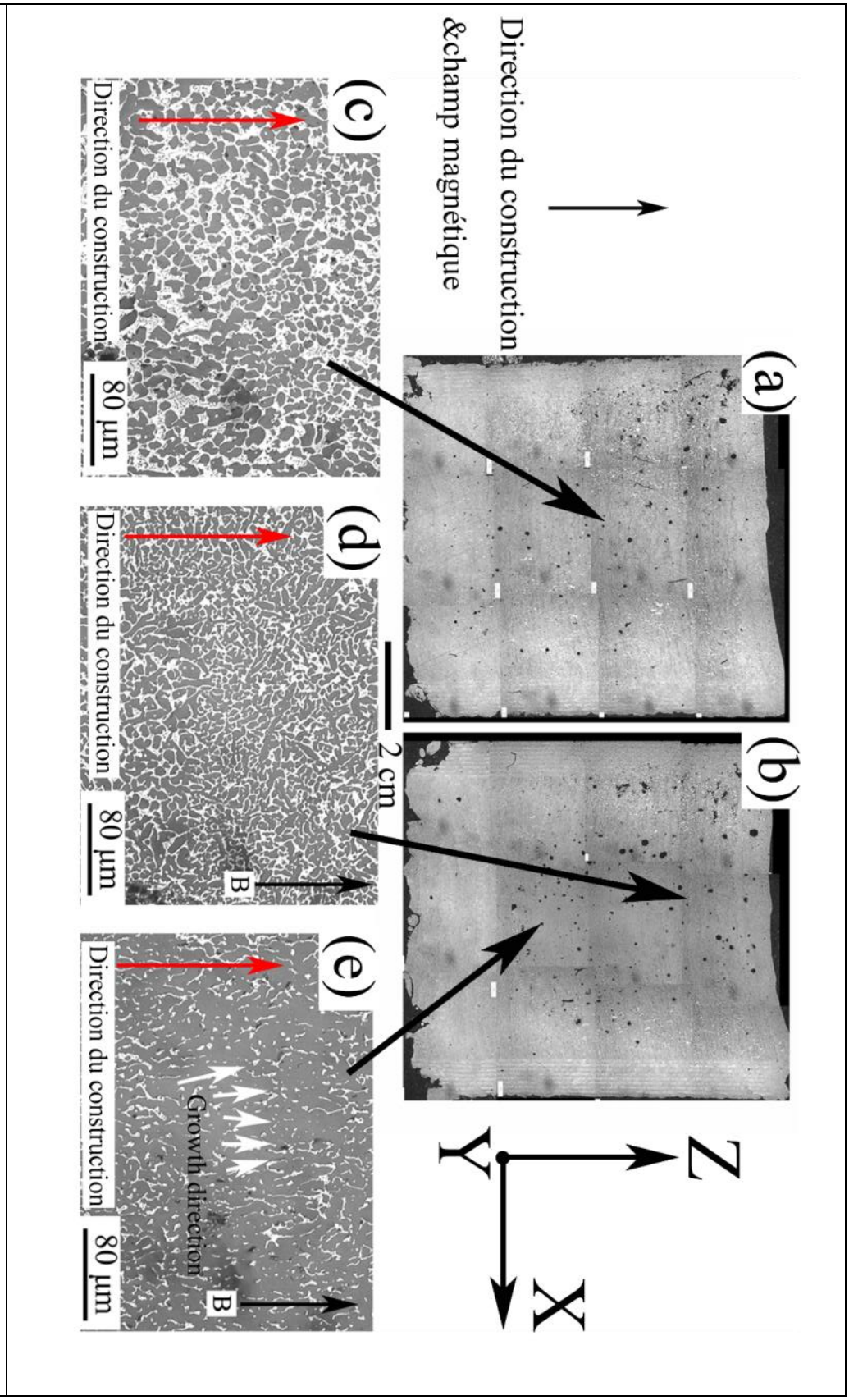

Figure VI.3 Comparaison de sections d'échantillons fabriqués (a) sans et (b) avec champ magnétique statique et microstructures correspondantes (c, d et e).

Tableau VI-1 : Composition des échantillons obtenus avec ou sans champ magnétique

Echantillons	320 W – 0 mT		320 W – 175 mT	
Régions	Haut	Bas	Haut	Bas
Méthodes	OM / EDS	OM / EDS	OM / EDS	OM / EDS
Silicium	56,7 /58,7	51,4 / 53,9	65,0 / 66,4	75,6/ 76,4

Les images obtenues par des Figure de pôle inverse (FPI) indiquant les orientations des grains pour les échantillons obtenus sans et avec champ magnétique statique sont présentés dans la Figure VI.5. On observe aussi une orientation préférentielle selon le plan (1 0 1) lorsque le champ magnétique statique est ajouté. Ces images étant prises dans une section parallèle à la direction de construction, nous pouvons observer une orientation [0 1 0].

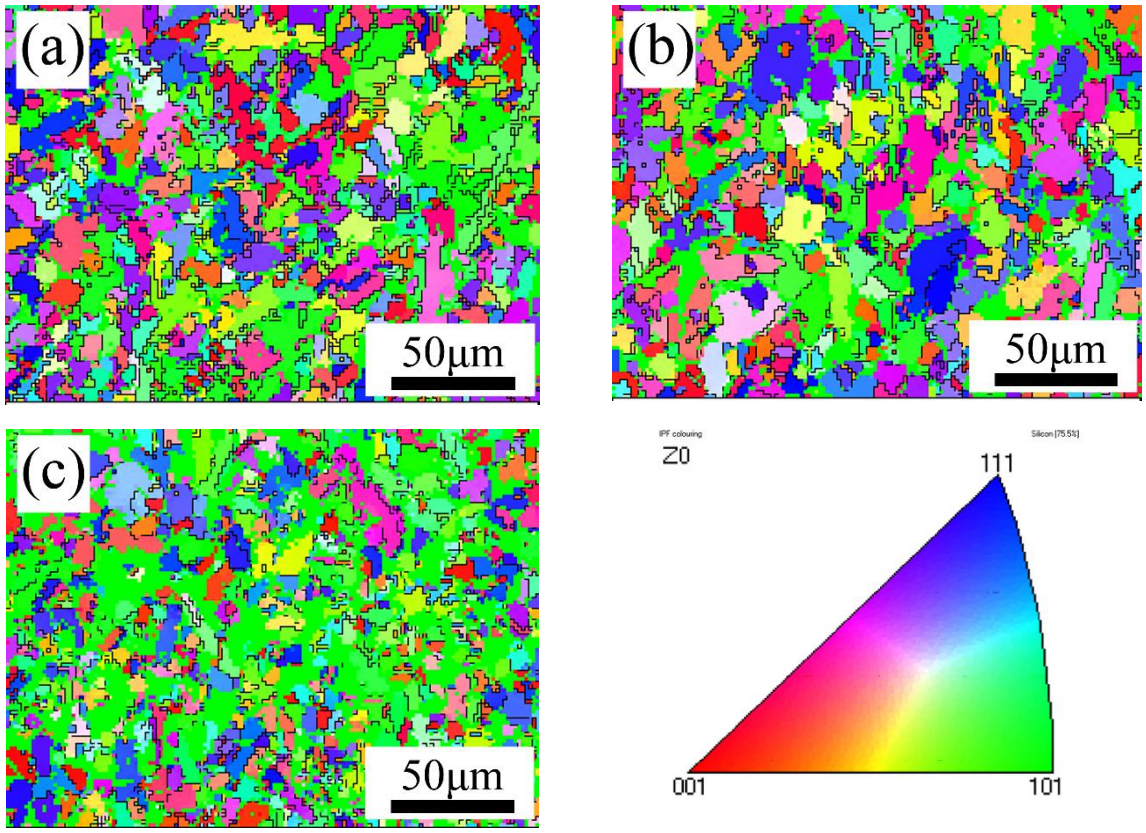

Figure VI.4 Images FPI indiquant les orientation de grains des échantillons obtenus (a) sans champ magnétique statique (la section perpendiculaire à la direction de la construction); (b) avec un champ magnétique statique de 85 mT (région supérieure); (c) avec un champ magnétique statique de 175 mT (région inférieure).

Afin de déterminer l'effet du champ magnétique statique sur les orientations cristallographiques, les figures de pôles de la phase silicium ont été établies en tenant compte de plus de 10 000 grains (Figure VI.5 (a, b et c). Les résultats montrent que la densité des orientations augmente de 6 à 11 quand le champ magnétique statique est ajouté, ce qui indique que le champ magnétique statique induit une orientation préférentielle selon la direction [0 1 0], ce qui correspond à la direction de construction et également à l'orientation du champ magnétique. A partir de la diffraction des rayons X et des résultats EBSD (electron backscatter diffraction), on peut conclure que le plan Si (1 1 1) présente une direction de croissance préférentielle selon le plan [0 1 0] en présence d'un champ magnétique statique. En

outre, les répartitions de tailles de grains présentées sur la Figure VI.5 (d, e et f), montrent que des grains plus gros sont obtenus lorsque le champ magnétique statique est utilisé.

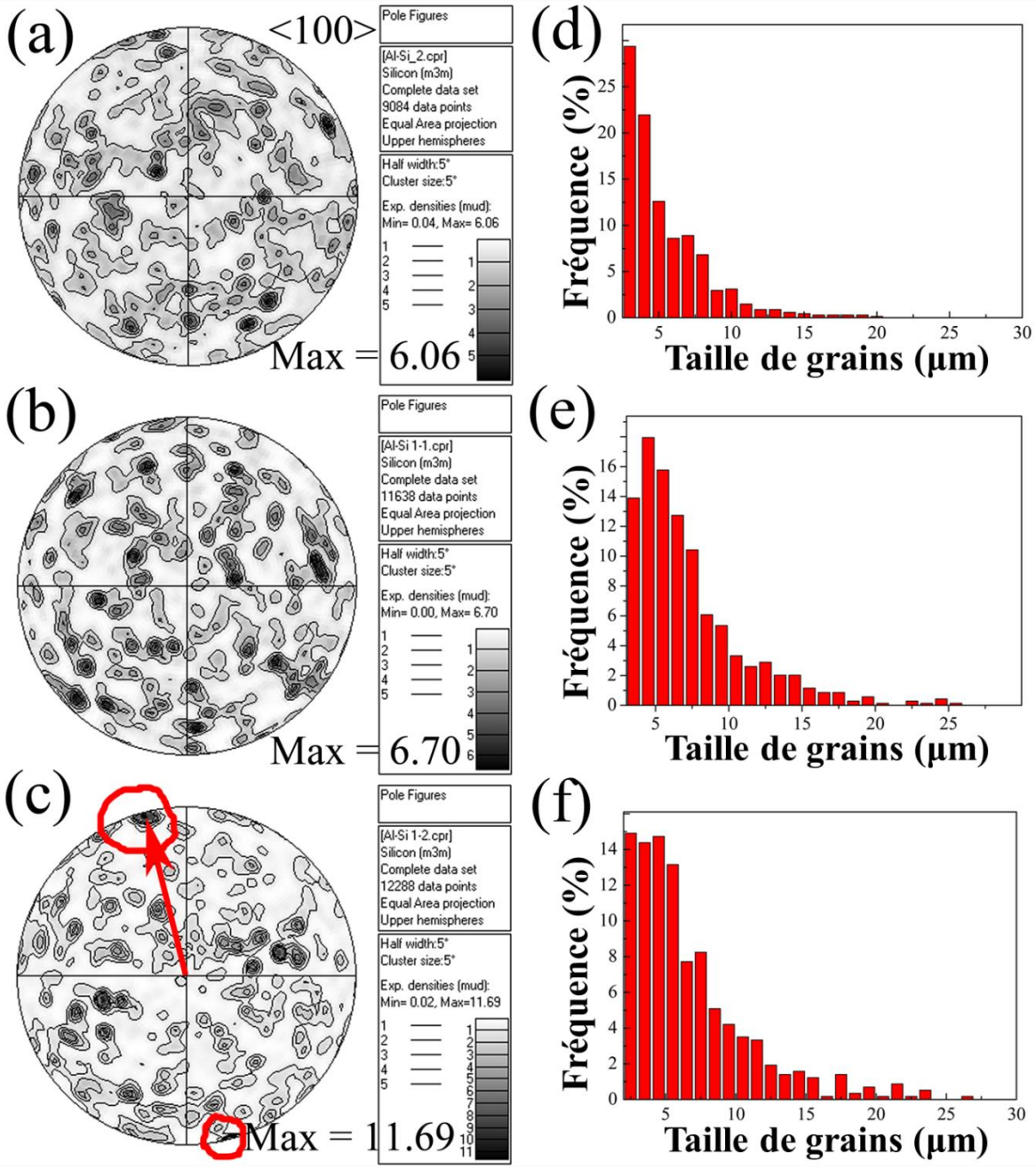

Figure VI.5 (a-c) Figures de pôles dans les échantillons obtenus (a) sans champ magnétique statique ; (b) avec un champ magnétique statique à 85 mT (région supérieure); (c) avec un champ magnétique statique à 175 mT (région inférieure) et les distributions des tailles de grain correspondantes (d) sans champ magnétique statique ; (e) avec un champ magnétique statique à 85 mT; (f) avec un champ magnétique statique à 175 mT.

VI.2.3 Dureté

Les mesures de micro dureté (Tableau VI.2) montrent que la dureté est beaucoup plus grande dans la région soumise à un champ magnétique statique. Ce résultat peut en premier lieu être expliqué par la teneur en silicium supérieure qui agit comme un renfort. Toutefois la différence est considérable et elle sera donc discutée ultérieurement.

Tableau VI-2 : Dureté des échantillons obtenus avec ou sans champ magnétique

échantillons	320 W – 0 mT		320 W – 175 mT	
Régions	Haut	Bas	Haut	Bas
Micro dureté (Hv0.2)	194±51	165±36	387±128	535±169

VI.2.4 Comportement à l'usure

Les coefficients de friction pour les alliages Al - Si fabriqués avec et sans champ magnétique statique sont présentés dans la Figure VI.6. On peut voir que tous les échantillons présentent des évolutions similaires du coefficient de friction avec la distance de frottement. Au début, le coefficient de frottement augmente rapidement de 0,3 à 0,5 pendant les 10 premiers mètres de frottement. Après, les valeurs restent stables pour la durée restante de l'essai. La valeur moyenne des coefficients de friction est de 0,49, 0,47 et 0,52, respectivement sans champ magnétique statique, avec un champ magnétique statique de 85 mT et avec un champ magnétique statique de 175 mT (régions supérieure et inférieure).

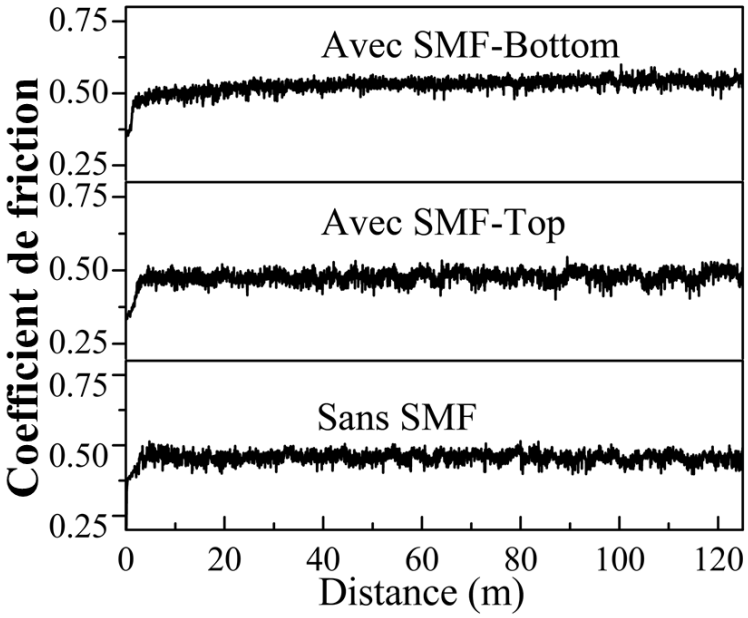

Figure VI.6 Evolution des Coefficients de friction des échantillons obtenus sans ou avec un champ magnétique statique en fonction de la distance de frottement.

Par contre, les taux d'usure des échantillons sont très différents (Figure VI.7). Les échantillons obtenus sans champ magnétique statique montrent le taux d'usure le plus élevé de 8,2 $\times 10^{-4}$ mm^3 N^{-1} m^{-1}. Une valeur inférieure à 7,0 $\times 10^{-4}$ mm^3 N^{-1} m^{-1} est mesurée pour la zone supérieure des échantillons ayant subi un champ magnétique statique d'environ 85 mT et la résistance à l'usure la plus élevée (5,0 x 10^{-4} mm^3 N^{-1} m^{-1}) est mesurée pour l'échantillon fabriqué avec un champ magnétique statique de 175 mT (zone inférieure des échantillons).

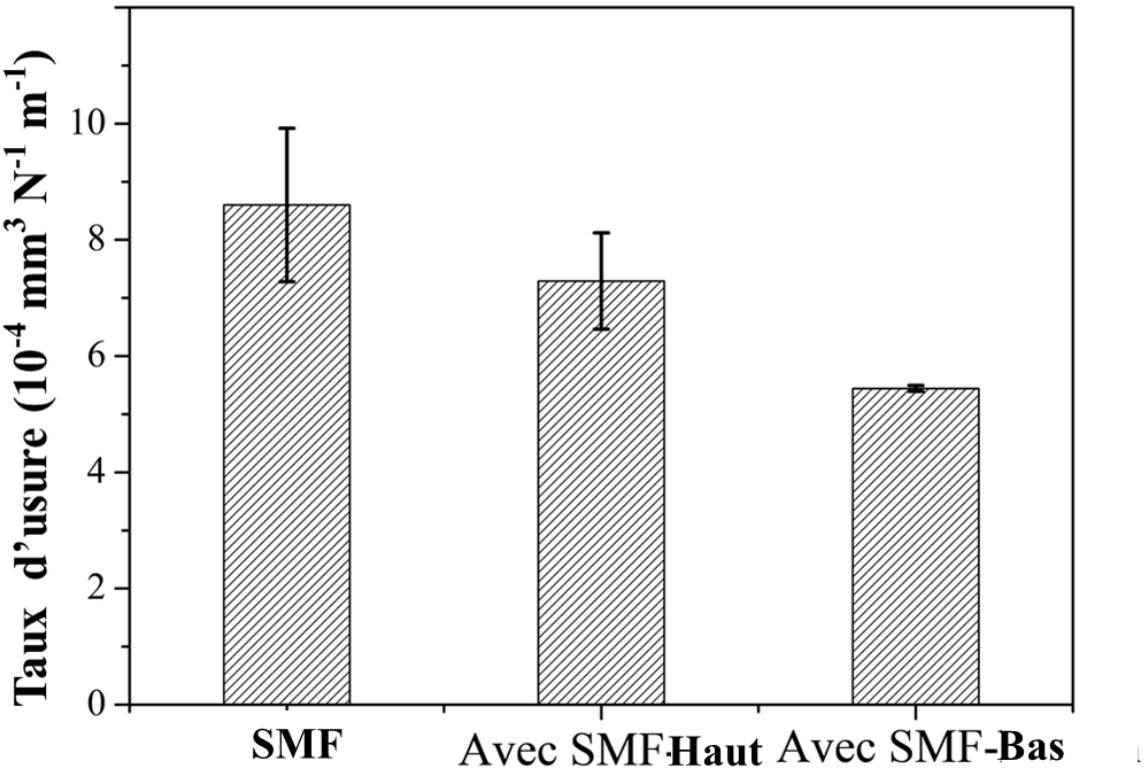

Figure VI.7 Taux d'usure des échantillons obtenus sans ou avec un champ magnétique statique.

La Figure VI.8 présente les surfaces d'usure des échantillons obtenus avec et sans champ magnétique statique. Des rainures peuvent être observées sur la trace d'usure des échantillons obtenus sans champ magnétique statique (Figure VI.8 (a)) le long de la direction de glissement. Les micrographies MEB montrent aussi que des particules de silicium sont présentes sur la surface usée (Figure VI.8 (b)). Pour les échantillons obtenus avec un champ magnétique statique (Figure VI.8 (c)) des fragments sont visibles sur la surface usée. De multiples fissures de délamination correspondant à des dommages localisés apparaissent également dans la trace d'usure (voir Figure VI.8 (d)). L'apparition de lésions locales est probablement liée au comportement fragile du Si primaire qui se fissure et se fragmente pendant le processus de glissement à sec.

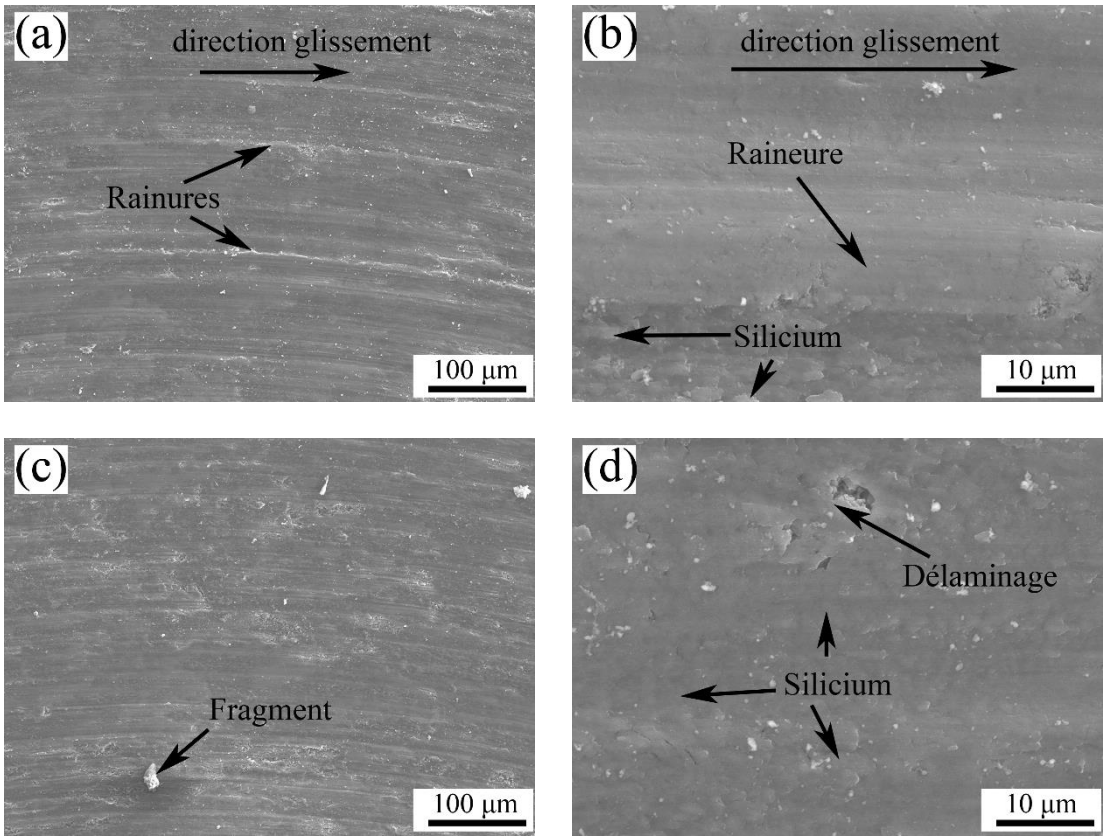

Figure VI.8 Micrographies MEB des surfaces usées des échantillons fabriqués (a, b) sans champ magnétique statique et (c, d) avec champ magnétique statique à 175 mT.

VI.3 Discussion

Nous avons observé que la taille de silicium primaire augmente lorsque les champ magnétique statique est ajouté. Le champ magnétique statique entraine une quantité de mouvement supérieure dans le bain fondu qui conduit à une teneur plus élevée en silicium. La conductivité thermique du silicium (148 $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$) étant beaucoup plus faible que celle de l'aluminium (237 $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$), on peut supposer qu'un échantillon avec une teneur plus élevée en silicium présente une conductivité thermique plus faible et donc un taux de refroidissement inférieur qui conduit à une taille de grain plus grande.

En synthétisant les données des Chapitres III, IV et V, la Figure VI.9 présente l'effet de la teneur en silicium sur la micro-dureté des échantillons des alliages Al-Si fabriqués par micro fusion laser. On observe que la dureté des échantillons passe de 80 à 500 Hv lorsque le teneur

de silicium augmente de 12 à 78%. Par ailleurs, cette augmentation est plus importante lorsque la teneur en silicium est supérieure à 50%. Toutefois, l'incertitude sur les mesures (barre d'erreur sur la Figure VI.9) augmente pour les fortes teneurs en silicium. Ce phénomène s'explique en partie par l'augmentation de la taille des grains de silicium, qui conduit à une probabilité supérieure de réaliser une empreinte sur du silicium pur. L'aluminium et le silicium présentant des duretés très différentes, la précision sur les mesures diminue.

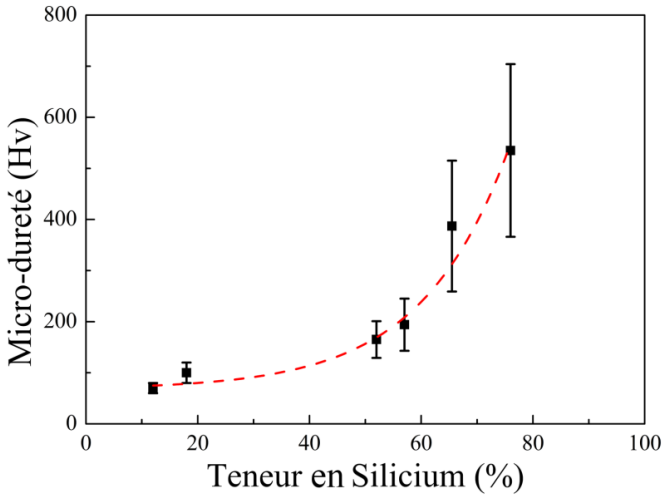

Figure VI.9 Effet de la teneur en silicium sur la micro-dureté des échantillons fabriqués par micro fusion laser.

Comme décrit dans les chapitres précédents, une partie du métal peut être vaporisée pendant le processus de fusion (Verhaeghe et al. [6]). Dans notre cas un appauvrissement en Al se produit (Cf. chapitre V). Par ailleurs, l'écoulement de fluide dans le bain de fusion, attribué au gradient de température entre l'intérieur et l'extérieur de la masse fondue [7], est également à prendre en compte. Un modèle à deux dimensions de l'écoulement du fluide dans le bain de fusion est illustré dans la Figure VI.10. La vitesse de l'écoulement du métal en fusion peut être exprimée comme suit :

$$V = \sqrt{(v_x)^2 + \left(v_y\right)^2 + (v_z)^2} \quad (5)$$

où, v_x v_y et v_z sont les composantes du vecteur vitesse suivant les axes X, Y et Z.

Sans champ magnétique statique les vitesses sont orientées comme présenté dans la Figure VI.10. La vélocité du liquide se repartis dans les trois directions dans le système de coordonnées cartésien (θ est l'angle entre la direction X et la direction d'écoulement du fluide) :

$$v_x = V\cos\theta;\ v_y = V\sin\theta;\ v_z = 0 \qquad (6)$$

Quand un champ magnétique statique est ajouté, la vitesse v_y, qui est parallèle à la direction du champ magnétique statique, n'est pas affectée. Au contraire, dans la direction X (v_x), l'écoulement du fluide coupe les lignes d'induction magnétique et produit un courant électrique. Ainsi, une force supplémentaire est appliquée à l'écoulement induisant une composante v_z verticale de la vitesse de circulation du fluide dans le bain de fusion. L'intensité de la force de Lorentz est directement corrélée à l'intensité champ magnétique statique. Cette force renforce les mouvements (l'écoulement) dans le bain liquide et agit comme un processus d'agitation (Cf. équation (5). Ce mouvement d'agitation induit un taux plus élevé de vaporisation de l'aluminium à cause de l'augmentation de la surface d'échange. Lorsque la valeur du champ magnétique statique augmente, la force de Lorentz, l'agitation et donc le taux de vaporisation augmente. Ainsi, la teneur en silicium dans le bain de fusion augmente.

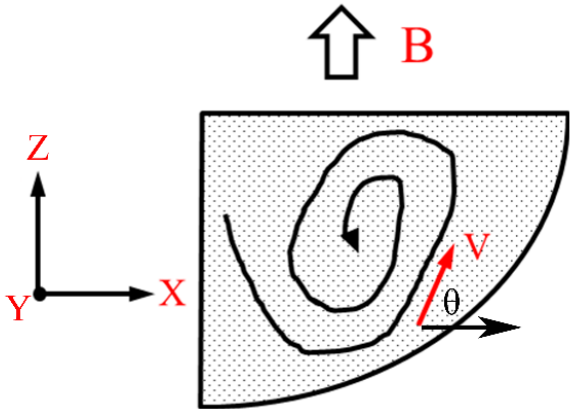

Figure VI.10 Illustration schématique de la circulation du fluide dans le bain fondu.

En ce qui concerne l'orientation cristalline des matériaux non-magnétiques en présence d'un champ magnétique, la force d'aimantation semble être le facteur principal d'entraînement d'après Asai et al. [8]. Cependant leur conclusion est basée sur la condition selon laquelle le matériau doit être suffisamment libre de contraintes extérieures, de manière à être mis en rotation librement par la force magnétique. Par conséquent, compte tenu de la petite taille (environ 100 × 100 μm^2) et du taux de refroidissement élevé du bain de fusion, l'influence possible d'autres paramètres ne doit pas être négligée. En effet, le changement de microstructure qui dérive du changement dans le mécanisme de solidification doit prendre en compte non seulement l'effet du champ magnétique statique mais aussi le mécanisme de précipitation intrinsèque du Si dans le bain de fusion. Un schéma de principe de ce mécanisme est présenté dans la Figure VI.11. Du fait de la convection Marangoni, le champ d'écoulement dans le bain de fusion se fait de la région centrale vers la région frontalière [9]. Ainsi, la phase de silicium primaire est tout d'abord nucléée à la frontière entre la masse fondue et la matière précédemment solidifiée (Figure VI.11 (a)). Li et al. [10] ont aussi observé que la vitesse de précipitation de la phase Si primaire à partir de la matrice d'Al affecte également la morphologie de cette phase. La TEMC qui résulte du champ magnétique statique accélère la précipitation du silicium (Figure VI.11 (b)). Ainsi, les grains de silicium croissent plus rapidement dans la direction du champ magnétique statique (Figure VI.11 (c)). Au contraire, la zone centrale de la masse fondue, qui subit une vitesse de refroidissement inférieure et dispose d'une teneur en silicium inférieure, présente des grains de silicium primaire plus petits et irréguliers. Toutefois, la phase silicium primaire irrégulière localisée au centre du bain fondu est généralement refondue lors de la formation de la couche suivante. Ainsi, une solidification presque entièrement directionnelle est observée dans l'ensemble des échantillons réalisés en présence d'un champ magnétique statique (Figure V.11 (d)).

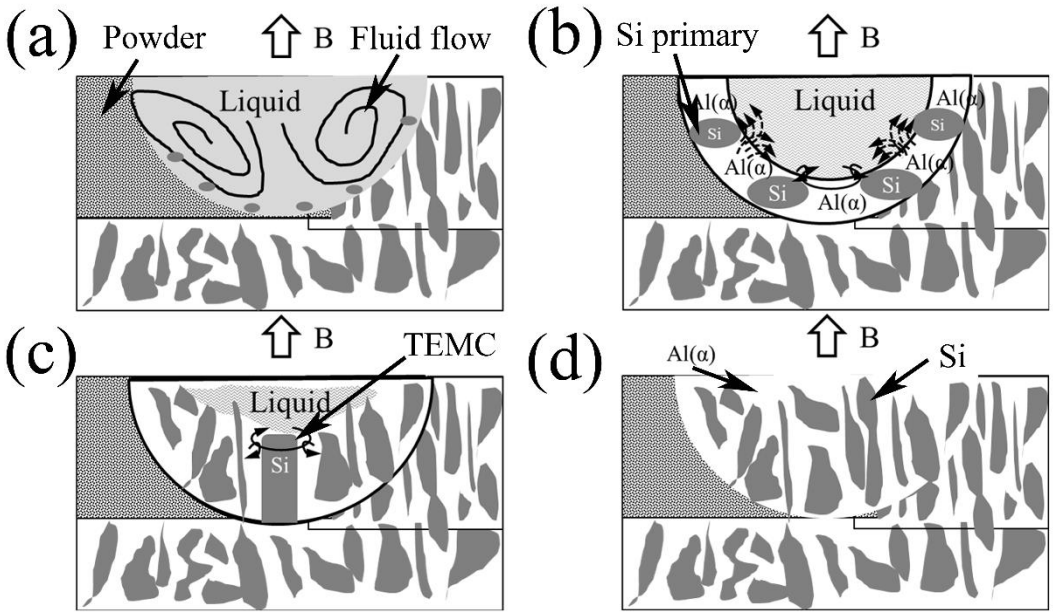

Figure VI.11 Représentation schématique du processus de solidification dans la zone inférieure en présence d'un champ magnétique statique

VI.4 Conclusion

Les résultats obtenus indiquent que la teneur en silicium des alliages produits augmente par rapport à la composition nominale en fonction de l'intensité du champ magnétique statique ; en outre une solidification directionnelle de la phase silicium primaire a été identifiée dans la direction du champ magnétique.

Les effets d'un champ magnétique statique sur la microstructure de l'alliage hyper eutectique Al-50Si peuvent être traduits de la façon suivante :

(1) L'ajout d'un champ magnétique statique dans le traitement SLM d'un alliage Al - Si, conduit à une augmentation de la teneur en silicium, en raison d'une augmentation de la vaporisation d'Al résultant d'une accélération de la circulation du fluide dans le bain de fusion.

(2) Une orientation préférentielle des grains de silicium primaire a été observée avec le plan Si (1 1 1) orienté dans la direction [0 1 0] correspondant à la direction de construction et à la direction du champ magnétique. Cet effet peut être attribué au fait que la force de convection

magnétique thermoélectrique accélère la vitesse de précipitation du silicium primaire dans la direction du champ magnétique.

(3) Lorsque l'intensité du champ magnétique statique augmente la teneur en silicium dans l'alliage augmente, ce qui va dans le sens d'une augmentation de la micro-dureté et de la résistance à l'usure. Les résultats montrent que la micro-dureté et la résistance à l'usure sont considérablement améliorées (60%) par le champ magnétique statique.

(4) En raison du gradient du champ magnétique statique imposé par le dispositif expérimental, les échantillons présentent une évolution de la teneur en silicium selon la hauteur de la pièce. Ainsi, la microstructure et donc les propriétés mécaniques varient le long de la direction de construction. L'utilisation d'un champ magnétique statique permet donc la réalisation de FGCM.

(5) Les résultats obtenus montrent que l'application d'un champ magnétique statique peut permettre de contrôler la microstructure des alliages réalisés par micro fusion laser. Ce travail donne des indications sur un moyen possible de construire des formes complexes avec des matériaux composites fonctionnellement gradués.

Référence de Chapitre VI

[1] A. Gupta et M. Talha, « Recent development in modeling and analysis of functionally graded materials and structures », *Prog. Aerosp. Sci.*, vol. 79, p. 1‑14, nov. 2015.

[2] *Use of Composites in Multi-phased and Functionally Graded Materials: 1st International Conference for Composites Engineering : Selected Papers*. Pergamon, 1995.

[3] M. M. J. Treacy, T. W. Ebbesen, et J. M. Gibson, « Exceptionally high Young's modulus observed for individual carbon nanotubes », *Nature*, vol. 381, n° 6584, p. 678‑680, juin 1996.

[4] B. Kieback, A. Neubrand, et H. Riedel, « Processing techniques for functionally graded materials », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 362, n° 1‑2, p. 81‑106, déc. 2003.

[5] N. Kang, P. Coddet, H. Liao, et C. Coddet, « Macrosegregation mechanism of primary silicon phase in selective laser melting hypereutectic Al – High Si alloy », *J. Alloys Compd.*, vol. 662, p. 259‑262, mars 2016.

[6] F. Verhaeghe, T. Craeghs, J. Heulens, et L. Pandelaers, « A pragmatic model for selective laser melting with evaporation », *Acta Mater.*, vol. 57, n° 20, p. 6006‑6012, déc. 2009.

[7] D. Dai et D. Gu, « Tailoring surface quality through mass and momentum transfer modeling using a volume of fluid method in selective laser melting of TiC/AlSi10Mg powder », *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, vol. 88, p. 95‑107, janv. 2015.

[8] S. Asai, K. Sassa, et M. Tahashi, « Crystal orientation of non-magnetic materials by imposition of a high magnetic field », *Sci. Technol. Adv. Mater.*, vol. 4, n° 5, p. 455‑460, janv. 2003.

[9] D. Dai et D. Gu, « Influence of thermodynamics within molten pool on migration and

distribution state of reinforcement during selective laser melting of AlN/AlSi10Mg composites », *Int. J. Mach. Tools Manuf.*, vol. 100, p. 14‑24, janv. 2016.

[10] X. Li, A. Gagnoud, Y. Fautrelle, Z. Ren, et R. Moreau, « Influence of thermoelectric effects on the morphology of Al–Si eutectic during directional solidification under an axial strong magnetic field », *J. Cryst. Growth*, vol. 367, p. 94‑103, mars 2013.

Chapitre VII. Conclusion générale et Perspectives

Chapitre VII. Conclusion générale et perspectives

Cette étude avait pour objectif la réalisation d'alliages Al - Si et de leur composites par SLM à partir de mélanges de poudres.

En premier lieu, les caractéristiques (densité, nature des phases, microstructure et propriétés mécaniques) d'échantillons Al - Si eutectiques et hyper eutectiques fabriqués par SLM ont été étudiées en fonction des paramètres d'élaboration. L'influence de la puissance du faisceau laser et de la vitesse de balayage sur ces caractéristiques a été mise en évidence.

Pour l'alliage eutectique Al-12Si, l'énergie nécessaire pour fondre le mélange de poudres est comparable à celle nécessaire pour une poudre pré-alliée. Les microstructures obtenues apparaissent homogènes et en outre les contraintes résiduelles maximales au sein des échantillons fabriqués à partir de mélanges de poudres sont plus faibles que pour les échantillons fabriqués à partir d'une poudre pré-alliée.

Pour l'alliage Al-18Si hyper eutectique, un mélange de poudres d'Al-12Si et de Si a été utilisé. Une microstructure ultra fine est obtenue dans les échantillons fabriqués par SLM grâce à la vitesse de refroidissement élevée. Les échantillons présentent des propriétés mécaniques élevées avec par exemple un taux d'usure limité à $7{,}0\times10^{-4}$ mm^3 N^{-1} m^{-1}.

Des alliages à haute teneur en silicium Al-50Si ont également été fabriqués à partir de mélanges de poudres Al et Si. Ces échantillons présentent une microstructure composite, constituée par du Si primaire et une matrice α-Al. Les grains de Si primaire présentent un diamètre inférieur à 5 μm, bien inférieur au diamètre typique de 200 μm obtenu pour des échantillons classiquement fabriqués par moulage. Contrairement à des échantillons fabriqués par fonderie, la résistance au frottement augmente avec l'augmentation de la teneur en

silicium. Une macro ségrégation de silicium apparait toutefois dans les échantillons à forte teneur en Si fabriqués par SLM. Cette macro ségrégation est principalement visible dans la région centrale pour laquelle la vitesse de refroidissement est réduite par rapport aux bords. Les vitesses de chauffe et de refroidissement élevées (environ 10^5-10^8 K) entraînent toutefois des contraintes résiduelles importantes.

Un champ magnétique statique (SMF) a été ajouté au processus SLM afin d'étudier sa contribution possible au contrôle de la microstructure des alliages Al-50Si. Un gradient de microstructure a été observé avec une teneur en silicium qui augmente dans le sens de l'augmentation de l'intensité du champ magnétique. Ce résultat peut être attribué à la vitesse de l'écoulement du fluide au sein du bain de fusion qui augmente lorsque la force de Lorenz augmente. Ces résultats montrent que l'application d'un SMF permet de jouer sur la microstructure des alliages Al - Si fabriqués par micro-fusion laser. Ainsi, ce travail donne des indications sur un moyen possible de construire des formes complexes avec des matériaux composites fonctionnellement gradués. Par exemple, l'utilisation d'un SMF permet de faire varier la teneur en silicium dans les échantillons tout en utilisant une composition de mélange de poudre unique. Dans le cas d'un SMF placé sous le plateau support, la partie basse de la pièce aura une teneur en silicium plus élevée et la partie haute présentera une teneur en silicium plus faible et donc des propriétés thermiques et de résistance à l'usure supérieures.

La méthode de mélange de poudres présente une fenêtre de paramètres procédés assez étroite. Toutefois des traitements thermiques et un champ magnétique statique peuvent être employés pour ajuster la microstructure et les propriétés mécaniques. L'intensité du champ magnétique pourra également être adaptée pour permettre le traitement local des échantillons sur des surfaces ou des zones spécifiques.

Les résultats de cette thèse constituent donc un point de départ pour approfondir la problématique de la réalisation d'alliages Al-Si et de composites par SLM à partir de

mélanges de poudres.

En prospective, il serait intéressant de réaliser des alliages Al - haut Si renforcés par des céramiques ou des nanoparticules et d'étudier l'influence de la teneur et de la nature des phases de renforcement sur la densité, la microstructure et les propriétés mécaniques. La réalisation d'alliages in situ par SLM à partir de mélanges de poudres avec des proportions différentes et la formation de composites avec des proportions différentes de nanoparticules pourraient être étudiées.

Par ailleurs, l'influence d'un champ magnétique statique devrait être analysée plus systématiquement avec différente intensités et directions du champ magnétique statique. Les r ésultats ontenus devraient aussi faire l'objet de comparaison au teneur en silicium.

Liste de publications

Liste de publications

Ce travail de thèse a été valorisé par des publications dans des revues internationales à comité de lecture :

(1) Nan KANG*, Pierre Coddet, Hanlin Liao, Christian Coddet, The effect of heat treatment on microstructure and tensile properties of cold spray Zr base metal glass / Cu composite, **Surface and Coatings Technology**, 2015, Vol. 280, pp 64-71.

(2) Nan KANG*, Pierre Coddet, Hanlin Liao, Christian Coddet, Macro-segregation mechanism of primary silicon phase in selective laser melting hypereutectic Al – High Si alloy, **Journal of Alloys and Compounds**, 2016, Vol. 662, pp 259-262.

(3) Nan KANG*, Pierre Coddet, Hanlin Liao, Chaoyue Chen, Yan Wang, Christian, Coddet Microstructure and wear behavior of in-situ hypereutectic Al-high Si alloys produced by selective laser melting, **Materials and Design**, 2016, Vol. 99, pp 120-126.

(4) Nan KANG*, Pierre Coddet, Hanlin Liao, Baur Tiphaine, Christian Coddet, Wear behavior and microstructure of hypereutectic Al - Si alloys prepared by selective laser melting, **Applied Surface Science**, 2016, ,Vol. 378, pp 142-149.

(5) Nan KANG*, Pierre Coddet, Liu Qi, Hanlin Liao, Christian Coddet, In-situ TiB/ near α Ti matrix composites manufactured by selective laser melting, **Additive Manufacturing**, 2016, Vol. 11, pp 1-6.

(6) Nan KANG*, Pierre Coddet, Hanlin Liao, Christian Coddet, Cold gas dynamic spraying of a novel micro-alloyed copper: microstructure, mechanical properties, **Journal of Alloys and Compounds**, 2016 Vol. 686 pp 399-406.

(7) Yan WANG*, Jiangwei LIU, **Nan KANG**, Geoffrey DARUT, Thierry POIRIER, Jorge STELLA, Hanlin LIAO, Marie-Pierre PLANCHE, Cavitation erosion of plasma-sprayed CoMoCrSi coatings, Tribology International, 102 (2016) 429-435.

(8) Qi LIU*, Hang ZHANG, Kang TANG, Shuili GONG, **Nan KANG**, Hanlin LIAO, YSZ ceramic selective laser melting process and internal defects research, 2016 (Chinese).

(9) Nan KANG*, Pierre CODDET, Lucas Dembinski, Hanlin LIAO, Christian CODDET, Microstructure and strength analysis of eutectic Al - Si alloy in-situ manufactured using selective laser melting from elemental powder mixture**, Journal of alloys and compounds**, 691 (2017) pp. 316-322.

(10) Nan KANG*, Hao YUAN*, Pierre CODDET, Zhongming REN, Charles BERNAGE, Hanlin LIAO, Christian CODDET, On the texture, phase and tensile properties of commercially pure Ti produced via selective laser melting assisted by static magnetic field, **Materials Science and Engineering C** (available on line 7 Septembre, 2016).

(11) Nan KANG*, Pierre Coddet, Hao Yuan, Jiang Wang, Zhongming Ren, Hanlin Liao, Christian Coddet, Static magnetic field assisted selective laser melting: a novel approach to produce functionally graded composite materials, **Composte part B, (under review).**

(12) **Nan KANG***, Christophe VERDY, Pierre CODDET, Yingchun XIE, Yingqing Fu, Hanlin, LIAO, Christian CODDET, Effects of Si reinforcement and laser remelting process on the microstructure and microhardness of cold sprayed Al matrix composites made from powder mixtures, **Surface and Coatings Technology, (under review)**

Présentations orales

Présentations orale

[PO1] **Nan KANG*,** Pierre Coddet, Hanlin Liao, Christian Coddet, The effect of heat treatments on microstructure and tensile properties of cold sprayed Zr base metal glass / Cu composite, **International thermal spray conference**, Mai, 2015, Lang beach, USA.

[PO2] **Nan KANG***, Christophe Verdy, Pierre Coddet, Hanlin Liao, Christian Coddet, Effect of laser remelting on microstructure and mechanical properties of cold sprayed Al - Si alloys made from elemental mixtures (Transfer to journal of Surface and Coating Technology), **7th Rencontres Internationales sur la Projection Thermique** (RIPT), December 9-11, 2015, Limoges, France

[PO3] **Nan KANG***, Pierre Coddet, Hanlin Liao, Christian Coddet, Effect of reinforcement on friction/wear behavior of cold sprayed Al/Si composite deposits (Transfer to journal of Surface and coating technology), **7th Rencontres Internationales sur la Projection Thermique (RIPT)**, December 9-11, 2015, Limoges, France

[PO4] **Nan KANG*,** Pierre Coddet, Hanlin Liao, Christian Coddet, Wear behavior and microstructure of selective laser melting additive manufactured hypereutectic Al - Si alloys. **Aeromat 2016**, mai, 2016, seattle, USA.

[PO5] **Nan KANG*,** Pierre Coddet, Hanlin Liao, Christian Coddet, Microstructure and Residual Stress of a Selective Laser Melting Produced Al-50Si Alloy: Effect of Heat Treatments. (Transfer to journal of Materials & Design), **Materials Science & Technology 2016**, Oct. 2016, Salt Lake City, USA

[PO6] **Nan KANG*,** Yingqing Fu, Pierre Coddet, Hanlin Liao, Christian Coddet, On the Microstructure and Mechanical Properties of Al-Cu-Fe-Cr Quasicrystal and Al-Cu-Fe-Cr/Al Composite Materials Prepared by Selective Laser Melting. (Transfer to journal of Materials & Design), **Materials Science & Technology 2016**, Oct. 2016, Salt Lake City, USA