



**HAL**  
open science

# Évolutions microstructurales et défauts générés par laser cladding lors du dépôt de Ni sur des moules de verrerie en alliage de Cu-Ni-Al et en fonte GL

Fazati Bourahima

► **To cite this version:**

Fazati Bourahima. Évolutions microstructurales et défauts générés par laser cladding lors du dépôt de Ni sur des moules de verrerie en alliage de Cu-Ni-Al et en fonte GL. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Paris Saclay (COMUE), 2019. Français. NNT : 2019SACLS017 . tel-02044203

**HAL Id: tel-02044203**

**<https://theses.hal.science/tel-02044203>**

Submitted on 21 Feb 2019

**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.

# Évolutions microstructurales et défauts générés par laser cladding lors du dépôt de Ni sur des moules de verrerie en alliage de Cu-Ni-Al et en fonte GL

Thèse de doctorat de l'Université Paris-Saclay  
préparée à l'Université de Paris-Sud

École doctorale n°571 Sciences chimiques : Molécules,  
Matériaux, Instrumentation et Biosystèmes (2MIB)  
Spécialité de doctorat : Chimie

Thèse présentée et soutenue à Orsay, le 21 janvier 2019, par

**Fazati Bourahima**

Composition du Jury :

M. Patrice PEYRE DR CNRS, ENSAM (PIMM - UMR 8006)	Président
Mme Marie-Noëlle AVETTAND-FENOEL MCF, Université Lille1 (UMET - UMR 8207)	Rapporteur
M. Pascal PAILLARD Pr, Université Nantes (IMN - UMR 6502)	Rapporteur
M. Vincent JI Pr, Université Paris-Sud (ICMMO - UMR 8182)	Examineur
M. Thierry BAUDIN DR CNRS, Université Paris-Sud (ICMMO - UMR 8182)	Directeur de thèse
Mme Anne-Laure HELBERT MCF, Université Paris-Sud (ICMMO - UMR 8182)	Co-Directeur de thèse
M. Michel REGE Directeur Alliages, CHPOLANSKY, Marcoussis 91	Invité



## Remerciements

Le travail de thèse présenté dans ce mémoire a été réalisé au sein du laboratoire ICMMO (Institut de Chimie Moléculaire et des Matériaux d'Orsay) de l'Université Paris-Sud en collaboration avec la société CHPOLANSKY à Marcoussis. Je tiens à remercier le laboratoire de m'avoir accueillie pour mes travaux de thèse. Je remercie aussi monsieur Jean-Paul MORAUX de m'avoir fait confiance pour mener à bien ce projet en m'intégrant dans l'entreprise.

Je voudrais remercier Marie-Noëlle AVETTAND-FENOEL et Pascal PAILLARD pour avoir rapporté mon travail en y apportant des remarques constructives dans le but de me faire avancer dans mes réflexions et interprétations. Je remercie Patrice PEYRE d'avoir bien voulu présider ce jury de thèse et d'avoir apporté des éléments éclairants à ce mémoire tout au long de nos rencontres.

Je remercie infiniment mes directeurs de thèse Thierry BAUDIN et Anne-Laure HELBERT pour m'avoir permis de faire cette thèse, de m'avoir apporté leur soutien en toute circonstance. Ils ont su m'accompagner et m'apporter leur savoir-faire et leurs connaissances. Un grand merci à Vincent Ji qui n'a pas hésité à m'aider à comprendre les résultats complexes concernant les contraintes résiduelles et dans bien d'autres thèmes. Je remercie Denis SOLAS pour son apport scientifique jusqu'au dernier moment, qui a su me donner des éléments essentiels à la progression de ma thèse.

Je remercie tout particulièrement Michel REGE pour m'avoir accordé sa confiance tout le long de mon travail, d'avoir cru en moi. Son apport scientifique et sa vision d'industrielle ont été essentiels. Grâce à lui, j'ai beaucoup appris sur les intérêts du rechargement dans la verrerie.

Je remercie profondément Thierry NDZANA SATOH, qui devait initialement mener à bien ce projet. Il a toujours su se rendre disponible au début de la thèse et pour m'accompagner et m'expliquer la méthode ANOVA par la suite.

Je remercie également François BRISSET, notre spécialiste en MEB et microanalyses, pour sa grande expérience dans le domaine et pour les belles cartographies réalisées.

Merci à Frédéric OTT avec qui j'ai réalisé des essais très novateurs et qui a su m'expliquer avec patience la radiographie neutronique.

Merci à mes collègues de thèse sans qui ces trois années n'auraient pas été aussi soutenables au quotidien. À mon grand frère Réunionnais, merci pour ton soutien que ce soit professionnel ou personnel. Tu es le pilier de ce labo. Merci à Kéké, Maxime, Marion, Seb, Paul, Antoine, pour ces deux à trois années passées ensemble, à nos soirées en dehors du labo, à nos week-ends bien agréables ... Merci à tous les membres du SP2M avec qui j'ai pu échanger durant mes trois années de thèse.

Je remercie Christian ABOUD, Nelson BARBOSA et Christophe LAFARGE pour tous les essais de rechargement réalisés ensemble, les observations et les discussions que nous avons pu avoir dans le but de répondre aux différentes problématiques soulevées par ce sujet de



thèse. Merci aussi à tous mes collègues de la société CHPOLANSKY avec qui j'ai pu échanger, discuter, rigoler. Grâce à vous tous, je me sens intégrée dans cette société qui est comme une famille pour moi.

Je voudrais maintenant remercier Miguel et Janik, sans qui je n'aurais jamais osé me lancer dans l'aventure que représente une thèse. Ils m'ont prise sous leurs ailes, m'ont soutenue durant mes études, sans vaciller, sans perdre espoir. Et pour cela, je vous serai toujours reconnaissante.

Merci à ma famille, à ma mère, d'avoir accepté de me voir m'éloigner, dans le but de poursuivre mes rêves.

Merci à ma nouvelle famille (FRIMAS/DACRUZ), de m'avoir ouvert votre porte avec une générosité sans pareille et de m'avoir apporté votre soutien avec humour et intelligence.

Merci à mes amies, Marine, Charlotte, Natacha et Alice, qui m'ont accompagnée, chacune à sa manière.

Je voudrais finir ce chapitre en te remerciant Maxime, toi qui étais en première ligne durant ces trois années. Toi qui m'as supporté, soutenu, tous les jours, non sans difficultés. Je ne sais pas comment j'aurais fait sans toi pour m'épauler quotidiennement.

## Table des matières

<b>Glossaire</b> .....	9
<b>Introduction générale</b> .....	13
<b>Chapitre 1 : Étude bibliographique</b>	
I. Le laser cladding, une technique de fabrication additive d’alliages métalliques .....	17
I.1. Les objectifs de la fabrication additive.....	17
I.2. Les différentes techniques de fabrication additive.....	17
I.3. Le procédé <i>Laser Metal Deposition</i> (LMD), utilisé pour le laser cladding.....	19
I.4. La solidification d’alliages métalliques par laser .....	19
II. Le laser cladding, appliqué au domaine verrier .....	24
II.1. Les enjeux du traitement de surface de moules de verrerie .....	24
II.2. Les différentes techniques de rechargement utilisées dans le domaine verrier.....	24
II.2.1. Le chalumeau .....	24
II.2.2. Le Plasma à Arc Transféré (PTA).....	25
II.2.3. Le laser cladding .....	26
II.3. Choix des matériaux de rechargement des moules de verrerie .....	26
II.3.1. Choix du matériau pour les moules .....	26
II.3.2. Choix du matériau pour les poudres déposées.....	31
III. Influence du laser cladding sur la microstructure des matériaux.....	33
III.1. Interaction laser/matière et atténuation de puissance, fusion et solidification du dépôt .....	33
III.1.1. Interaction laser/matière et atténuation de la puissance incidente lors du rechargement .....	33
III.1.2. Energie de fusion du dépôt .....	36
III.1.3. Solidification du dépôt dépendant de la vitesse .....	37
III.2. Effet du laser cladding sur la dilution, la microstructure du substrat ainsi que sur le comportement mécanique des matériaux .....	37
III.2.1. Absorptivité des moules.....	37
III.2.2. La dilution .....	38
III.2.3. La zone affectée thermiquement (ZAT) .....	41
III.2.4. Dureté des matériaux.....	42
III.2.5. Les contraintes résiduelles .....	43

III.3. Optimisation des paramètres de rechargement grâce à un calcul statistique par la variance (ANOVA).....	43
III.3.1. Méthode ANOVA : définition du concept .....	43
III.3.2. Utilité d'un calcul statistique pour la prédiction et l'optimisation de la géométrie du dépôt .....	44
III.3.3. Effet des paramètres de rechargement sur la géométrie du dépôt .....	45
IV. Conclusion : bilan et objectifs de la thèse.....	48

## **Chapitre 2 : Matériaux, techniques expérimentales et plans d'expériences**

I. Les matériaux .....	51
II. Caractérisation du rechargement .....	52
II.1. Protocole expérimental du rechargement laser .....	52
II.2. Laser cladding sur géométrie complexe.....	54
II.3. Préparation des échantillons.....	54
II.4. Essai de radiographie neutronique .....	56
II.5. Caractérisation de la microstructure au Microscope Optique (MO) .....	60
II.6. Les diverses analyses au Microscope Electronique à Balayage (MEB) .....	60
II.7. Caractérisation des contraintes résiduelles .....	62
II.8. Mesures de micro-dureté Vickers .....	64
II.9. Détermination de la géométrie du dépôt par ImageJ.....	64
II.10. Méthode de caractérisation de l'accroche .....	65
III. Plans d'expériences.....	66
III.1. Plan de Taguchi .....	66
III.2. Plan d'expériences de Taguchi appliqué au couple nickel/Cu-Ni-Al pour caractériser l'accroche .....	67
III.3. Construction du modèle ANOVA : cas du couple Ni/Cu-Ni-Al .....	70
III.4. Construction du modèle ANOVA : cas du couple Ni/fonte GL.....	73

## **Chapitre 3 : Rechargement de poudre à base de Ni sur un substrat de Cu-Ni-Al**

I. Caractérisations macro et microstructurale .....	77
I.1. Description macroscopique du cordon .....	77
I.2. Microstructure du dépôt et du substrat .....	79
I.2.1. Identification des défauts : porosité et défaut d'accroche.....	79
I.2.2. Analyse microstructurale .....	79

I.2.3.	Porosité et solidification.....	83
I.2.4.	Accroche et dilution .....	84
I.3.	Discussion sur l'origine du défaut d'accroche.....	90
II.	Caractérisation mécanique .....	94
II.1.	Étude des contraintes résiduelles .....	95
II.2.	Évolution de la dureté .....	96
II.2.1.	Évolution de la dureté de part et d'autre de l'interface .....	96
II.2.2.	Évolution de la dureté dans la section .....	97
II.2.3.	Évolution de la dureté en fonction des conditions de rechargement .....	98
II.3.	Discussion sur l'origine de la dispersion de dureté dans la ZD .....	99
III.	Prédiction par ANOVA de l'accroche et de la géométrie du cordon final .....	103
III.1.	Influence des paramètres de rechargement sur l'accroche .....	103
III.2.	Influence des paramètres de rechargement sur la géométrie du cordon.....	107
III.2.1.	La largeur.....	108
III.2.2.	La hauteur .....	111
III.3.	Optimisation des paramètres de rechargement.....	114
III.4.	Bilan des résultats obtenus .....	116
IV.	Interaction laser/matière et atténuation de la puissance .....	116
IV.1.	Influence de l'interaction laser/matière sur l'accroche.....	116
IV.2.	Estimation de $P_{sub}$ nécessaire à l'accroche .....	119
V.	Résumé du chapitre .....	121

#### **Chapitre 4 : Rechargement de poudre à base de Ni sur un substrat en Fonte GL**

I.	Caractérisations macro et microstructurale .....	125
I.1.	Description macroscopique du cordon .....	126
I.2.	Microstructure du dépôt et du substrat .....	127
I.2.1.	Microstructure du substrat en fonte GL au dépôt de Ni.....	128
I.2.2.	Adhésion dépôt/substrat et caractérisation de la ZD .....	130
I.2.3.	Identification de la ZAT et influence de la ZD .....	132
I.3.	Influence des paramètres de rechargement sur la solidification du dépôt et sur l'évolution de la microstructure du substrat (ZAT) .....	134
I.4.	Discussion sur les évolutions microstructurales en fonction des paramètres process	137
I.4.1.	Caractérisation quantitative des microstructures .....	137
I.4.2.	Évolution de la ZAT dans la section .....	140

II. Caractérisation mécanique .....	142
II.1. Évolution de la dureté en fonction de la microstructure.....	142
II.2. Étude des contraintes résiduelles .....	143
II.3. Relation entre la microstructure et la fissuration .....	146
III. Prédiction par ANOVA de la géométrie du cordon final .....	149
III.1. Influence des paramètres de rechargement sur la géométrie du cordon.....	149
III.1.1. La largeur.....	149
III.1.2. La hauteur .....	152
III.2. Optimisation des paramètres de rechargement.....	154
IV. Résumé du chapitre .....	155
<b>Conclusion générale et perspectives .....</b>	<b>159</b>
<b>Bibliographie .....</b>	<b>165</b>
<b>Annexes.....</b>	<b>173</b>

## Glossaire

ANOVA : *ANalysis Of VAriance* (analyse de la Variance)

CCD : *Central Composite Design*

d : Distance interdendritique

L : Profondeur de la ZAT

LMD : *Laser Metal Deposition*

D : Débit de poudre (g/min)

D<sub>s</sub> : Diamètre du spot (mm)

P : Puissance (W)

PTA : *Plasma Transferred Arc*

V : Vitesse d'avance laser (mm/s)

X : Distance de diffusion de carbone

ZAT : Zone Affectée thermiquement

ZD : Zone de Dilution



INTRODUCTION GENERALE





## Introduction générale

Le processus de fabrication d'une bouteille en verre consiste à injecter du verre visqueux (700-1200°C) à l'intérieur de moules en Cu-Ni-Al ou en fonte à graphite lamellaire (GL) sachant qu'ils servent aussi d'échangeurs thermiques pendant le cycle de fabrication (Rege et Van Linden, 2016). La problématique verrière apparaît au cours du moulage : une abrasion et une corrosion se produisent sur certaines parties du moule. De plus, une fatigue thermique due aux contraintes du cycle de moulage peut se produire. Les zones les plus sensibles se trouvent être les arêtes du goulot et du corps de bouteille. Les moules doivent donc, pour éviter ces défauts, subir, avant la mise en service, un rechargement local à l'aide d'un matériau à forte tenue à l'usure et à la corrosion. Pour ce faire, des dépôts de nickel (par exemple) doivent être réalisés et notamment au niveau du col du moule qui constitue une zone curviligne, non étudiée dans la bibliographie. Les techniques les plus utilisées aujourd'hui sont le PTA (*Plasma Transferred Arc*) ainsi que la projection par chalumeau (Rege et Van Linden, 2016). Cependant, ces techniques entraînent la formation d'un très grand bain de fusion (de l'ordre du mm) qui ne sera pas identique d'un rechargement à l'autre. De plus, elles ne permettent pas de maîtriser l'impact thermique sur le moule (forte zone affectée thermiquement) ni de contrôler finement la géométrie du dépôt final.

En conséquence, les Etablissements CHPOLANSKY (en collaboration étroite avec l'Institut de Chimie Moléculaire et des Matériaux d'Orsay) se sont intéressés à la technique du laser cladding pour des applications verrières. Il s'agit d'une méthode de fabrication additive convoitée dans plusieurs secteurs industriels (Wohlers and Caffrey, 2017) : l'aéronautique, le spatial, l'automobile, le médical ... Ce procédé permet la fabrication de pièces en 3D mais aussi la réparation de pièces endommagées. Il permet de déposer avec précision une couche très fine de métal sans affecter fortement les propriétés mécaniques du substrat. Cette technique a également un intérêt économique de par sa rapidité d'exécution (3 fois plus rapide que le PTA) et de son gain en consommation de poudre (150 g par moule avec le procédé laser cladding au lieu de 400 g avec le procédé PTA).

Dans ce travail de thèse, l'idée générale est de s'assurer qu'après un rechargement par laser, le moule puisse assurer sa fonction principale : la fabrication d'une bouteille avec un état de surface sans défaut et une épaisseur finale homogène. Cependant, l'utilisation de cette méthode de rechargement est très peu, voire inconnue dans le monde verrier. Par conséquent, son impact sur le comportement des matériaux est mal connu. Pour cela, il est primordial d'identifier les défauts engendrés par laser cladding car ils peuvent se répercuter sur l'aspect final de la bouteille. C'est dans cette optique que l'influence des paramètres de rechargement sur la microstructure du dépôt et du moule est étudiée. Durant les deux premières années de thèse, nous nous sommes intéressés au rechargement d'un substrat de Cu-Ni-Al à l'aide d'une poudre à base de nickel. Le moule se composant d'un matériau à base de cuivre, avec une faible absorptivité des rayonnements laser, l'adhésion dépôt/substrat a été analysée avec intérêt. Puis, durant la troisième année, l'accent a été porté sur l'étude du dépôt de poudre fondu à base de nickel sur un substrat en fonte GL, un matériau ayant une

meilleure absorptivité des rayons laser (grâce à la présence de fer), mais étant susceptible de fissurer. Ce travail s'est articulé autour de 4 chapitres.

Le chapitre 1, bibliographique, fera l'état des lieux des différentes techniques de fabrication additive notamment celles utilisées pour le rechargement. Par ailleurs, le choix des matériaux utilisés sera justifié vis-à-vis des travaux antérieurs en laser cladding. Enfin, une grande partie de ce chapitre sera consacrée à l'interaction laser/matière et ses conséquences sur les microstructures à la fois du moule, du dépôt et de l'interface dépôt/substrat. Ces dernières seront reliées aux perturbations énergétiques rencontrées par le faisceau laser.

Le chapitre 2 présentera les techniques expérimentales comme le protocole de rechargement et les caractérisations microstructurales et mécaniques des matériaux. De plus, une approche statistique permettant de déterminer l'influence des paramètres de rechargement sur l'adhésion dépôt/substrat et sur la géométrie du cordon sera présentée.

Le chapitre 3 sera consacré à l'étude du rechargement par laser de poudre à base de nickel sur un substrat de Cu-Ni-Al. Le but de ce chapitre est d'analyser l'impact des paramètres de rechargement et de l'interaction laser/matière sur la géométrie du dépôt et sur l'adhésion dépôt/substrat.

Finalement, le chapitre 4 s'intéressera au rechargement d'un substrat en fonte GL et montrera l'influence des paramètres process sur les microstructures obtenues. Il décrira les différentes structures de solidification du dépôt, le développement d'une zone affectée thermiquement (ZAT) plus marquée que dans le substrat à base de cuivre et discutera de l'apparition d'une fissuration dans certaines conditions d'élaboration.

CHAPITRE 1 : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE



## Chapitre 1 : Étude bibliographique

### I. Le laser cladding, une technique de fabrication additive d'alliages métalliques

#### I.1. Les objectifs de la fabrication additive

La fabrication additive d'alliages métalliques est un procédé de fabrication de pièces solides par ajout de matière fondue (poudre dans le cas traité ici) (Toyserkani et al., 2006). Ce dépôt se fait couche par couche jusqu'à obtenir une pièce entièrement construite en 3D. Il existe deux grands types de dépôts selon la norme ASTM Standard F2792 (ASTM International, 2013) : soit une fusion directe de la poudre lors de sa projection, soit une fusion d'un lit de poudre pré-déposé sur un support.

Ce procédé est très innovant car il permet de répondre aux limites des méthodes de fabrication traditionnelles (forgeage, fonderie, ...) en réalisant des pièces entières de géométries complexes. C'est pour cela que plusieurs secteurs industriels s'y intéressent (Figure 1.1).

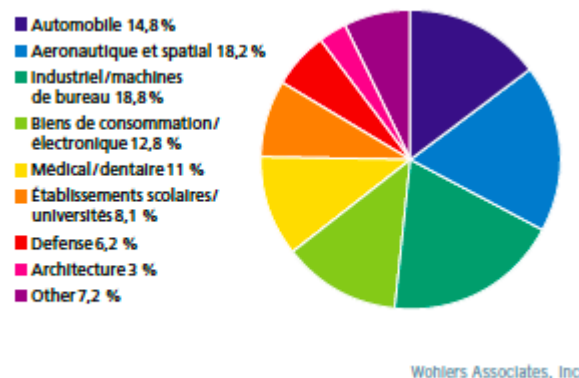


Figure 1.1 : Principaux domaines d'application de la fabrication additive 2017 (Wohlers and Caffrey, 2017)

Ce procédé inonde le marché des industries de production de machines spéciales (18,8%), l'aéronautique et le spatiale (18,2%) ainsi que l'automobile (14,8%).

#### I.2. Les différentes techniques de fabrication additive

Il existe aujourd'hui plusieurs techniques de fabrication additive qui se distinguent par la source (laser, plasma, faisceau d'électrons ...), la nature du matériau à fondre (métaux, polymères, céramiques ...) et la forme de la pièce à élaborer (Figure 1.2).

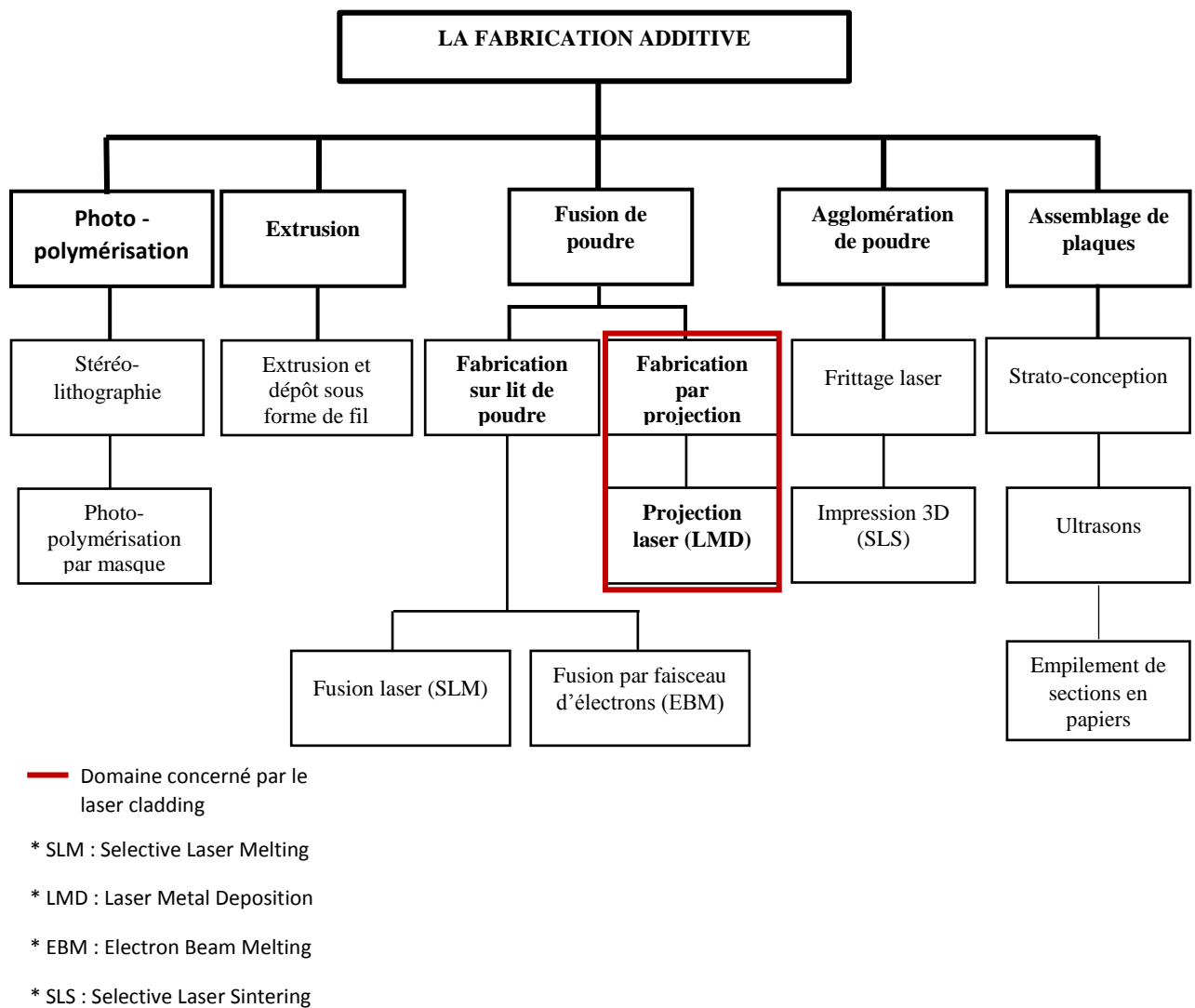


Figure 1.2 : Les différents types de procédés de fabrication additive

Le procédé de rechargement qui fera l'objet de cette thèse s'inscrit dans la famille de la fusion de poudre. Dans cette famille, plusieurs types sont utilisés : le SLM, l'EBM ainsi que le LMD (*Laser Metal Deposition*) encore appelé le DMD (*Direct Metal Deposition*). Pour les deux premières techniques, un lit de poudre est déposé sur un support et un faisceau laser ou d'électrons fusionne cette poudre. Concernant la technique de rechargement par LMD (ou DMD), la fusion de la poudre se fait en même temps que sa projection.

### 1.3. Le procédé *Laser Metal Deposition* (LMD), utilisé pour le laser cladding

Ce procédé de rechargement laser avec projection de poudre a été développé par Jyoti Mazumder à l'université de l'Illinois d'Urbana-Champaign dans les années 90 (Steen and Mazumder, 2010). Le principe est décrit sur la figure 1.3.

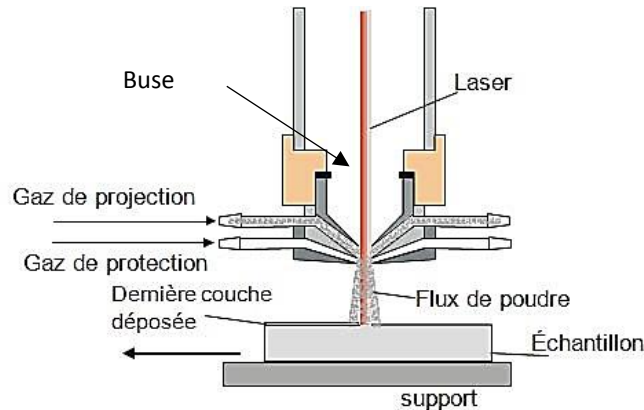


Figure 1.3 : Principe du rechargement laser par LMD

Le dépôt se fait par une projection de poudre dans un faisceau laser divergent. La poudre, transportée par un gaz neutre (hélium, argon ou azote) fond en vol suite à l'interaction avec le laser et se dépose sur la pièce à traiter. Cette interaction se fait grâce à une buse coaxiale ou latérale ou à jets multiples.

Les principaux paramètres ayant une influence directe sur la qualité du rechargement sont la puissance du laser ( $W$ ), la vitesse de déplacement de la buse ( $mm/s$ ), le débit de poudre projetée dans la buse ( $g/min$ ) et le diamètre du spot laser ( $mm$ ). Ces paramètres ont une influence notable sur la qualité métallurgique (accroche dépôt/substrat, porosité, fissuration ...). D'autres jouent un rôle plus minime comme la pression du gaz de transport de poudre et sa composition.

### 1.4. La solidification d'alliages métalliques par laser

Le rechargement laser est un processus de fusion-solidification rapide (Peyre et Vignal, 2012). Il s'agit d'un phénomène complexe impliquant plusieurs modes de germination selon la vitesse de refroidissement qui varie entre  $10^3$  et  $10^9 K.s^{-1}$  (Peyre et Vignal, 2012). Il existe plusieurs structures de solidification (Philibert et al., 1998a). La figure 1.4 présente les deux structures les plus couramment rencontrées après rechargement par laser.



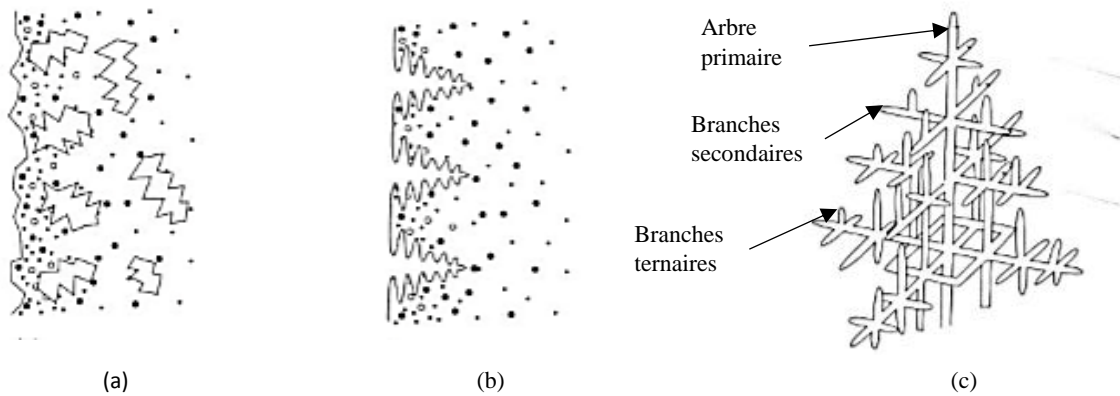


Figure 1.4 : Différentes structures de solidification (a) équiaxe dendritique, (b) colonnaire dendritique, (c) structure d'une dendrite (Philibert et al., 1998a)

Une structure équiaxe dendritique (Figure 1.4a) est observée lorsqu'on est en présence d'un faible gradient thermique à l'interface solide/liquide ou une vitesse de solidification très élevée. Au contraire, une structure colonnaire dendritique se forme lorsque le gradient thermique est plus élevé (Figure 1.4b). La figure 1.4c décrit quant à elle, une dendrite composée d'un squelette comprenant un tronc et des branches primaires, secondaires et ternaires. Il existe bien sûr plusieurs autres types de morphologies de solidification qui diffèrent en fonction du ratio gradient de température/vitesse de solidification ( $G/R$ ) comme décrit sur la figure 1.5.

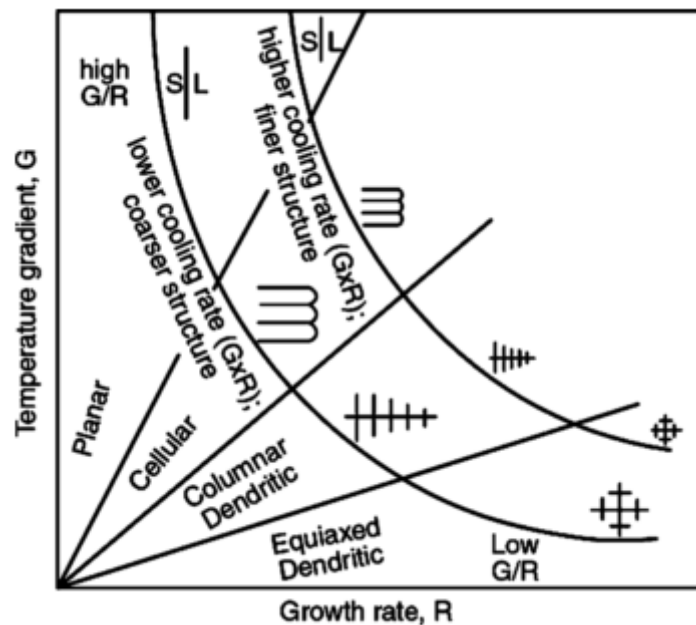


Figure 1.5 : Effet du gradient thermique  $G$  et de la vitesse de solidification  $R$  sur la morphologie finale du dépôt (Hemmati et al., 2011)

Les processus de solidification par laser cladding s'approchent de ceux trouvés lors de la solidification de lingots (Philibert et al., 1998a) (Hemmati et al., 2011) (Figure 1.6).

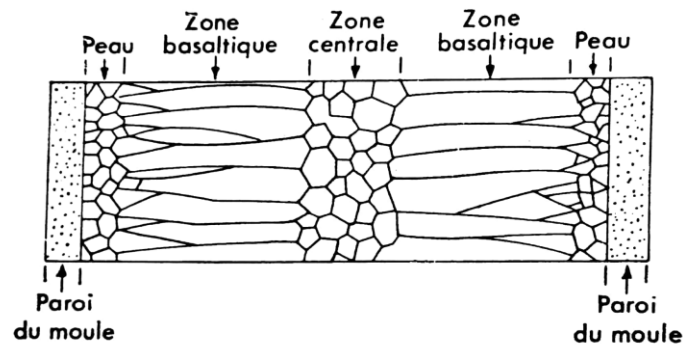


Figure 1.6 : Coupe schématique d'un lingot présentant les trois types de microstructure d'une solidification rapide (Philibert et al., 1998a)

Au contact de la paroi froide, une zone dite de « peau » est observable. Il s'agit d'une zone où la solidification est rapide et donc des cristaux équiaxes d'orientations quelconques sont présents. La zone « basaltique » correspond à une structure colonnaire qui est le résultat d'un gradient thermique perpendiculaire à la paroi de la lingotière. Les cristaux (germes) dont la direction de croissance est privilégiée forment donc les dendrites colonnaires parallèles au gradient thermique. La « zone centrale » est un cas particulier où, après la croissance des grains colonnaires, le flux de chaleur est beaucoup moins important (faible gradient thermique). Cela favorise une situation d'instabilité où la température du liquide est inférieure à celle du liquidus (phénomène de surfusion), ce qui entraîne l'apparition de cristaux équiaxes dendritiques.

Pour qu'une solidification se produise, un processus de germination doit avoir lieu (Philibert et al., 1998a). Cette germination se manifeste soit lors de la surfusion par l'apparition de petits germes (considérés sphériques par souci de simplification) de rayon  $R$ , soit au contact d'une paroi froide où une calotte de rayon  $R$  se forme, soit par addition d'inoculant (agent de germination hétérogène). Ensuite, la croissance du germe n'est possible que si elle s'accompagne d'une diminution de l'enthalpie libre de transformation de phases,  $\Delta G$  (<http://nte.mines-albi.fr/SciMat/co/SM5uc2-1.html>). La figure 1.7 présente l'évolution de cette enthalpie en fonction du rayon des germes, avec  $R^*$  le rayon critique de croissance.

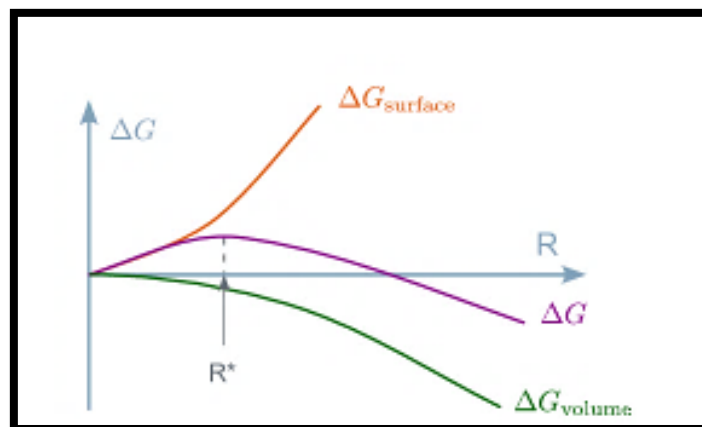


Figure 1.7 : Évolution de l'enthalpie libre en fonction du rayon du germe (<http://nte.mines-albi.fr/SciMat/co/SM5uc2-1.html>)

L'enthalpie libre de transformation de phases s'exprime de la façon suivante :

$$\Delta G = \Delta G_{volume} + \Delta G_{surface} \quad (1.1)$$

$$\Delta G = \frac{4}{3}\pi R^3 \Delta G_v + 4\pi R^2 \gamma_{LS} \quad (1.2)$$

avec  $\Delta G_v$ , l'énergie de formation de la nouvelle phase (négative car elle requiert une libération de la chaleur latente extraite du système) et  $\gamma_{LS}[\frac{J}{m^2}]$ , l'énergie superficielle de l'interface.  $\Delta G_v$  est égal à  $-L_f \rho$  avec  $L_f[\frac{J}{K.Kg}]$ , la chaleur latente de changement de phases et  $\rho[\frac{Kg}{m^3}]$ , la masse volumique du matériau. Comme il a été dit précédemment, pour que la croissance ait lieu, l'enthalpie libre de transformation de phases doit répondre à la condition suivante :  $\Delta G < 0$ . Ce qui donne, après dérivation de l'Eq 1.2, la relation suivante :  $R > R^*$ , avec  $R^* = \frac{2\gamma_{LS}}{L_f \rho}$ . Cela constitue la condition *sin qua non* pour qu'il y ait germination et croissance de petits cristaux d'orientations aléatoires.

Ensuite, la croissance colonnaire peut avoir lieu (Philibert et al., 1998a). Seuls les cristaux dont la croissance est favorisée (axes  $\langle 001 \rangle$  des dendrites parallèles au gradient thermique pour des structures cubiques) vont pouvoir croître rapidement et ainsi prendre une place prépondérante dans la microstructure. La vitesse de solidification  $V$  est l'élément principal jouant sur la taille des branches des dendrites et ainsi conditionne leur croissance. Elle est dépendante des gradients locaux de part et d'autre de l'interface solide/liquide ( $G_S$  et  $G_L$ ), de la conductivité des phases solide et liquide ( $K_S$  et  $K_L$ ), de la chaleur latente de solidification  $L_f$  ainsi que de la masse volumique  $\rho$ . Le bilan de la chaleur à l'interface solide/liquide est le suivant :

$$K_S G_S = V L_f \rho + K_L G_L \quad (1.3)$$

La croissance dendritique crée une zone diphasée composée de dendrites solides dans une matrice liquide. Elle est limitée par deux isothermes : le solidus et le liquidus. L'épaisseur des dendrites dépend non seulement de la température de la phase liquide (plus le gradient de température est faible, plus la phase liquide est grande et moins le squelette dendritique sera observable), mais aussi de la composition du matériau à solidifier. Expérimentalement, il a aussi été démontré que l'espacement entre dendrites secondaires permet de connaître la vitesse de solidification locale  $V$  (vitesse du front). En effet, en connaissant l'espace entre deux dendrites secondaires  $\delta$ , il est possible de calculer la vitesse de solidification locale (Eq. 1.5).

$$V = \frac{\delta}{\tau} \quad \text{avec} \quad \tau = \frac{T_L - T_S}{R} \quad (1.5)$$

$\tau$  représente le temps de déplacement entre deux branches secondaires d'une dendrite,  $T_L$  et  $T_S$  sont les températures respectives du solidus et du liquidus et  $R$  est la vitesse de refroidissement locale. Ainsi, l'espacement entre deux branches de dendrites secondaires est inversement proportionnel à la vitesse de refroidissement (Eq. 1.6)

$$\delta = \frac{V(T_L - T_S)}{R} \quad (1.6)$$

En fin de solidification, la croissance des dendrites colonnaires est telle que le flux de chaleur par conduction est diminué et le gradient thermique dans la phase liquide est très

faible avec une température en son sein inférieure à celle du liquidus. De plus, les mouvements de convection sont tels que le squelette dendritique se trouve déstructuré. D'où l'apparition de la structure équiaxe dendritique.

Pour faire le parallèle entre la solidification de lingot et celle obtenue par laser cladding, on s'intéresse aux travaux de Peyre et Vignal (Peyre et Vignal, 2012) qui décrivent de manière générale les phénomènes physiques impliqués durant le procédé de rechargement.

Lors d'un rechargement par laser, il est intéressant d'observer l'évolution du gradient thermique ( $G$  en  $K/m$ ) et la vitesse de solidification ( $V_s$  en  $m/s$ ) entre la zone de dilution (zone de fusion entre le dépôt et le substrat) et la surface extrême du dépôt (Figure 1.8) (Peyre et Vignal, 2012).

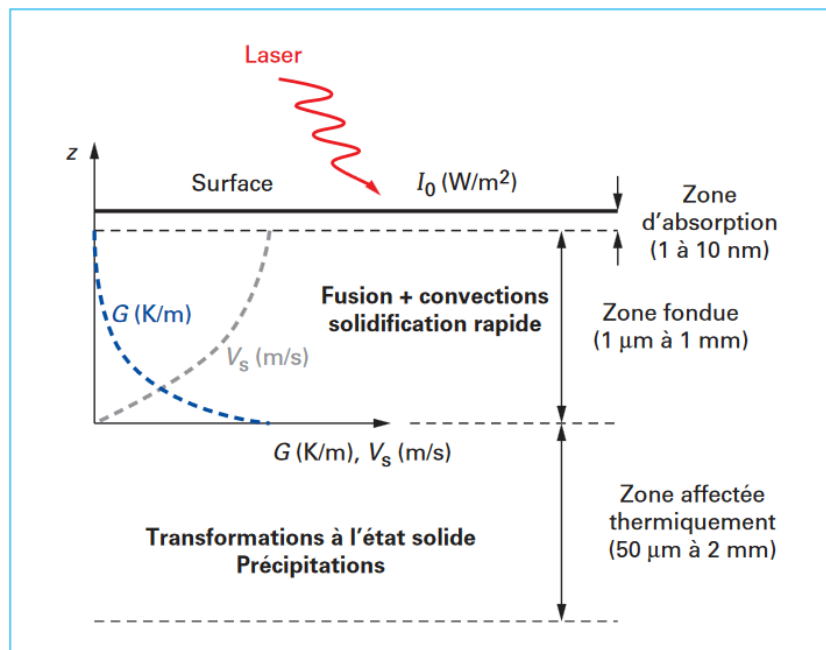


Figure 1.8 : Schéma simplifié de l'interaction laser/matière sur les matériaux métalliques (Peyre et Vignal, 2012)

Cette figure décrit un gradient thermique plus élevé à l'interface dépôt/substrat qui décroît ensuite lorsqu'on s'éloigne de cette zone en se rapprochant de la surface extrême du dépôt tout comme dans le cas du lingot. Des microstructures similaires sont donc observables : au niveau de l'interface, le contact entre une paroi froide (substrat) et la poudre fondue cause l'apparition de germes (Philibert et al., 1998a). De plus, compte tenu du fort gradient thermique, une croissance colonnaire dendritique se produit. Lorsque le gradient diminue progressivement, on peut assister à l'apparition d'une structure équiaxe dendritique à l'extrême surface du dépôt.

De plus, Le rechargement laser peut générer, dans le substrat, une zone affectée thermiquement (ZAT), présentée sur la figure 1.8. Elle est caractérisée généralement par une modification de la microstructure initiale à l'aplomb de l'interface dépôt/substrat (Balu et al.,

2015) qui, selon son étendue, peut provoquer un changement du comportement thermique et/ou mécanique du substrat (Liu et al., 2016).

## II. Le laser cladding, appliqué au domaine verrier

### II.1. Les enjeux du traitement de surface de moules de verrerie

L'industrie du moulage verrier représente 10% du chiffre d'affaires des moules en générale (Figure 1.9), ce qui en fait un marché non négligeable pour le laser cladding. Le secteur des moules représente en France en 2014 un chiffre d'affaires de 878 M€ et emploie 5 588 personnes dans 476 établissements.

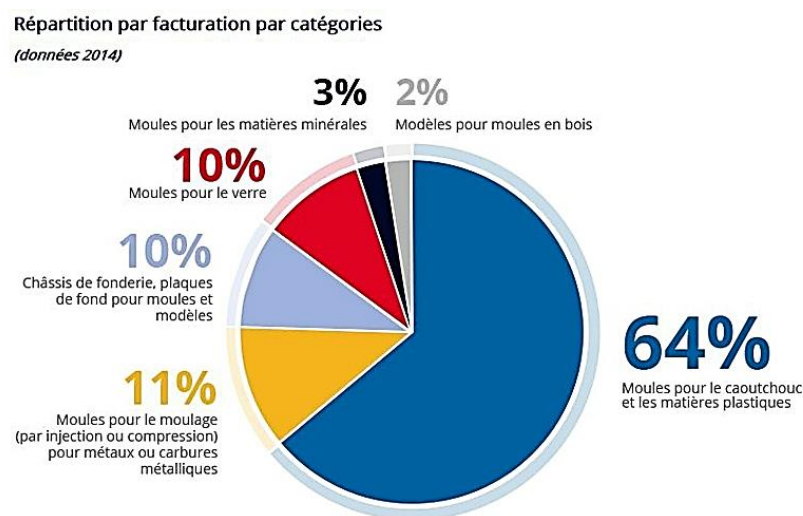


Figure 1.9 : Chiffre d'affaires des moules (en rouge) en France (<http://souspression.canalblog.com>)

La société CHPOLANSKY est une PME de 130 personnes implantée à Marcoussis (91) à quelques kilomètres de l'Université Paris-Sud, avec laquelle nous avons collaboré afin de développer l'une de ses principales activités industrielles, i.e. le rechargement par laser (laser cladding) de certaines zones fortement contraintes (abrasion, thermique, ...) des moules utilisés pour l'industrie verrière.

### II.2. Les différentes techniques de rechargement utilisées dans le domaine verrier

Actuellement, le rechargement des moules de l'industrie verrière par projection thermique est réalisé à l'aide de trois techniques bien connues (Toyserkani et al., 2006) : le chalumeau, le plasma à arc transféré et le laser cladding.

#### II.2.1. Le chalumeau

Le chalumeau à poudre (CP) est la technique la plus ancienne (Rege et Van Linden, 2016). Il consiste à injecter la poudre directement avec la flamme. Celle-ci est composée d'un mélange gazeux non brûlé (dard), d'une zone réductrice entre 3050°C et 3100°C et d'un panache (Figure 1.10). Cette technique pose des problèmes de conditions de travail, de santé et donne des résultats aléatoires car il est difficile de contrôler la température du dépôt dans

toute la surface de rechargement. Elle requiert aussi une préchauffe du moule pour s'affranchir des défauts tels que la fissuration.

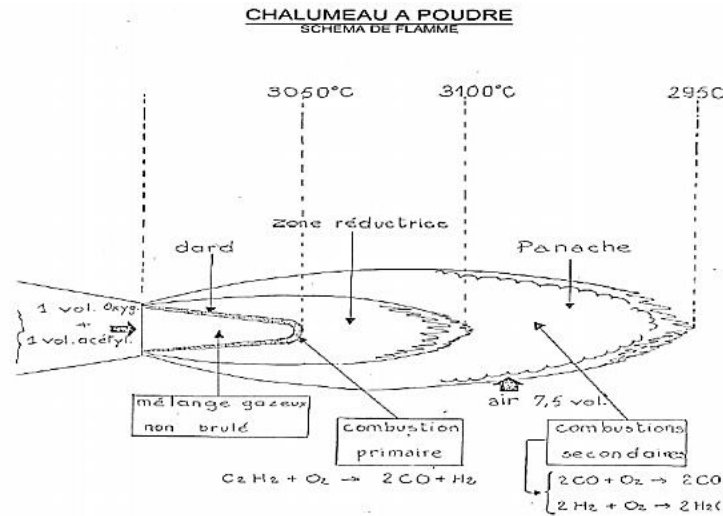


Figure 1.10 : Le chalumeau à poudre (Rege et Van Linden, 2016)

### II.2.2. Le Plasma à Arc Transféré (PTA)

La technique Plasma à Arc Transféré (*Plasma Transferred Arc (PTA)*) est actuellement privilégiée dans l'industrie verrière (Rege et Van Linden, 2016) (Falipou, 1998). Le principe est le suivant : un arc plasma est produit en introduisant une décharge électrique entre deux électrodes (anode et cathode) dans une enceinte contenant un gaz plasmagène pendant que l'injection de poudre s'opère (Figure 1.11). Le circuit se referme sur la pièce à recharger car celle-ci sert d'anode extérieure. Malgré sa difficulté de mise en œuvre et son manque de reproductibilité, il s'agit de la méthode la plus répandue dans le domaine de la verrerie. Ce procédé entraîne la formation d'une grande zone de fusion (ZD : zone de dilution) de l'ordre du mm et la formation d'une ZAT importante. Afin que le dépôt puisse se faire, il faut au préalable créer un bain de fusion sur le substrat. Il faut donc préchauffer le moule pour éviter tout choc thermique pouvant entraîner une fissuration.

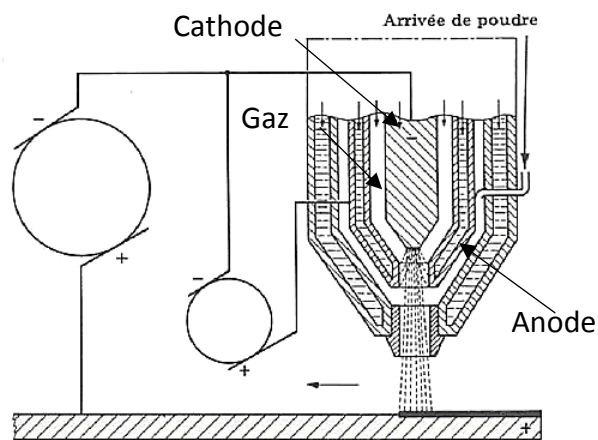


Figure 1.11 : Plasma à arc transféré (PTA) (Arnaud et al., 2008)

### II.2.3. Le laser cladding

Le principe du laser cladding est décrit dans le paragraphe I.3 (Figure 1.3). L'un des principaux avantages de ce procédé est que le rechargement permet l'obtention d'une faible ZD (quelques dizaine de  $\mu\text{m}$ ) et d'une ZAT réduite (de 0,05 à 2 mm) contrairement aux procédés actuels (CP et PTA) (Rege et Van Linden, 2016). Une forte ZAT est souvent la conséquence d'une dilution chimique trop importante entre le dépôt et le substrat. Dans le cas des procédés CP et PTA, comme la ZD est profonde, il faut fondre plus de poudre pour avoir un dépôt constitué uniquement du métal d'apport (dont on recherche les propriétés). En conséquence, les qualités d'homogénéité thermique du moule/dépôt sont affectées. Dans ces conditions, si le verre est refroidi de manière hétérogène, il s'en suit une variation importante de son épaisseur au niveau des zones de rechargement. Par exemple, l'épaisseur du verre est discontinue à l'aplomb de la couture du plan de joint (jonction entre deux moitiés de bouteille lors de leur fabrication) qui peut être jusqu'à 2 fois plus faible (Rege et Van Linden, 2016). Ceci conduit bien sûr à une fragilité de la bouteille et pour pallier ce problème, la quantité de verre doit être augmentée avec les enjeux économiques associés (consommation de verre et d'énergie, transports, coût à la consommation...). Le but, avec le rechargement par laser, est donc de diminuer au maximum cette dilution pour préserver les propriétés thermiques des moules.

C'est pourquoi, afin d'homogénéiser la thermique des moules et d'alléger le poids des bouteilles, en 2010, les Établissements CHPOLANSKY se sont intéressés à la technique de rechargement par laser, connue dans différentes industries, mais pas mise en œuvre pour les moules de verrerie.

Un autre élément intéressant avec le rechargement par laser est que cette méthode ne nécessite pas de préchauffe du moule.

### II.3. Choix des matériaux de rechargement des moules de verrerie

Le choix des matériaux pour le substrat et le dépôt est très important pour assurer une longue durée de vie aux moules de verrerie rechargés. Pour ces derniers, des matériaux à forte conductivité thermique et à forte capacité calorifique seront privilégiés (Falipou, 1998). La forte conductivité thermique du moule doit faciliter l'échange de chaleur entre le verre et le moule. En effet, un choc thermique peut se traduire par un collage du verre sur la paroi du moule. De plus, sa forte capacité calorifique lui confère la capacité d'absorber plus facilement la chaleur produite par le contact avec le verre et d'éviter la formation de glaçure (fissure en surface de la bouteille). Concernant les poudres, des alliages à fortes propriétés mécaniques, résistant à la corrosion et à l'abrasion seront favorisés.

#### II.3.1. Choix du matériau pour les moules

Le rôle du moule est de conférer à la bouteille en verre une forme précise dotée d'un aspect de surface homogène. De surcroît, le moule doit permettre une vitrification optimale, ce qui passe par un refroidissement efficace de la bouteille. Pour ce faire, les verriers ont

recours à des systèmes de ventilation du moule de diverses complexités. Mais les propriétés thermiques du matériau constituant le moule jouent également un rôle capital à ce niveau comme cela a été dit précédemment.

### Les moules à base de cuivre

Les alliages de cuivre présentent une excellente conductivité thermique, une bonne ductilité, ainsi qu'une bonne capacité à absorber les calories du verre visqueux, ce qui en font de bons candidats pour la fabrication de moules verriers (Figure 1.12) (Falipou, 1998). Cependant, comme ils présentent une faible résistance à la corrosion, à la fatigue thermique et à l'abrasion, un traitement de surface de certaines parties des moules (notamment par laser cladding) est donc nécessaire pour augmenter leur durée de vie.



Figure 1.12 : Moule en Cu-Ni-Al

Le cuivre et ses alliages (cupro-alliages) présentent une bonne aptitude à l'accommodation de la déformation plastique et peuvent être utilisés sans lubrification lors de la fabrication des bouteilles lorsque les pressions de contact ne sont pas trop importantes (autour de 20 kPa) (Falipou, 1998). Parmi les alliages de cuivre, on peut citer les « bronzes » et les « laitons » riches en nickel et aluminium très utilisés dans l'industrie du verre pour leur bonne ductilité, leurs propriétés mécaniques et leur résistance à la corrosion (Arnaud et al., 2008), meilleures que celles des bronzes et laitons usuels. Les caractéristiques mécaniques de ces cupro-alliages sont sensiblement améliorées par l'addition de certains éléments tels que le nickel, le fer, le silicium ou le manganèse (Arnaud et al., 2008).

Les laitons (Cu-Zn) constituent la famille la plus utilisée des cupro-alliages. Le zinc est moins cher que le cuivre et selon la teneur en zinc, on distingue les familles suivantes (Figure 1.13) (Arnaud et al., 2008) :

- **Les laitons monophasés  $\alpha$**  (jusqu'à 37% Zn) : Ces matériaux de structure cubique à faces centrées sont très malléables à froid comme à chaud et donc fortement écrouissables. Ainsi, leur résistance mécanique croît avec l'écrouissage et avec la teneur en Zn.
- **Les laitons biphasés  $\alpha + \beta$**  (de 37% à 45% Zn) : Ils possèdent une seconde phase  $\beta$  de structure cubique centrée ordonnée et fragile pour  $T < 456^\circ\text{C}$ . Elle est désordonnée et plus ductile à plus faible température (à l'ambiante) mais aussi à plus haute



température ( $T > 456^\circ\text{C}$ ). La phase  $\beta$  leur confère une résistance mécanique supérieure tout en gardant une bonne ductilité liée à la présence de la phase  $\alpha$ .

- **Les laitons avec additions** profitent d'effets d'éléments chimiques variés pour :
  - L'usabilité améliorée par le plomb, insoluble dans le cuivre, donc présent sous forme de petits globules ;
  - L'aptitude au travail à chaud avec Sn, Al et Si qui augmentent la quantité de phase  $\beta$  ;
  - La malléabilité avec Ni, Mn et Fe qui augmentent la quantité de phase  $\alpha$  ;
  - La résistance à la corrosion et à l'oxydation à haute température avec Al.

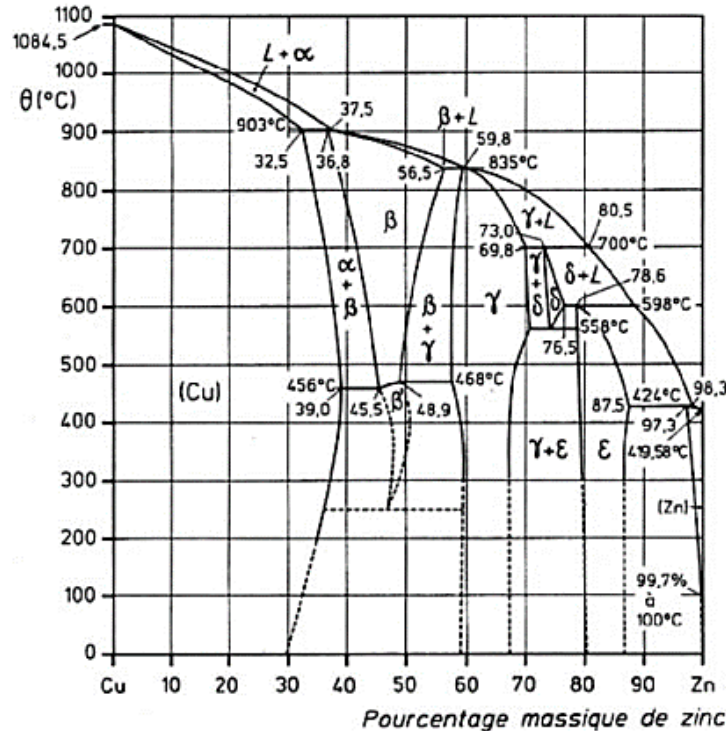


Figure 1.13 : Diagramme d'équilibre cuivre-zinc (Arnaud et al., 2008)

### Les moules en fonte

Les moules en fonte GL (Figure 1.14) ne permettent pas un échange de chaleur aussi rapide et aussi efficace qu'avec des moules en Cu-Ni-Al, ce qui rend la production de bouteilles moins rentable. Cependant, c'est suffisant pour permettre l'obtention d'un produit final sans défaut. Le choix de ce matériau réside dans son coût beaucoup moins élevé que celui du Cu-Ni-Al (8 euros pour 1 kg de fonte contre 24 euros pour 1 kg de Cu-Ni-Al (Rege et Van Linden, 2016)).

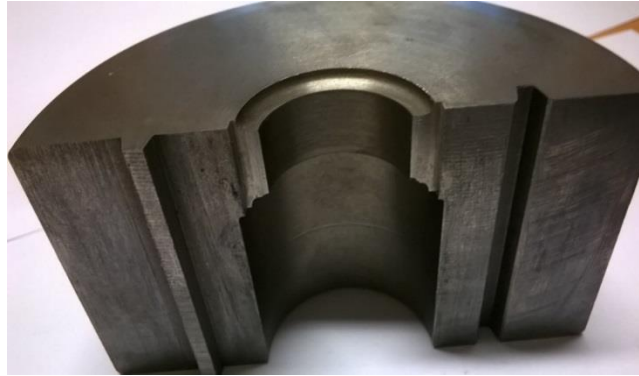


Figure 1.14 : Moule en fonte GL

Il existe plusieurs types de fonte avec différentes formes de graphite (Figure 1.15).

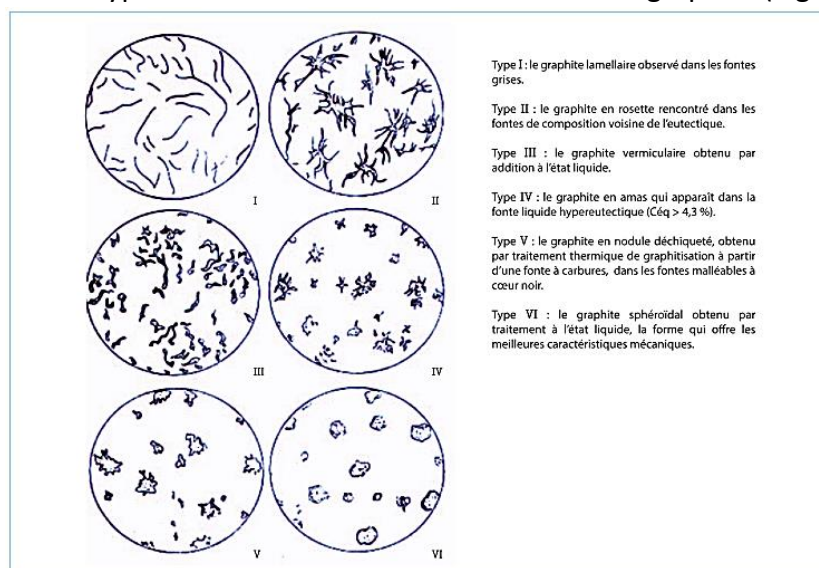


Figure 1.15 : Différentes formes du graphite selon la norme NF EN ISO 945-1-mai 2009 (DebRoy et al., 2018)

Dans l'industrie verrière, les fontes les plus utilisées sont : les fontes à graphite lamellaire (GL) (Type I sur la figure 1.15), ainsi que les fontes à graphite vermiculaire (GV) (Type III sur la figure 1.15) et les fontes à graphite sphéroïdal (GS) (Type IV sur la figure 1.15). La fonte GL (Figure 1.14) est celle qui fait l'objet de la présente étude et par conséquent, sera plus particulièrement décrite ici.

Les fontes GL sont des alliages de fer et de carbone contenant de 2,1 à 4% de carbone (Rémy, 2014). Elles font partie de la famille des fontes grises, leur appellation est due à la couleur caractéristique grise de leur faciès de rupture. La structure graphitique du carbone s'obtient soit en procédant à un refroidissement très lent, soit en ajoutant des éléments graphitisant comme le silicium, le cuivre ou le nickel. Dans ce cas, on parle alors de fonte alliée. Le refroidissement lent de la fonte permet d'avoir une structure finale contenant de la ferrite, de la cémentite et du graphite (forme allotropique du carbone, structure cristalline hexagonale avec comme paramètre de maille  $a = 0,67 \text{ nm}$  et  $c = 0,24 \text{ nm}$  ([http://ressources.univlemans.fr/AccessLibre/UM/Pedago/chimie/06/deug/CHIM103B/pdf/em2cri\\_3.pdf](http://ressources.univlemans.fr/AccessLibre/UM/Pedago/chimie/06/deug/CHIM103B/pdf/em2cri_3.pdf)) comme le montre la figure 1.16.

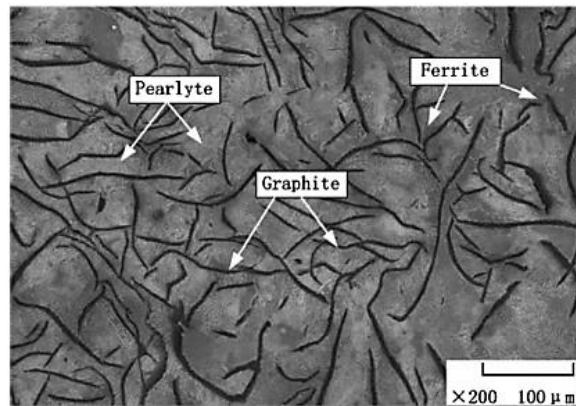


Figure 1.16 : Microstructure d'une fonte GL (Liu et al., 2018)

Pour réaliser ce type de fonte, il faut respecter les compositions suivantes :

Type de fonte	Carbone	Silicium	Manganèse	Soufre	Phosphore
Fontes à graphite lamellaire	2,5-4,0	1,0-3,0	0,2-1,0	0,02-0,25	0,02-1,0

Figure 1.17 : Fourchettes de composition des fontes GL (%) (Rémy, 2014)

Les fontes GL contiennent du silicium, un puissant graphitisant. Il déplace les points de transformation vers les faibles valeurs de carbone. Ainsi, pour 2% de silicium, l'eutectique se trouve à 3,7% au lieu de 4,3% de carbone (Figure 1.18). Cela conduit à la formation d'un diagramme fer-carbone métastable (Figure 1.18b) avec la formation de graphite lamellaire à haute température.

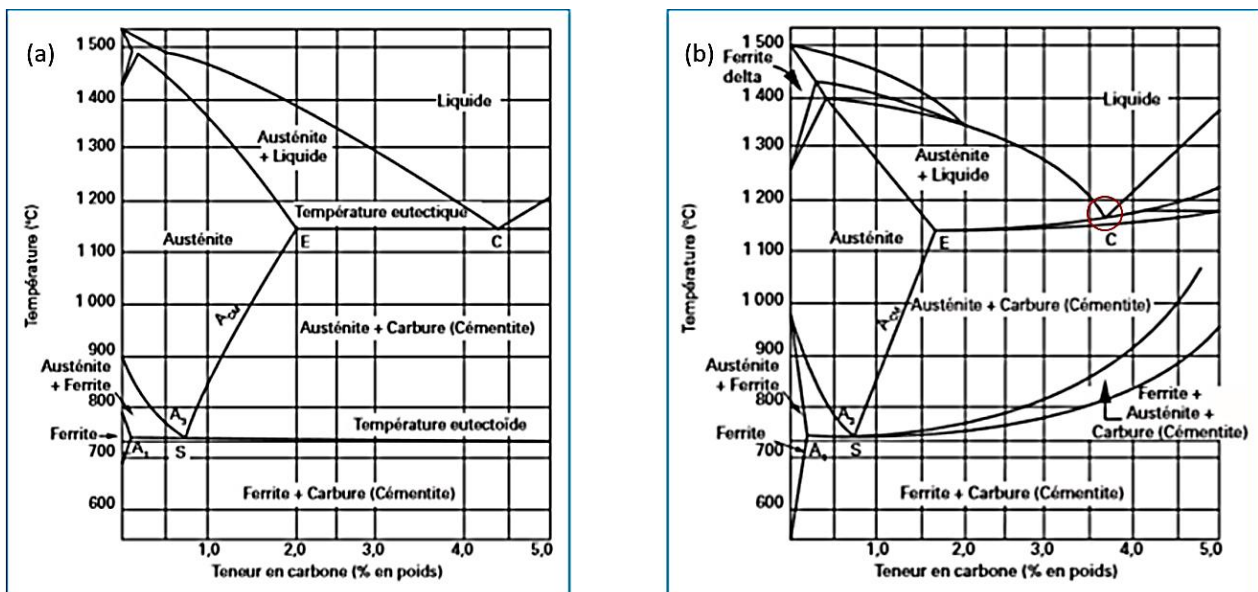


Figure 1.18 : (a) Diagramme métastable fer-carbone à cémentite et (b) diagramme métastable fer-carbone à graphite avec 2 % de Si

Les fontes grises GL se distinguent des autres par leur excellente coulabilité, leur bonne aptitude au frottement et une excellente résistance à la fatigue (fatigues thermique et mécanique) ainsi que leur ductilité (Rémy, 2014). Ce qui justifie leur utilisation dans la verrerie.

Les deux matériaux de base utilisés pour les moules en verrerie présentent des qualités non négligeables lorsqu'il s'agit de transférer de manière homogène la chaleur produite par le verre. Cependant, la surface du moule en contact avec le verre visqueux subit les deux principales dégradations suivantes (Falipou, 1998) : l'abrasion par le verre qui induit une modification de la morphologie du substrat et la croissance de couches d'oxydes activée par la température en surface avoisinant les 500°C. De plus, le cyclage thermique dû aux contacts répétés avec le verre accentue la deuxième dégradation, ce qui nécessite d'appliquer un traitement de surface permettant le dépôt d'un matériau présentant de hautes propriétés thermo-mécaniques qui améliorera la résistance des moules. Plusieurs métaux possédant de bonnes propriétés mécaniques et thermiques pour des températures supérieures à 500°C (voire 700°C) sont connus en verrerie : le nickel, le chrome, le cobalt, le fer et le molybdène. Dans le cadre du rechargement par laser, les deux matériaux les plus utilisés sont le nickel et le cobalt.

### II.3.2. Choix du matériau pour les poudres déposées

Les poudres utilisées en laser cladding dans le domaine verrier sont essentiellement des alliages de cobalt ou de nickel (Rege et Van Linden, 2016). Ces alliages sont intéressants pour leurs propriétés d'inoxidabilité et de forte dureté. Les poudres sont élaborées grâce à une atomisation par gaz ou liquide de la matière en fusion. Ensuite, les particules obtenues sont séparées pour ne conserver que des grains sphériques aux dimensions voulues. Une multitude de nuances existe en fonction des critères thermiques et mécaniques auxquels ils sont soumis (elles diffèrent par leurs éléments d'addition).

#### Poudres à base de cobalt

La poudre à base de cobalt est beaucoup utilisée dans le cadre du rechargement par laser cladding en verrerie car elle présente une dureté autour de 550 +/- 50 HV (en fonction des éléments d'alliage) et une forte résistance à la corrosion (Montealegre et al., 2010). Les alliages utilisés sont appelés stellites (allant du grade 1 à 6 qui diffèrent par leurs éléments chimiques). Il est possible de citer les composés le constituant suivants (Habraken, 1979):

- Le matériau de base, le cobalt, présente une structure hexagonale compacte à l'état solide, une température de fusion autour de 1766K et un module d'Young  $E = 211$  GPa. Il représente entre 50 et 65 % (massique) de l'alliage.
- Le chrome, en élément d'addition, permet une augmentation de la résistance à la corrosion, une augmentation de la température de transformation allotropique, la formation de phase intermétallique CoCr et l'augmentation de la dureté. Sa composition peut varier entre 25 et 30 %.
- Le tungstène permet une augmentation de la résistance mécanique du matériau de base. Celui-ci peut varier entre 4 et 13 %.
- La présence de carbone est quant à elle essentielle pour la formation de carbures, notamment les carbures de tungstène. Celle-ci varie entre 1 et 2,5%.

La granulométrie de la poudre peut varier entre 20 et 150  $\mu\text{m}$  (Ocelík et al., 2007)(Xu et al., 2006)(Yan et al., 2010). Elle doit être faible pour permettre une fusion totale de la

poudre. Mais, en dessous de ces valeurs, la poudre peut se volatiliser durant le procédé et causer un manque de matière en fin de rechargement.

Plusieurs chercheurs se sont intéressés au rechargement de poudre à base de cobalt, que ce soit sur des substrats à base de cuivre, en fonte ou encore en acier. Parmi eux, nous pouvons citer les travaux d'Ocelik et al. (Ocelík et al., 2007) qui ont réalisé un rechargement de poudre à base de Co sur deux types de substrat : fonte GL et fonte GS. Ils ont dans un premier temps observé au niveau du dépôt, une structure dendritique avec des dendrites composées de la phase  $\gamma$ -Co et un eutectique dans l'espace interdendritique composé de carbures. Cela explique la forte dureté relevée dans le dépôt (autour de 550 HV). Ils ont notamment réussi à réaliser des rechargements sans porosités ni fissures tout en améliorant les propriétés thermomécaniques du substrat. En effet, ils ont observé une bonne résistance à la fatigue thermique du matériau final entre 0 et 525°C. Ces observations ont aussi été faites par Yan et al. (Yan et al., 2010) lors du rechargement d'une poudre à base de cobalt sur un substrat à base de cuivre avec addition de chrome et de zirconium.

### Poudres à base de nickel

Les alliages à base de nickel sont eux aussi très connus pour leur résistance mécanique ainsi que leur résistance à la corrosion. Ils sont utilisés pour le revêtement de pièces complexes telles que les stabilisateurs de forage pétrolier, les aubes de turbine, l'intérieur des chambres de combustion... (Steen and Mazumder, 2010). Il existe plusieurs types d'alliages à base de nickel qui diffèrent eux aussi par leurs éléments d'alliage. L'alliage le plus connu est l'Inconel avec des nuances qui se distinguent par la proportion des composés suivants :

- Le nickel, matériau de base, présente une structure cubique à faces centrées, une température de fusion autour de 1747 K et un module d'Young  $E = 210$  GPa. Il représente entre 90 et 93 % (massique) de l'alliage pour une application en verrerie. Cette quantité importante du matériau de base s'explique par la nécessité de maintenir de bonnes propriétés thermomécaniques dans l'alliage (Rege et Van Linden, 2016).
- Le silicium et le bore, variant pour l'un entre 2 et 2,5%, et pour l'autre, entre 1 et 2%, ont un rôle prépondérant sur le comportement mécanique du dépôt. Ils permettent un contrôle de sa dureté finale, mais aussi la diminution de la température de fusion du matériau de base (Arias-González et al., 2016).
- Le chrome, peut, en fonction de l'augmentation de son pourcentage massique dans l'alliage (jusqu'à 30%), précipiter et entraîner de très fortes valeurs de dureté (et donc la formation de fissures). Cependant, ce composé permet une amélioration du comportement mécanique du dépôt ainsi que de sa résistance à la corrosion à haute température (Arias-González et al., 2016).

Les travaux d'Hemmati et al. (Hemmati et al., 2013) traitent de l'influence des éléments d'alliage de la poudre sur le dépôt final obtenu. Ils s'intéressent notamment à l'influence du silicium et du bore. En effet, leur présence entraîne la formation d'eutectiques  $Ni_3B$  ou  $Ni_3Si$  en fonction du rapport Si/B. La première phase présente une très grande dureté (jusqu'à 900 HV environ), pouvant conduire à l'apparition d'une fissuration (avec un rapport

Si/B en dessous de 3) tandis que l'autre phase améliore la résistance mécanique (rapport au-dessus de 3) avec des duretés autour de 450 HV. La résistance mécanique de l'alliage peut être augmentée si un équilibre est trouvé entre le rapport Si/B et sa proportion de chrome. Un rapport Si/B en dessous de 3, combiné à une diminution de la quantité de chrome permet l'obtention d'un dépôt final sans fissuration. Il est bien sûr possible d'augmenter encore plus la dureté de l'alliage (autour de 550 HV environ) en augmentant la quantité de chrome (autour de 20%) sans entraîner de fissuration.

Ming et al. (Ming et al., 1998) avaient, quant à eux, déjà mis en évidence que l'amélioration des propriétés mécaniques du matériau après le rechargement d'une poudre à base de nickel sur un substrat en acier faiblement allié AISI 1020 était fortement liée à la composition de l'espace interdendritique. Ils ont notamment observé que l'augmentation de la phase  $Ni_3B$  à forte dureté ou l'addition de tungstène entraînant la formation de carbures de tungstène provoque une forte augmentation de la dureté finale du dépôt.

De plus, il est intéressant de noter que Wang et al. (Wang et al., 2016) ont fait état d'une meilleure adhésion dépôt/substrat lors d'un rechargement de poudre de Ni sur un substrat base cuivre comparativement à une poudre de cobalt. Ils expliquent cela par une meilleure absorption du rayonnement laser par le nickel que par les matériaux à base de cuivre. Cela avait déjà été observé par Adak et al. (Adak et al., 2005) qui ont fait le choix d'ajouter du nickel dans la poudre à base de cuivre.

### III. Influence du laser cladding sur la microstructure des matériaux

#### III.1. Interaction laser/matière et atténuation de puissance, fusion et solidification du dépôt

##### III.1.1. Interaction laser/matière et atténuation de la puissance incidente lors du rechargement

Wirth et al. (Wirth et al., 2016) ont montré que le faisceau incident ( $P_L$ ) était fortement atténué par la poudre et par le substrat (Figure 1.19).

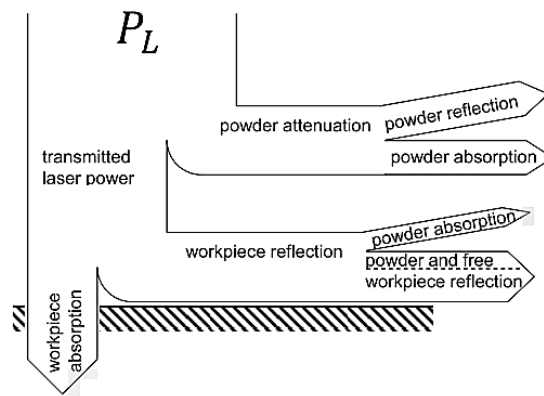


Figure 1.19 : Répartition de la puissance incidente lors de l'interaction laser/matière (Wirth et al., 2016)

La puissance incidente est atténuée lors de l'interaction avec la poudre. La puissance restante est transmise vers le substrat mais elle est en partie réfléchiée par ce dernier. Pour déterminer la puissance atténuée par la poudre, il est tout d'abord nécessaire de comprendre comment la poudre est répartie sur le substrat.

La figure 1.20 montre la distribution de la poudre en fonction de la position par rapport au plan focal de la poudre ( $f_s$ ). Deux distributions A et B sont mises en évidence en fonction de la position du substrat par rapport à  $f_s$ . Si le substrat est placé au niveau du plan focal (cas A) la distribution suit une loi gaussienne (El Cheikh et al., 2012) (Pouzet, 2016). En revanche, si le substrat s'éloigne de  $f_s$  (cas B), la distribution du flux de poudre est plus éparse.

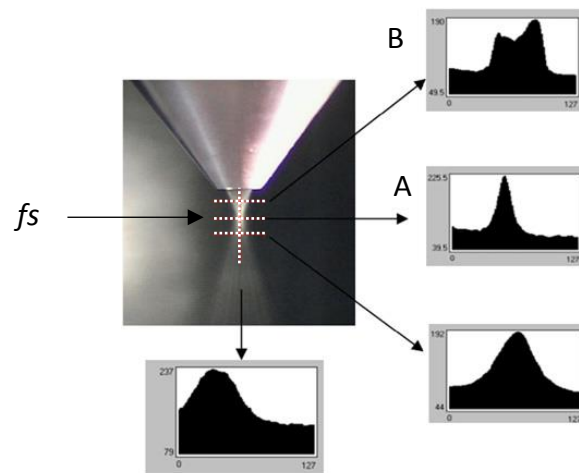


Figure 1.20 : Distribution de la poudre en fonction de la position du substrat par rapport au plan focal  $f_s$  (El Cheikh et al., 2012)

Cette distribution gaussienne peut s'exprimer à l'aide de l'équation suivante (Qi et al., 2006) :

$$N(r, l) = N_{max}(l) \cdot \text{Exp}\left(-\frac{2r^2}{R^2}\right) \quad (1.7)$$



avec  $N_{max}[m^{-3}]$  le pic de concentration de poudre au centre du flux (pour  $r=0$ ),  $r$  [mm] la distance radiale,  $l$  [mm] la distance selon l'axe et  $R$  [mm] le rayon de la zone de jet de poudre (Figure 1.21).

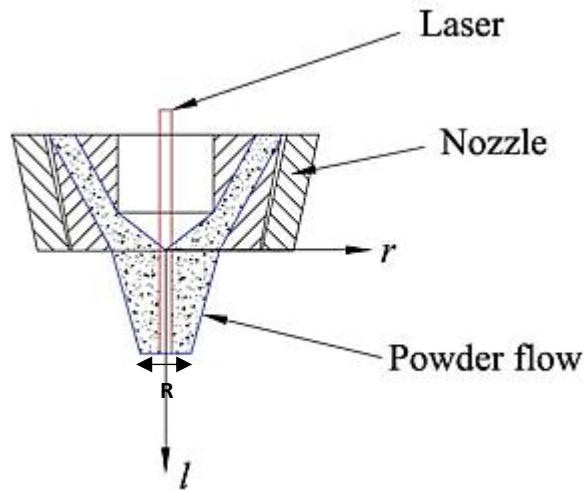


Figure 1.21 : Interaction laser/poudre lors du rechargement par laser

La figure 1.22 montre la zone d'interaction entre le laser et la poudre. Elle est délimitée par la hauteur  $\Delta z$ . Sur cette figure, le substrat est positionné au niveau du plan focal  $f_s$ . Notons que c'est cette configuration qui sera utilisée dans le cadre du présent travail.

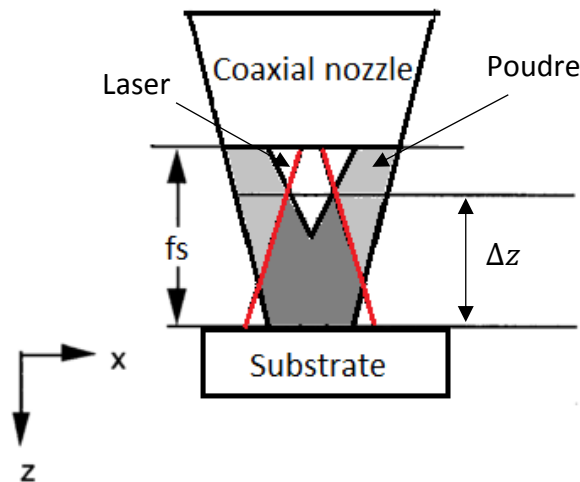


Figure 1.22 : Interaction laser/poudre (Lin, 2000)

Pour estimer la puissance atténuée par les particules de poudre, Qi et al. (Qi et al., 2006) ont utilisé la loi de Beer Lambert :

$$P'_l(r, l) = P_l(r) \cdot \exp(-SNl) \quad (1.8)$$

avec  $P'_l$  [W] la puissance atténuée par le flux de poudre,  $P_l$  [W] la puissance initiale du laser,  $S$  [ $mm^2$ ] la section d'une particule de poudre (les coordonnées  $r$  et  $l$  sont définies sur la figure 1.21) et  $N$  est défini dans l'Eq. 1.7.



De plus, l'atténuation de la puissance évolue en fonction du débit de poudre utilisé lors du rechargement. Peyre et al. (Peyre et al., 2008) se sont d'ailleurs inspirés des calculs de Qi et al. (Qi et al., 2006) pour s'intéresser à l'évolution de la puissance absorbée en fonction de ce débit de poudre. La figure 1.23 présente l'évolution de la puissance en fonction du débit de poudre en utilisant la loi de Beer Lambert (Peyre et al., 2008). Cela leur a permis de calculer la puissance absorbée par les particules de poudre selon l'équation suivante :

$$P_{abs} = A \cdot \frac{\Delta z}{m_p \cdot C_p \cdot v_z \cdot particle} \cdot S(m^2) \cdot \phi(Wm^{-2}) \cdot (1 - e^{(-S \cdot N \cdot \Delta z)}) \quad (1.9)$$

avec  $A$  l'absorptivité de la poudre (TA6V),  $S$  la section d'une particule de poudre,  $\phi$  la distribution gaussienne du laser suivant la loi de Beer Lambert,  $N$  la quantité de particules par unité de volume [ $m^{-3}$ ] dépendant du débit de poudre,  $m_p$  la masse d'une particule [kg],  $C_p$  la capacité calorifique de la poudre à base de nickel [ $J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$ ] et  $\Delta z$  [m] la distance d'interaction entre la poudre et le laser.

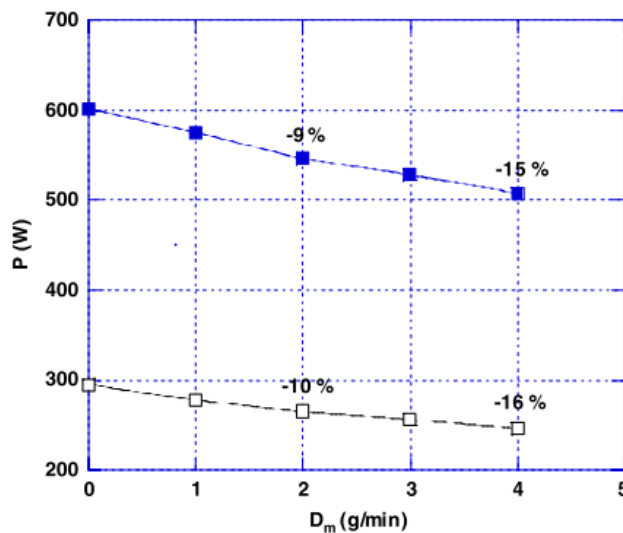


Figure 1.23 : Atténuation de la puissance en fonction du débit de poudre pour le cas d'un rechargement d'une poudre à base de titane sur un substrat de titane (TA6V) pour deux puissances : 300 et 600W (Peyre et al., 2008)

Dans le cas d'un rechargement d'une poudre à base de titane sur un substrat de titane (TA6V), la figure 1.23 décrit la puissance restante  $P$  après interaction entre la poudre et le laser pour deux puissances initiales : 300 et 600 W. On y observe une atténuation de la puissance qui s'amplifie avec l'augmentation de la quantité de poudre, quelle que soit la puissance incidente. Dans la gamme de débits testée, l'atténuation ne dépasse pas 16% et semble peu dépendre de la puissance incidente.

### III.1.2. Energie de fusion du dépôt

Lors d'un rechargement par laser, la poudre subit une élévation de température ainsi qu'un changement d'état, d'où l'Eq. 1.10 (Bricard et Gobin, 2013).

$$E = m(C_p \Delta T + L_f) \quad (1.10)$$

avec  $E$  l'énergie nécessaire à la montée en température et à la fusion de la poudre en J,  $m$  la masse des particules de poudre en kg,  $C_p$  la capacité calorifique du matériau en  $\frac{J}{kg.K}$ ,  $\Delta T$  la différence de température entre la température ambiante et la température de fusion en K et  $L_f$  la chaleur latente du matériau en  $\frac{J}{kg}$ .

### III.1.3. Solidification du dépôt dépendant de la vitesse

Il a été démontré par Hemmati et al. (Hemmati et al., 2011) que l'augmentation de la vitesse de rechargement entraîne un affinement de l'espace entre les dendrites secondaires lors de la croissance colonnaire comme le montre la figure 1.24.

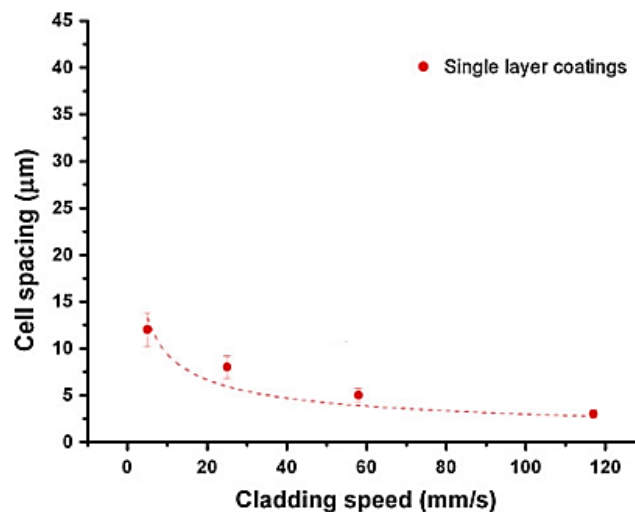


Figure 1.24 : Effet de la vitesse de rechargement sur l'espace interdendritique (Hemmati et al., 2011)

D'après Philibert et al. (Philibert et al., 1998a), l'espace interdendritique est inversement proportionnel à la vitesse de refroidissement. Cela signifie que l'augmentation de la vitesse de rechargement entraîne une augmentation de la vitesse de refroidissement.

### III.2. Effet du laser cladding sur la dilution, la microstructure du substrat ainsi que sur le comportement mécanique des matériaux

#### III.2.1. Absorptivité des moules

La capacité du matériau à absorber le rayonnement laser est un élément prépondérant car elle va influencer directement sur la montée en température et la fusion du dépôt et du substrat. La figure 1.25 montre l'évolution de l'absorptivité de quelques matériaux en fonction de la longueur d'onde du laser.

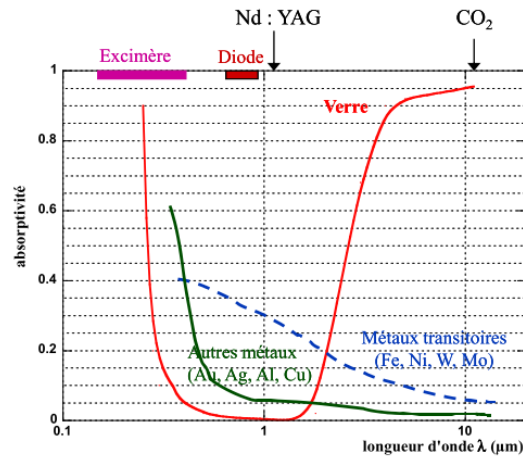


Figure 1.25 : Absorptivité de quelques matériaux en fonction de la longueur d'onde du laser (Peyre, 2014)

À partir de la figure 1.25, il est possible d’observer que les matériaux à base de cuivre (moule Cu-Ni-Al dans le présent travail) n’absorbent que 6% du rayonnement incident d’un laser Nd : YAG alors que pour le même laser, les matériaux à base de fer (ici moule en fonte) absorbent environ 30%. Cela montre que les deux matériaux composant les moules étudiés dans ce manuscrit ne vont pas se comporter de manière similaire en termes d’adhésion dépôt/substrat.

### III.2.2. La dilution

Le laser cladding conduit à la formation d’une zone de mélange chimique (ZD, Zone de Dilution) entre la poudre fondue et le substrat fondu. Plusieurs auteurs expliquent qu’une fusion locale entre le dépôt et le substrat doit avoir lieu pour obtenir une bonne accroche métallurgique (Balu et al., 2015) (Saqib et al., 2014) (Tao et al., 2017). Il y a deux manières de définir la dilution (Toyserkani et al., 2006) : la dilution géométrique et la dilution métallurgique. Une illustration issue des travaux de Sun et Hao (Sun and Hao, 2012) est présentée sur la figure 1.26 et permet d’observer une méthode de mesure de la dilution géométrique.

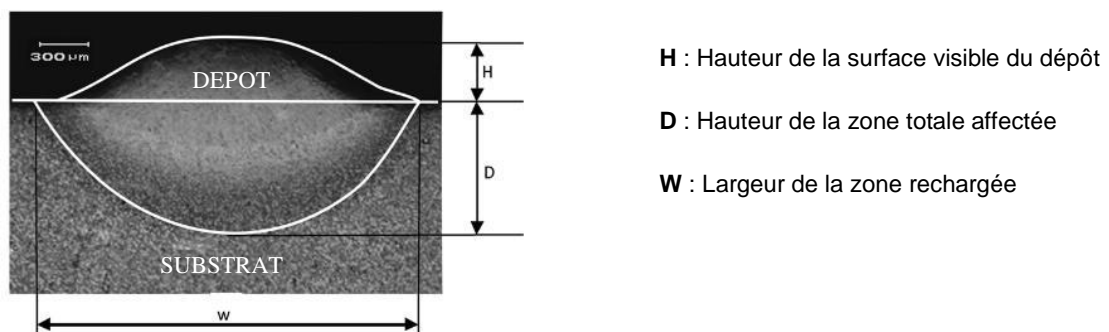


Figure 1.26 : Section après rechargement d’un substrat en TC4 avec une poudre Ti6Al4V (Sun and Hao, 2012)

Après rechargement par laser, une section de l’échantillon est à réaliser pour calculer la dilution  $d$  en fonction de la hauteur du dépôt  $H$  et de la pénétration du dépôt  $D$  (Toyserkani et al., 2006) (Sun and Hao, 2012) (Ming et al., 1998).

$$d = \frac{D}{H+D} \quad (1.11)$$

Une autre manière est de considérer une dilution métallurgique (ou chimique). Cela consiste à considérer la part des éléments chimiques composants les deux parties (dépôts et substrat). Soit la relation suivante (Toyserkani et al., 2006) (Balu et al., 2015) :

$$d = \frac{(x_{c+s}-x_p)}{(x_s-x_{c+s})+(x_{c+s}-x_p)} \quad (1.12)$$

avec  $x_{c+s}$  la teneur massique d'un élément chimique du mélange dépôt/substrat (ZD),  $x_p$  la teneur du même élément dans la poudre et  $x_s$  celle dans le substrat. Ces mesures sont généralement réalisées grâce à des analyses chimiques (EDS).

Pereira et al. (Pereira et al., 2018) ont, quant à eux, présenté une manière de mesurer la ZD par MEB-EDS après un rechargement par laser de poudre de NiCoCrAlY sur un substrat en acier AISI 304 (Figure 1.27). La technique consiste à analyser les spectres chimiques de part et d'autre de l'interface. Dans leur étude, il est possible par exemple, d'observer l'évolution du Ni et du Fe dans la ZD. Ils ont notamment pu montrer qu'une dilution de 2  $\mu\text{m}$  était suffisante pour réaliser une bonne accroche métallurgique entre le dépôt et le substrat.

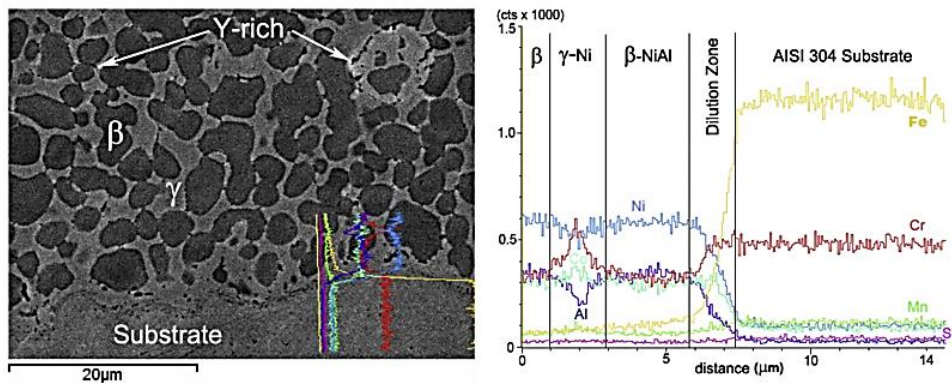


Figure 1.27 : (a) image MEB du dépôt NiCoCrAlY par laser sur un substrat d'acier et (b) proportion d'éléments chimiques obtenue par EDS de part et d'autre de l'interface dépôt/substrat (Pereira et al., 2018)

Comme il a été observé, la fusion métallurgique (dilution) est primordiale pour une bonne adhésion dépôt/substrat, d'où l'intérêt de comprendre les phénomènes pouvant influencer la dilution. D'après Peyre et Vignal (Peyre et Vignal, 2012), lors d'un rechargement, le matériau en fusion est conditionné par des mouvements de convection dépendant du gradient thermique  $G \left[ \frac{K}{m} \right]$ , ainsi que de la tension superficielle  $\sigma \left[ \frac{N}{m} \right]$  des matériaux. Soit la relation 1.13 suivante :

$$\gamma_T = \frac{d\sigma}{dT} \quad (1.13)$$

avec  $\gamma_T$  le coefficient de convection. Si ce coefficient est supérieur à zéro, le mode de convection sera centripète, ce qui est caractéristique d'un bain de fusion restreint et profond. Pour un coefficient  $\gamma_T$  inférieur à zéro (Figure 1.28), le mouvement sera centrifuge et donc conduira à un bain de fusion plus étendue et peu profond. Ceci se traduit par une faible épaisseur de dilution (cas recherché).

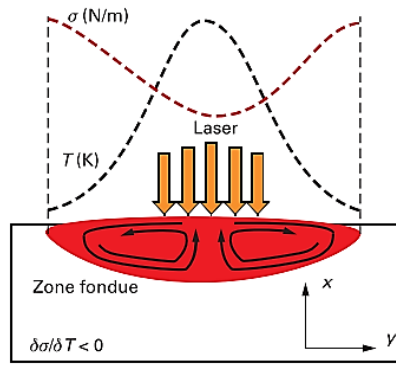


Figure 1.28 : Mode de fusion et de dilution en fonction de la tension de surface pour  $\gamma_T$  négatif (Peyre et Vignal, 2012)

Plusieurs travaux ont été réalisés pour observer et comprendre l'impact des paramètres de rechargement sur la dilution géométrique. On peut citer le cas d'un rechargement de poudre à base de nickel sur un substrat en acier faiblement allié AISI 1020 décrit par Ming et al. (Ming et al., 1998). Il a été mis en évidence que la dilution géométrique augmente avec la vitesse de rechargement. Ce phénomène est encore plus accentué par un faible débit de poudre. En effet, à fort débit, la puissance du laser est en grande partie absorbée par la poudre, ce qui laisse moins d'énergie disponible pour la fusion du substrat. Au contraire, Sun et Hao (Sun and Hao, 2012) ont trouvé, dans le cas d'un rechargement de poudre à base de titane TA6V sur un substrat constitué du même matériau, que la taille de la ZD diminue légèrement avec l'augmentation de la vitesse à débit constant.

Il a été observé que la composition chimique de la poudre pouvait entraîner une différence dans le comportement de la dilution géométrique en fonction de la vitesse de rechargement. Un exemple a été présenté par Moosa et al. (Moosa et al., 2011) et concerne le rechargement de poudres Ni-10wt%Al et Ni-30wt%Al sur un substrat en Inconel 617.

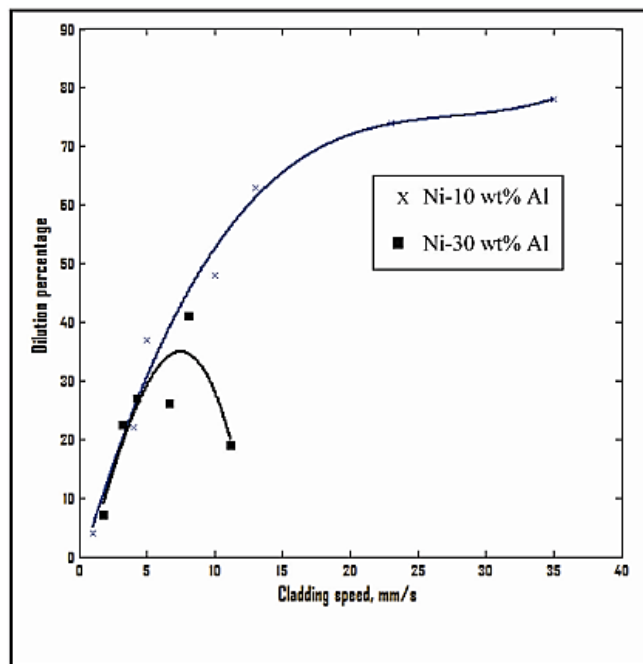


Figure 1.29 : Pourcentage de dilution en fonction de la vitesse de rechargement pour deux compositions chimiques de poudre (Moosa et al., 2011)

Cette étude a montré qu'avec une poudre présentant 10% d'Al, la dilution augmente avec la vitesse de rechargement. Au contraire, la présence de 30% d'Al, peut entraîner un changement de cette tendance avec une diminution du pourcentage de dilution à une vitesse seuil de rechargement (Figure 1.29). Ce phénomène ne semble pas avoir été rencontré souvent dans la littérature et donc il est difficile de l'expliquer. De surcroît, un seul point leur a permis de faire cette observation.

### III.2.3. La zone affectée thermiquement (ZAT)

Une ZAT peut s'observer au niveau du substrat, par exemple dans le cas d'un dépôt de poudres à base de Ni ou de Co sur un substrat en fonte. Cette ZAT est alors composée de martensite, phase métastable apparaissant lors du refroidissement rapide subi par le matériau. La figure 1.30 permet d'observer un substrat de fonte à graphite lamellaire avant et après rechargement (proche de la ZD) (Liu et al., 2016).

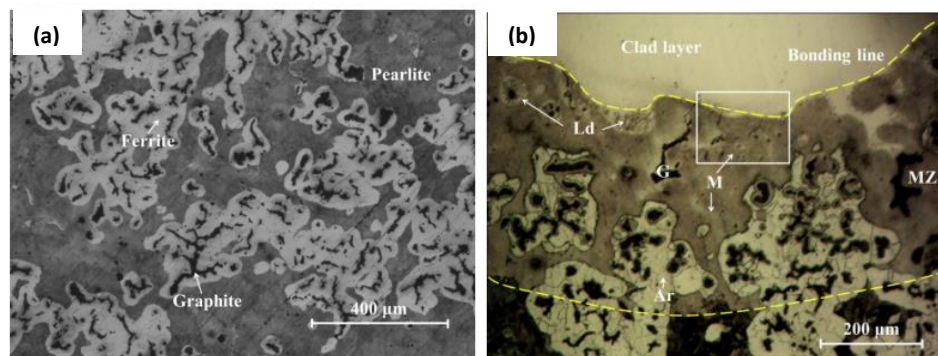


Figure 1.30 : Substrat en fonte GL (a) avant et (b) après rechargement

On observe trois phases dans le substrat avant rechargement : du graphite lamellaire, une matrice ferritique ( $\alpha$ ) et une matrice perlitique ( $\alpha+Fe_3C$ ) (Figure 1.30a). Après le dépôt d'une poudre à base de nickel, une ZAT est apparue avec plusieurs phases : de la lédéburite ( $\gamma+Fe_3C$ ) désignée par la lettre  $L_d$ , de la martensite ( $\alpha'$ ) désignée par la lettre M et de l'austénite résiduelle ( $\gamma$ ) désignée par la lettre  $A_r$  distribuée de manière hétérogène dans la ZAT (Figure 1.30b). La présence de martensite à fort taux de carbone proche de l'interface s'explique par une température élevée et un refroidissement très rapide dans cette zone. La ferrite et la perlite, quant à elles, se transforment en austénite puis rapidement en martensite à cause de la haute vitesse de refroidissement après passage du faisceau laser. La teneur locale en carbone a bien sûr été augmentée dans la matrice à cause de la dissolution du graphite. La lédéburite s'est formée par une réaction eutectique au voisinage du graphite non dissout (ou dans la zone ayant eu auparavant du graphite). Lorsqu'on s'éloigne de l'interface, la température est plus faible et donc la transformation martensitique est incomplète. On peut par conséquent observer la présence d'austénite résiduelle. Plus on s'éloigne de l'interface dépôt/substrat, moins la phase martensitique est observable. Le graphite non dissout est de plus en plus visible ainsi que l'austénite résiduelle (Liu et al., 2016) (Arabi Jeshvaghani et al., 2014) (Lin et al., 2017) (Liu et al., 2018). Notons que la présence de martensite peut conduire à de la fissuration (Liu et al., 2016).



Dans le cas d'un rechargement sur un substrat à base de cuivre, la ZAT se manifeste de manière totalement différente. Nous pouvons citer l'exemple du rechargement de poudres de nickel sur un substrat à base de cuivre présenté par Balu et al. (Balu et al., 2015) avec et sans préchauffage du substrat. Sans préchauffage, il a été observé que la taille des grains de cuivre est plus grande proche de l'interface. Ce phénomène est amplifié lorsque le substrat est préchauffé. Le but du préchauffage est d'améliorer la qualité métallurgique entre le dépôt et le substrat (fusion du dépôt sur le substrat). Cela a un impact non négligeable sur la dureté des matériaux. En effet la dureté de la ZAT est autour de 64 HV tandis que lorsque l'on s'éloigne de cette ZAT elle est de 84HV. Cela peut limiter la résistance mécanique du matériau. En verrerie, le choc lors de la fermeture des demi-moules (pour la formation de la bouteille finale) peut endommager le moule.

### III.2.4. Dureté des matériaux

Un indicateur de l'impact du rechargement sur les propriétés mécaniques des matériaux est la mesure de dureté. Zeng et al. (Zeng et al., 2016) ont pu observer avec une poudre de type NiCrBSi sur un substrat en acier faiblement allié (Q235A), que la dureté peut atteindre 800 HV (Figure 1.31), une valeur très élevée comparée aux résultats obtenus en verrerie (350-450 HV environ) (Rege et Van Linden, 2016).

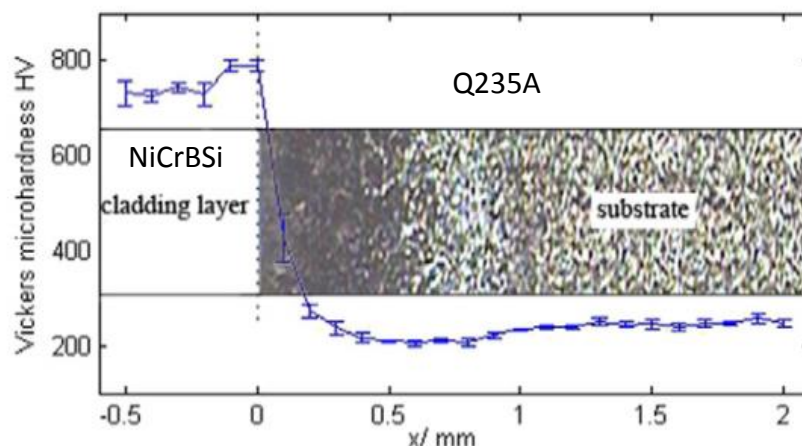


Figure 1.31 : Évolution de la dureté de part et d'autre de l'interface (Zeng et al., 2016)

Bartkowski et al. (Bartkowski et al., 2015) ont réalisé un dépôt de poudre à base de cobalt avec présence de carbures de tungstène sur un substrat en acier S235. Ils ont mis en évidence la formation de précipités à l'interface entre le carbure de tungstène et la matrice à base de cobalt (dans le dépôt). Ceci peut expliquer les fortes duretés observées (autour de 750 HV), en accord avec les résultats de Niranatlumpong et al. (Niranatlumpong and Koiprasert, 2011) quelques années auparavant.

### III.2.5. Les contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles sont essentiellement d'origine thermique compte tenu de la différence de coefficient de dilatation thermique entre le cordon et le substrat. Des contraintes résiduelles trop élevées peuvent bien sûr entraîner une fissuration.

Des calculs de contraintes résiduelles ont permis à Tao et al. (Tao et al., 2017) de montrer, lors d'un rechargement avec une poudre à base de nickel sur un substrat en Ti6Al4V, que ces contraintes diminuent en préchauffant le substrat. Cela permet de réduire les écarts de température entre les deux matériaux et ainsi de limiter la fissuration. Plusieurs autres chercheurs, dont Wang et al. (Wang et al., 2002) ont opté pour cette solution.

### III.3. Optimisation des paramètres de rechargement grâce à un calcul statistique par la variance (ANOVA)

#### III.3.1. Méthode ANOVA : définition du concept

L'analyse de la variance ou analyse factorielle (ANOVA « ANalysis Of VAriance ») est un test statistique, dit de Fisher (Liptser and Shiryaev, 2001), dont l'objectif est de comparer des moyennes sur plusieurs échantillons.

Ce test d'hypothèse statistique permet de tester l'égalité de deux variances en vérifiant que le rapport des deux variances ne dépasse pas une certaine valeur théorique répertoriée dans la table de la loi de Fisher (Liptser and Shiryaev, 2001). En statistique, un test d'hypothèse est une démarche qui consiste à évaluer une hypothèse statistique en fonction d'un jeu de données. Le formalisme mathématique du modèle à deux facteurs croisés conçu spécialement pour notre étude est détaillé en annexe A.

La méthode graphique appelée *Response Surface Methodology* (RSM) est un ensemble de techniques mathématiques et statistiques nécessaires pour modéliser et analyser des problèmes où une réponse d'intérêt est influencée par plusieurs variables. L'objectif premier est de trouver un compromis optimal entre les variables de conception (ici : puissance, vitesse du laser ...) et les réponses (largeur, hauteur du cordon de rechargement ...) que l'on souhaite obtenir, dans le but de répondre aux exigences du protocole expérimental défini à la base. Le second objectif est de comprendre comment varient ces réponses dans une direction donnée en ajustant les variables de conception. En général, la RSM (Figure 1.32) peut être visualisée graphiquement (2D ou 3D) à partir d'une fonction de prédiction,  $y$ , de la forme :

$$y = f(x_1, x_2) + \varepsilon = x_0 + \sum_{j=1}^k \alpha_j x_j + \sum_{j=1}^k \alpha_{jj} x_j^2 + \sum_{i < j} \sum_{j=2}^k \alpha_{ij} x_i x_j + \varepsilon \quad (1.14)$$

où

- $y$  est une variable de sortie (largeur, hauteur du cordon, ...)
- $x_i$  est un paramètre procédé (puissance, vitesse, débit, ...)
- $\alpha_i$  sont des coefficients déterminés à partir des courbes de prédiction des variables de sortie
- $\varepsilon$  est l'erreur associée



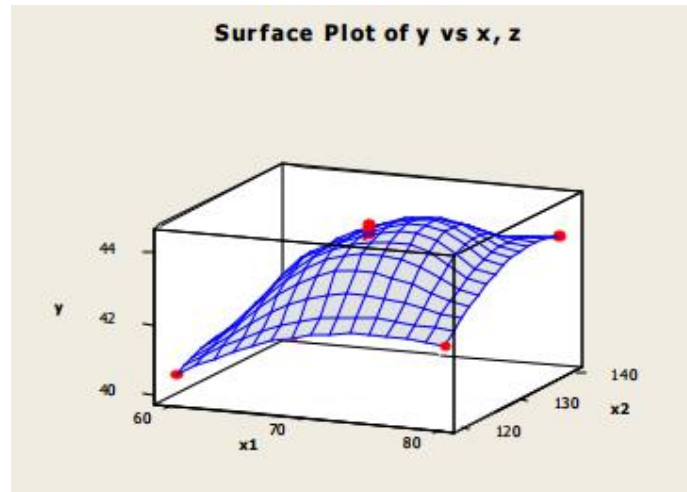


Figure 1.32 : Illustration d'une RSM en 3D

Plusieurs logiciels de traitement de données statistiques permettent d'utiliser cette méthode, dont Design of Expert V9, que nous avons choisi.

### III.3.2. Utilité d'un calcul statistique pour la prédiction et l'optimisation de la géométrie du dépôt

Plusieurs études se sont intéressées à la méthode ANOVA pour prédire l'influence de chaque paramètre de rechargement sur la géométrie finale du dépôt. Cela permet un gain de temps expérimental considérable. Pour l'analyse de l'impact des paramètres de rechargement sur du TA6V avec une poudre à base du même métal, on peut citer les travaux de Sun et Hao (Sun and Hao, 2012). En effet, ils ont utilisé cette méthode et ont présenté des résultats en bonne corrélation avec l'expérience (coefficient de régression linéaire  $R^2$  de 0,87). De plus, l'écart entre les coefficients appelés *adjusted  $R^2$*  et *predicted  $R^2$*  doit être au maximum de 0,2, critère respecté ici. Cela représente une indication de l'accord entre les valeurs calculées et mesurées. Ces coefficients ont le même rôle que  $R^2$ .

D'autres études, comme celle de Saqib et al. (Saqib et al., 2014), ont démontré que l'utilisation du modèle n'a pas permis d'obtenir un résultat significatif. En effet, la méthode ANOVA peut parfois conduire à des résultats non représentatifs des données expérimentales. Il a notamment été observé qu'un coefficient  $R^2$  de 0,67 était insuffisant pour considérer une adéquation entre le modèle ANOVA et la réalité. Lin (Lin, 2015) a couplé la méthode ANOVA avec un plan d'expériences Taguchi (plan fractionnaire), permettant de sélectionner les couples de possibilité les plus représentatifs pour les réponses qui l'intéressaient. Cela lui a permis d'obtenir des résultats en accord avec la réalité avec  $R^2=0,95$ .

### III.3.3. Effet des paramètres de rechargement sur la géométrie du dépôt

L'influence des paramètres de rechargement (puissance, vitesse et débit de poudre) sur la géométrie du cordon doit être considérée pour comprendre et prédire leur impact. C'est pour cela que l'utilisation de la méthode ANOVA peut être intéressante.

#### La hauteur de dépôt finale

Sur la figure 1.26, la hauteur  $H$  représente la distance entre la surface du substrat et l'extrême surface du dépôt pour le rechargement d'une poudre en Ti6Al4V sur le même substrat (Sun and Hao, 2012).  $W$  représente la largeur du cordon. Dans ces travaux, l'influence des trois principaux paramètres procédés : puissance laser (W), vitesse d'avance laser (mm/min) et débit de poudre (g/min) sur  $H$  et  $W$  a été présentée. Pour réaliser les rechargements, des puissances laser variant entre 400 et 600W, des vitesses entre 500 et 700 mm/min et des débits entre 30 et 60 g/min ont été utilisés.

Les auteurs ont remarqué que pour une puissance donnée, la hauteur du cordon diminue avec l'augmentation de la vitesse et au contraire augmente avec l'augmentation du débit de poudre (Figure 1.33). Cela s'explique par le fait qu'imposer une vitesse élevée entraîne une fusion d'une quantité de poudre moins importante et par conséquent, une hauteur de cordon plus faible. Ils ont aussi mis en évidence que la puissance avait une influence plus complexe. On observe que de 400 (codé à -1 sur la figure 1.33) à 500W (codé à zéro sur la figure 1.33), l'augmentation de la puissance entraîne la diminution de la hauteur. Cependant, à partir de 500W, cette tendance s'inverse. Ils expliquent cela par une quantité d'énergie qui est initialement trop importante par rapport à la taille du bain de fusion, et donc la poudre fondue aura tendance à s'étaler en dehors de ce bain. Au-delà de 500W, la taille de la ZD sera supérieure et permettra donc une augmentation de la hauteur du cordon.

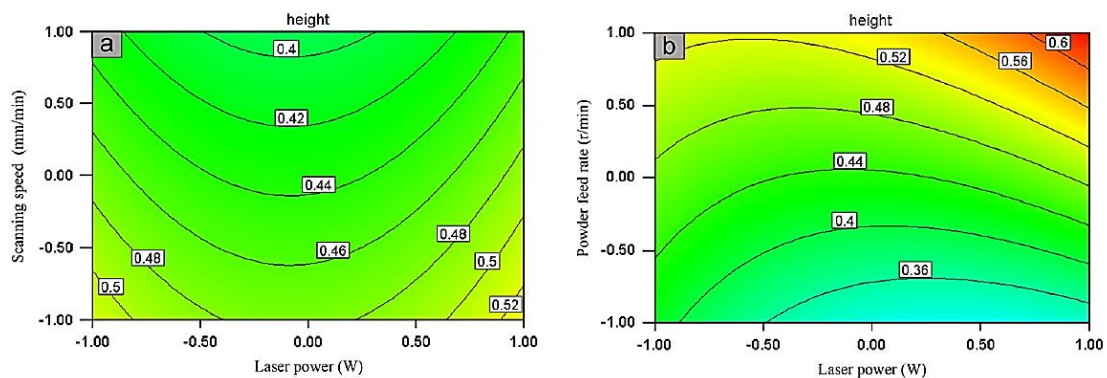


Figure 1.33 : Courbes d'influence des paramètres de rechargement sur la hauteur du cordon : Influence (a) du couple vitesse/puissance et (b) du couple débit de poudre/puissance (Sun and Hao, 2012)

D'autres travaux (de Oliveira et al., 2005) confortent ces conclusions. Ces auteurs ont observé après un rechargement de poudre à base de Ni sur un substrat en acier faiblement allié C45 qu'en augmentant la vitesse, on diminue la hauteur de dépôt (Figure 1.34). La diminution du débit de poudre entraîne le même comportement. En travaillant avec des

vitesse plus élevées (et en utilisant plusieurs puissances), Ocelik et al. (Ocelik et al., 2014) ont pu observer que la puissance n'a pas une influence significative sur la hauteur.

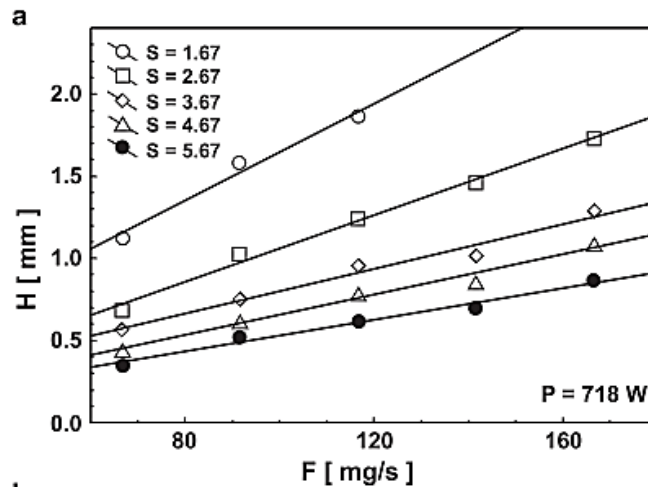


Figure 1.34 : Évolution de la hauteur de cordon en fonction de la vitesse de rechargement ( $S$ ) et du débit de poudre ( $F$ ) (de Oliveira et al., 2005)

Peyre et al. (Peyre et al., 2008) ont relié la hauteur du dépôt au débit de poudre ainsi qu'à la vitesse de rechargement :

$$H = \frac{D_m^*}{\rho} \cdot \frac{D_S}{v} \quad (1.15)$$

avec  $H$  la hauteur du cordon [m],  $D_m^*$  le débit de poudre surfacique [ $\frac{\text{kg}}{\text{m}^2\text{s}}$ ] qui correspond au débit de poudre massique divisé par la surface de dépôt (spot laser),  $D_S$  est le diamètre de spot [m],  $\rho$  la masse volumique du Ni [ $\frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$ ], et  $v$  la vitesse d'avance laser [ $\frac{\text{m}}{\text{s}}$ ]. Cette équation démontre bien que la puissance n'a pas d'influence sur l'évolution de la hauteur du dépôt.

#### La largeur finale de dépôt

Sun et Hao (Sun and Hao, 2012) ont observé grâce à la figure 1.35 qu'une puissance laser élevée et un faible débit entraînent une forte valeur de la largeur du cordon (représentée par  $W$  sur la figure 1.26). En effet, une forte puissance laser entraîne une absorption importante de l'énergie du laser par le substrat et le dépôt, et par conséquent un bain de fusion plus important est formé. Cela entraîne une largeur de cordon plus élevée. Par ailleurs, une forte puissance, combinée à une faible vitesse, entraîne une forte largeur. Celle-ci est due à une grande concentration d'énergie sur la poudre qui lui permet de s'étendre.

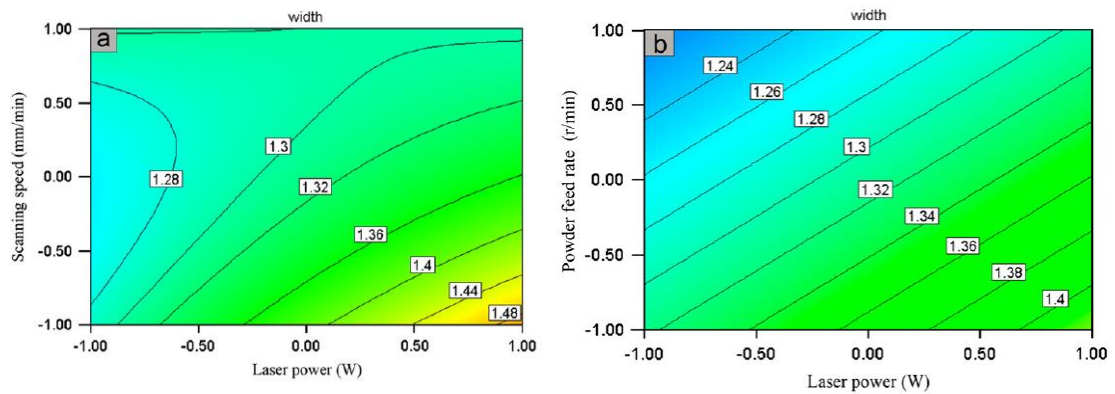


Figure 1.35 : Courbes d'influence des paramètres de rechargement sur la largeur du cordon : Influence (a) du couple vitesse/puissance et (b) du couple débit de poudre/puissance (Sun and Hao, 2012)

Ming et al. (Ming et al., 1998) ont trouvé des résultats similaires sur la géométrie d'un rechargement par laser CO<sub>2</sub> en déposant une poudre fondue à base de nickel sur un substrat en acier faiblement allié (AISI 1020) avec une puissance de 1650 W.

De Oliveira et al. (de Oliveira et al., 2005) ont également observé qu'en augmentant la vitesse, on diminue la largeur d'un dépôt à base de nickel sur un substrat en acier faiblement allié C45 (Figure 1.36). Ceci s'explique par le fait qu'à forte vitesse, la densité de poudre déposée est moins importante, ce qui entraîne une largeur de cordon plus faible. De plus, il a été observé que la largeur augmente avec la puissance. L'augmentation de la puissance entraîne une augmentation de la densité d'énergie conduisant à l'augmentation du bain de fusion, d'où l'augmentation de la largeur.

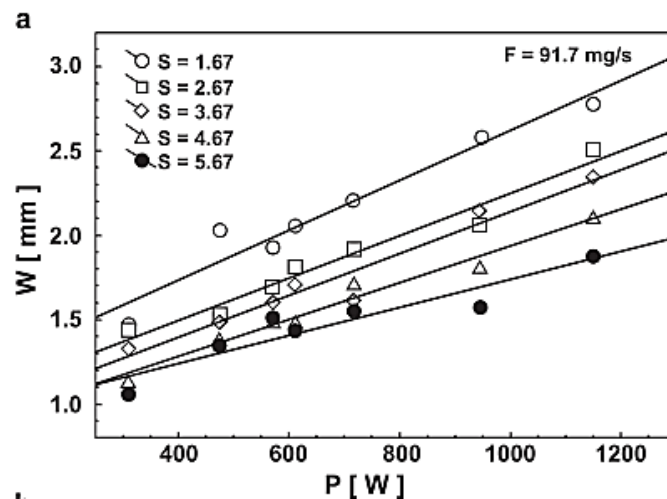


Figure 1.36 : Évolution de la largeur d'un cordon de Ni en fonction de la puissance ( $P$ ) et de la vitesse de rechargement ( $S$ ) (de Oliveira et al., 2005)

#### IV. Conclusion : bilan et objectifs de la thèse

Le rechargement par laser est, en tant que technique de fabrication additive, un procédé qui présente un réel intérêt dans le secteur industriel et tout particulièrement dans le domaine verrier. Cette technique permet un gain énergétique, un gain de temps de cycle (pas de préchauffage du moule avant rechargement) et un gain de durée de vie du moule.

Des chercheurs se sont intéressés à l'impact des paramètres de rechargement sur la zone de dilution ainsi que sur la géométrie du cordon (hauteur et largeur). Concernant la dilution, de nombreuses contradictions existent dans la bibliographie. Les auteurs ne se sont pas mis d'accord sur l'effet de la vitesse de rechargement sur la profondeur de la zone de dilution.

Concernant la géométrie du cordon, les études ont montré que la densité de poudre a un rôle très important dans l'évolution de ces paramètres géométriques au travers de la vitesse d'avance laser ainsi que du débit de poudre. La puissance a une influence surtout sur la largeur du cordon.

Les auteurs ont aussi observé l'impact du rechargement sur la microstructure des dépôts (morphologies de solidification) et du substrat (ZAT). Ils ont pu mettre en évidence dans le cas d'un dépôt de nickel et/ou de cobalt sur un substrat à base de cuivre que la taille des grains est plus grande dans la ZAT que loin de l'interface (Balou et al., 2015), entraînant une diminution de la dureté et donc *a fortiori* de la résistance mécanique. Concernant les substrats en fonte à graphite lamellaire, il a été montré par plusieurs chercheurs que le rechargement entraîne la formation de phases métastables telles que la martensite et la lédéburite (liée à la présence de Si) pouvant être à l'origine d'une fissuration.

Malgré tous ces travaux, nous n'avons pas trouvé d'études s'intéressant à l'existence d'une dilution minimale qui permettrait d'assurer l'adhésion dépôt/substrat sans pour autant altérer le substrat par une forte ZAT. Par ailleurs, à notre connaissance, seules des géométries planes ont été traitées dans la littérature. De fait, un rechargement sur une surface curviligne (cas de la présente étude) pose questions. À partir de ces différentes constatations, les objectifs de la thèse ont donc été définis de la façon suivante :

- Appréhender les modifications microstructurales en fonction des paramètres de rechargement.
- Comprendre les mécanismes à l'origine d'une bonne adhésion dépôt/substrat.
- Optimiser les paramètres de rechargement de telle sorte à être sûr d'obtenir l'adhésion dépôt/substrat tout en respectant la géométrie du rechargement imposée par l'industriel.

CHAPITRE 2 : MATÉRIAUX, TECHNIQUES  
EXPÉRIMENTALES ET PLANS D'EXPÉRIENCES



## Chapitre 2 : Matériaux, techniques expérimentales et plans d'expériences

Dans ce chapitre, après avoir présenté les matériaux des substrats et du dépôt, le protocole de rechargement laser sera décrit. Les techniques expérimentales d'analyse de la microstructure et des propriétés mécaniques seront également détaillées. Enfin, une analyse statistique d'optimisation des paramètres de rechargement sera proposée.

### I. Les matériaux

Les compositions chimiques des matériaux constituant les moules et le métal d'apport sont données respectivement dans les tableaux 2.1, 2.2 et 2.3.

Tableau 2.1 : Composition chimique du Cu-Ni-Al (%m)

Éléments chimiques Cu-Ni-Al	Fe	Mn	Al	Ni	Zn	Pb	Sn	Si	Cu
(%m)	<1	0,5	8,5	15	8	<0,1	0,15	1	Base

Tableau 2.2 : Composition chimique de la fonte à Graphite Lamellaire (GL) (%m)

Éléments chimiques Fonte GL	C	Si	Mn	S	P	Fe
(%m)	2,5-4	1-3	0,2-1	0,02-0,25	0,02-1	Base

Tableau 2.3 : Composition chimique du métal d'apport

Éléments chimiques Poudre de Ni	Fe	Mn	B	C	Si	Cr	Ni
(%m)	1	0,1	1,7	0,5	2,5	0,3	Base

Les propriétés thermiques du matériau constituant le moule en termes de capacité calorifique et de conductivité thermique sont très importantes lors de la fabrication de bouteilles. Ces propriétés thermiques sont présentées dans le tableau 2.4.

Tableau 2.4: Propriétés thermiques des matériaux considérés

	Masse volumique $\rho$ (kg/m <sup>3</sup> )	Température de fusion $T_f$ (°K)	Capacité calorifique $C_p$ (J/kg/°K)	Conductivité thermique $k$ (W.K <sup>-1</sup> .m <sup>-1</sup> )	Chaleur latente $L_f$ (J/kg)	Dilatation thermique $\alpha$ (K <sup>-1</sup> )
Substrat Cu-Ni-Al	8700	1323	377	125	220000	18.10 <sup>-6</sup>
Substrat Fonte GL	7200	1135	460	50	207000	9.10 <sup>-6</sup>
Poudre Ni	8900	1728	440	90,9	298000	13.10 <sup>-6</sup>



Les valeurs élevées de capacité calorifique des deux types de moules (Cu-Ni-Al et fonte GL) vont permettre une absorption rapide de la chaleur du verre visqueux et donc un refroidissement sans formation de glaçures au niveau du verre (défauts verriers correspondant à des fissures initiées à partir de la surface). Le moule doit aussi posséder une forte conductivité thermique pour que sa surface en contact avec le verre ne subisse pas un échauffement trop important pouvant se traduire par du collage.

## II. Caractérisation du rechargement

### II.1. Protocole expérimental du rechargement laser

Le système, présenté sur la figure 2.1, est un dispositif robotisé qui se compose d'un laser de type Nd : YAG de longueur d'onde 1030 nm (Laser Trumpf Trudisk 12002, fibres : diamètre 600  $\mu\text{m}$ , tête : Trumpf LMD BEO70, collimation 150 mm, focale 220 mm ; robot : KUKA M710iC/70 R30iA) pouvant fournir une puissance allant jusqu'à 4000 W en régime continu. Le facteur de grandissement par rapport au diamètre de sortie de la fibre optique est égal à  $f/f_c$  avec  $f$  : la distance entre la lentille de focalisation et le point focal et  $f_c$  : la distance entre la lentille de collimation et la sortie de fibre. Soit un rapport de 1,47 (220/150). Ceci permet de calculer un diamètre focalisé de  $0,600 \times 1,47 = 0,88$  mm. Le robot est équipé d'une plateforme de commande numérique informatisée CNI 6 axes et d'un système d'alimentation coaxial multi-trémies de poudre (alimentation de poudre via la rotation d'un plateau d'aluminium d'épaisseur 5 mm). Le système de projection de poudre vers la zone d'interaction avec le laser est de type 3 jets (Figure 2.1b). Les paramètres constants durant tout le processus sont la distance buse-pièce ( $\approx 16$  mm), le débit de gaz porteur, l'hélium (4 litres/min) et celui de protection, l'argon (10 litres/min).

Le protocole de rechargement a fait l'objet d'une étude préalable qui a permis de fixer les paramètres process (Rege et al., 2016). La trajectoire principale du laser suit les arêtes intérieures de la pièce dans l'ordre suivant (Figure 2.2a) : segments circulaires 3 et 4 en une passe chacun, puis segments rectilignes 1 et 2 en deux passes successives (aller/retour). L'angle d'incidence du laser est de  $-20^\circ$  et  $+20^\circ$  par rapport à la normale des surfaces planes du moule et il varie de  $-35^\circ$  à  $+35^\circ$  sur les demi-cercles (Figure 2.2b). Sur les segments 1 et 2, la deuxième passe se fait en inclinant le laser de  $-15^\circ$  et  $+15^\circ$  (Figure 2.2b). Les essais ont été réalisés sur des moules de bague de diamètre interne 34 mm ( $d_1$  sur la figure 2.2a) et de diamètre externe 90 mm ( $d_2$  sur la figure 2.2b). La zone qui sera rechargée doit présenter une surface lisse ( $R_a < 3,2 \mu\text{m}$ ) et être dégraissée. La figure 2.3 permet d'observer un moule en Cu-Ni-Al durant son rechargement.

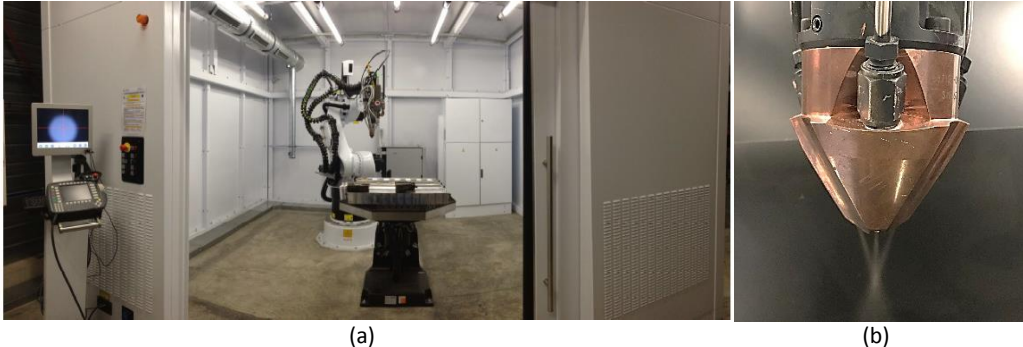


Figure 2.1 : (a) Cellule de rechargement laser CHPOLANSKY et (b) image du système d'arrivée de poudre 3 jets (Rege et Van Linden, 2016)

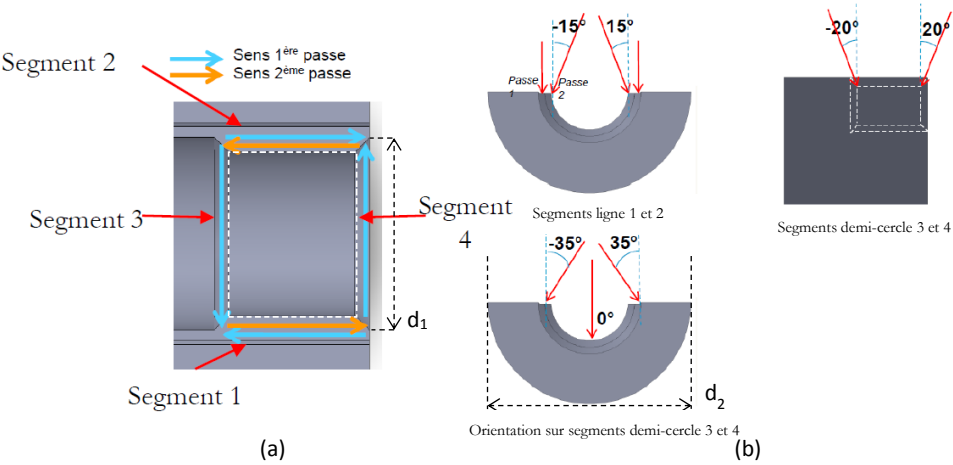


Figure 2.2 : Protocole de rechargement sur les moules de bague. (a) Trajectoire de rechargement (b) angles de rechargement (Rege et Van Linden, 2016)

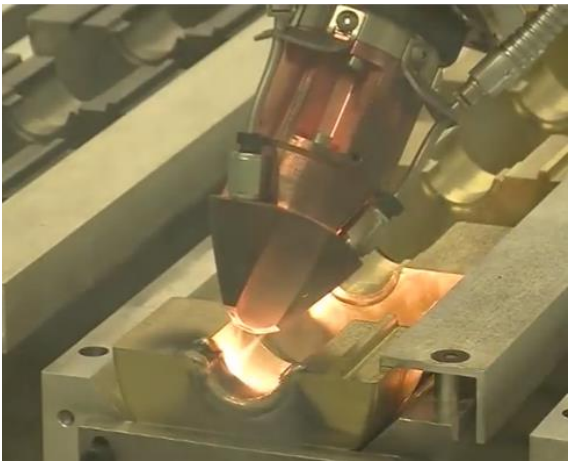


Figure 2.3 : Rechargement d'un moule de bague en Cu-Ni-Al (Rege et Van Linden, 2016)

## II.2. Laser cladding sur géométrie complexe

Le rechargement des zones curvilignes (col de la bouteille) est complexe à analyser et à comprendre car il s'agit d'un rechargement sur une géométrie non plane (Figure 2.4) pour les segments 3 et 4 (Figure 2.2b). Le laser divergent (distance entre le point focal du laser et le substrat égal à 24,6 mm) couvre toute la surface de la section à recharger tandis que le centre de la courbure est positionné au niveau du plan focal de la poudre (voir schéma descriptif figure 2.4a), le jet de poudre ayant un diamètre de 3,7 mm à cet endroit. Le rayon de courbure au centre de la zone de rechargement est de 2,1 mm (Figure 2.4b). La largeur totale  $L$  du dépôt doit être comprise entre 3,5 et 4,5 mm. La hauteur du cordon  $H$  (distance entre le centre de la courbure et la surface extrême du dépôt dans l'axe de la buse) quant à elle, doit être comprise entre 1,8 et 2,5 mm (Figure 2.5). En effet, pour être certain d'avoir suffisamment de matière après usinage, il est important de respecter ces préconisations dictées par les Etablissements CHPOLANSKY en termes de largeur et de hauteur.

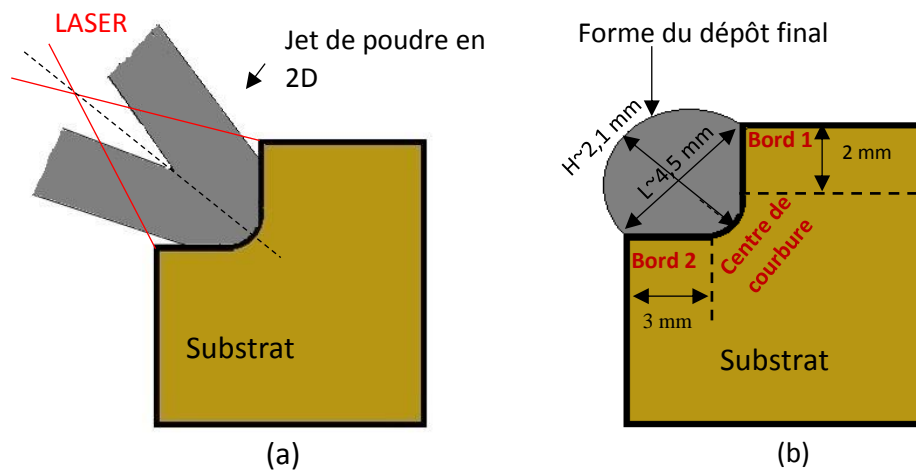


Figure 2.4 : (a) Schéma du rechargement sur la section de la zone curviligne (col) et (b) schéma de la géométrie souhaitée après rechargement.

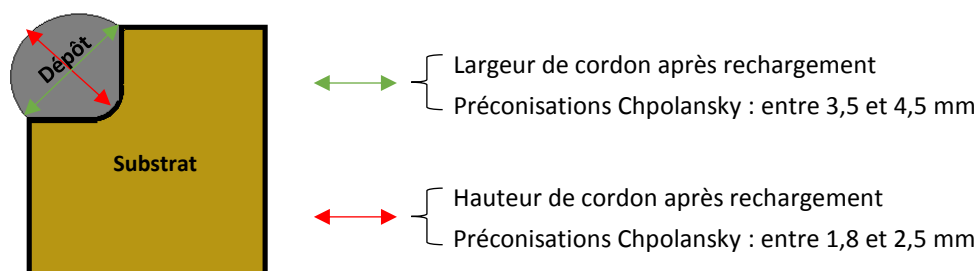


Figure 2.5: Schéma d'une section après rechargement par laser avec la méthode de mesure de la géométrie du cordon

## II.3. Préparation des échantillons

Après laser cladding, on obtient, figure 2.6, un moule de bague rechargé sur les zones sensibles du goulot (arêtes). Pour comprendre l'influence des paramètres de rechargement sur l'adhésion dépôt/substrat (accroche), une découpe a été réalisée au milieu des segments

3 et 4 (Figure 2.2a) comme décrit sur la figure 2.7. Cette zone a été choisie car des défauts d'accroche y ont été observés par la société CHPOLANSKY.

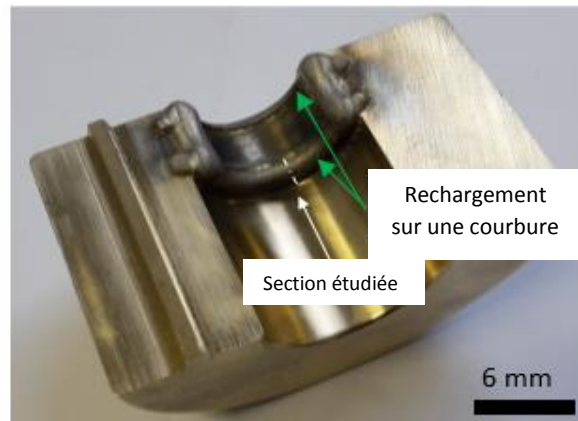


Figure 2.6 : Moule de bague après rechargement

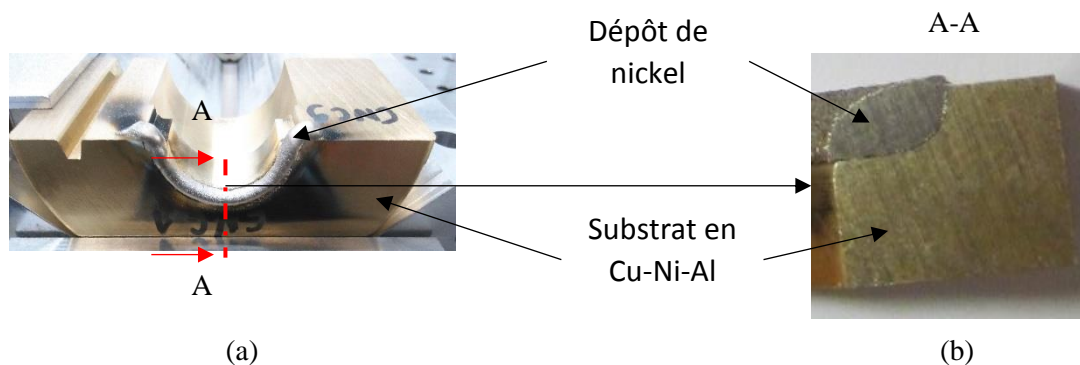


Figure 2.7 : Protocole d'analyse : (a) axe de coupe du segment 3 d'un échantillon rechargé et (b) section du dépôt/substrat.

L'échantillon découpé est ensuite préparé de différentes manières en fonction du substrat (à base de cuivre ou à base de fer) sur lequel le rechargement est réalisé et en fonction de la technique de caractérisation visée.

#### Cas de la préparation pour un dépôt sur substrat en Cu-Ni-Al

L'échantillon est enrobé dans une résine conductrice et subit un polissage mécanique sur disques SiC (jusqu'à 4000) puis sur feutres avec des solutions diamantées (3  $\mu\text{m}$  et 1  $\mu\text{m}$ ). À chaque changement de granulométrie, l'échantillon est nettoyé à l'éthanol dans un bain à ultrasons et séché à l'air comprimé. Ce polissage se poursuit sur polisseuse vibrante à l'OPS (silice colloïdale) pendant 10h. L'état de surface est alors suffisant pour les observations en MO (Microscopie Optique), en MEB (Microscope Electronique à Balayage) ainsi que pour les analyses chimiques en EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) et les analyses EBSD (Electron BackScatter Diffraction).

#### Cas de la préparation pour un dépôt sur substrat en fonte GL

Le début du protocole est le même jusqu'au feutre 1  $\mu\text{m}$ . À l'issue de ce polissage mécanique, il subsiste un écrouissage de surface que l'on doit minimiser pour pouvoir analyser

l'échantillon en EBSD. On réalise alors un électropolissage avec la solution AC2 de Struers. Cependant, les lamelles de graphite ne sont pas polies par cet électrolyte qui est adapté au fer et non au carbone. Pour supprimer cette rugosité de surface, un polissage mécano-chimique à l'OPS (silice colloïdale) supplémentaire a été réalisé pendant 35 minutes. La surface obtenue est alors moins rugueuse et permet les différentes analyses dont la plus délicate, l'analyse par EBSD.

Avant la caractérisation à l'échelle microscopique des échantillons, des analyses macrographiques ont été menées sur des cordons rechargés. Il s'agit notamment d'une analyse de contrôle non destructive qui est la radiographie neutronique.

#### II.4. Essai de radiographie neutronique

Une technique innovante d'étude macroscopique a été utilisée : la radiographie neutronique. C'est une méthode non destructive d'imagerie par transparence (de Novion et Ott, 2012). Elle fournit des résultats similaires à ceux de la radiographie par rayons X dont le principe est le suivant (Thiery, 2013) : un rayonnement incident d'intensité  $I$  traverse une quantité de matière d'épaisseur  $dx$ . Le faisceau transmis est atténué de l'intensité  $dI$  :

$$dI = I \cdot \mu \cdot dx \quad (2.1)$$

avec  $\mu$  le coefficient linéaire d'absorption (en  $\text{cm}^{-1}$ ). Cela conduit, après intégration, à la loi de Beer Lambert suivante (Thiery, 2013) :

$$I_x = I_0 \cdot e^{-\mu x} \quad (2.2)$$

avec  $I_0$  l'intensité du faisceau incident. Le signe est négatif car le rayonnement perd en intensité lors de la traversée de l'échantillon.

À contrario des rayons X, les rayonnements neutroniques permettent de détecter les éléments légers. Par exemple, les matières organiques à faible densité comme l'hydrogène, non perceptibles via un rayonnement X, sont détectables avec un rayonnement neutronique (de Novion et Ott, 2012).

Grâce à la neutronographie, une image en transmission est obtenue en plaçant le cordon à analyser entre la source neutronique, issue du réacteur Orphée (LLB, CEA de Saclay) et un système de détection de neutrons (Figure 2.8). L'atténuation du flux de neutrons est plus ou moins prononcée en fonction de la nature de la matière rencontrée (le nickel absorbe mieux les neutrons que le Cu-Ni-Al), donnant alors des différences de contraste permettant une analyse des objets.

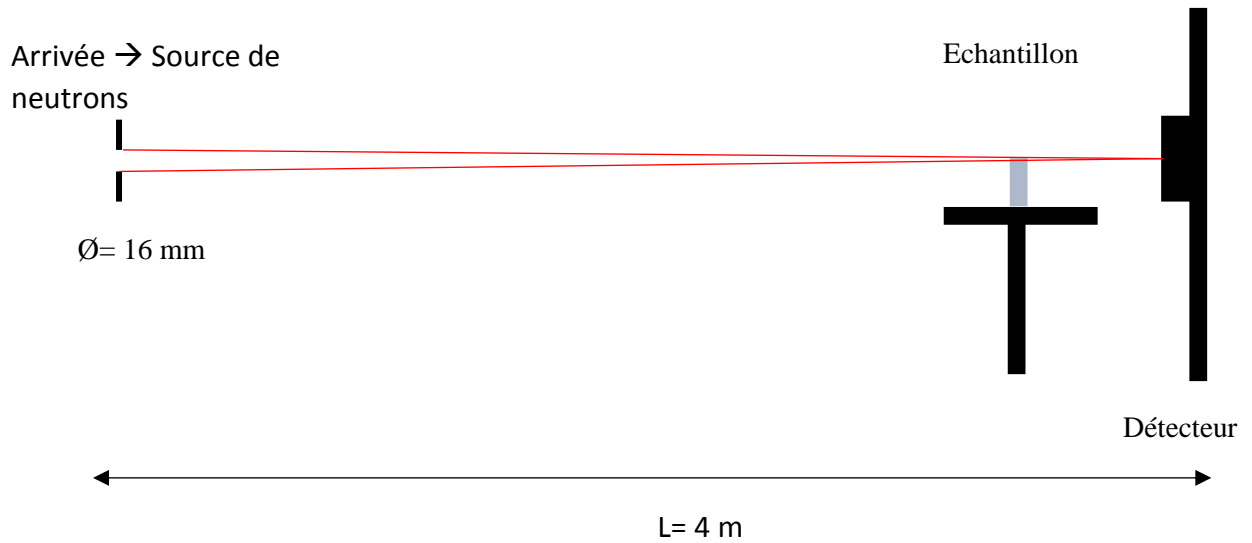


Figure 2.8 : Configuration géométrique de l'expérience de radiographie neutronique (de Novion et Ott, 2012)

Un échantillon est placé entre le détecteur et la source de neutrons à une distance de 4 m. Le rayonnement traverse cet échantillon et un détecteur permet d'enregistrer la radio émission des isotopes formés en continu. Il s'agit d'une analyse par activation de gammas prompts (AAGP), des rayons gamma rapide émis par les éléments absorbant le rayonnement de neutrons. L'utilisation des gammas prompts est une méthode bien adaptée aux éléments légers comme par exemple : H, B, Si, S, P, Cl, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe ... L'image à reconstruire est composée de  $m \times n$  pixels (Figure 2.9), affecté chacun d'un coefficient d'absorption  $\mu_{ij}$  ou d'une densité locale  $\rho_{ij}$ . L'intensité mesurée par le détecteur  $k$  quand le réseau de détecteurs est en position 1, soit  $I_{1k}$  (Figure 2.9), est telle que :

$$\ln\left(\frac{I_0}{I_{1k}}\right) \propto \sum_{ij} \rho_{ij} \quad (2.4)$$

Dans cette expression, la sommation porte sur l'ensemble des pixels de la surface en forme de bande (hachurée sur la figure 2.9) délimitée par la taille de la source et le détecteur élémentaire concerné.

Il en est de même pour toutes les positions successives (1 à  $n$ ) prises au cours des rotations relatives du couple source-détecteur par rapport à l'objet.

L'intensité  $I_{qp}$  mesurée par le détecteur  $q$  quand le réseau de détecteurs est en position  $p$ , est telle que :

$$\ln\left(\frac{I_0}{I_{qp}}\right) \propto \sum_{ij} \rho_{i'j'} \quad (2.5)$$

Ici, la nouvelle sommation prend en compte les pixels de la seconde bande hachurée de la figure 2.9.

On établit ainsi un système d'équations linéaires dans lequel le logarithme des intensités est déduit des mesures et les  $\rho_{ij}$  représentent les inconnues à déterminer. Une inversion de matrice doit permettre, en principe, d'exprimer ces inconnues en fonction des intensités mesurées, à condition que le système admette une solution, ce qui suppose au

préalable que le nombre de grandeurs mesurées soit égal au nombre d'inconnues. Cela impose  $n$  positions angulaires distinctes (pour obtenir une image de  $m \times n$  pixels avec un réseau de  $m$  détecteurs), soit un pas de variation angulaire  $\Delta\theta = 180^\circ/n$ . L'échantillon tourne de  $180^\circ$  autour de sa normale (à raison de  $1^\circ/s$ ).

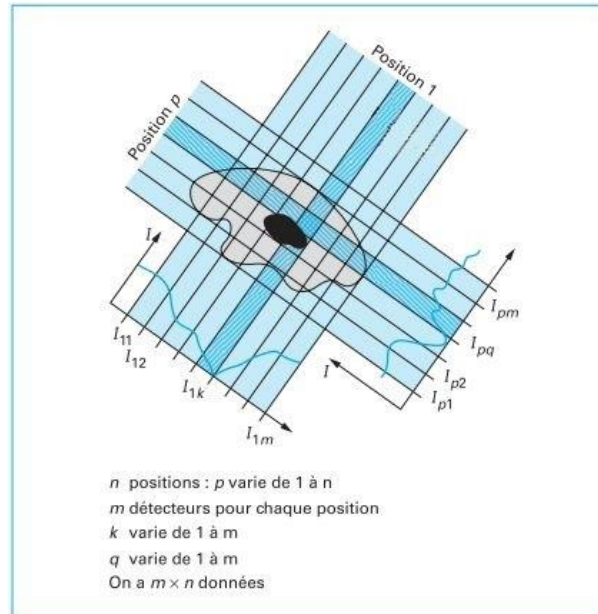
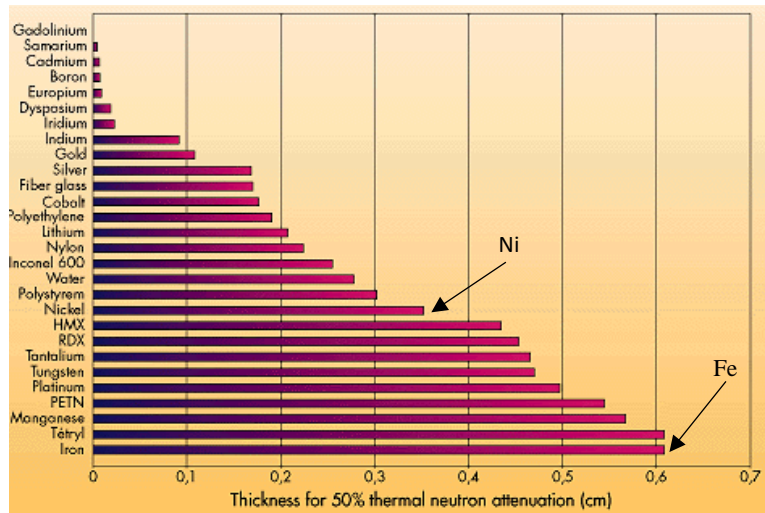
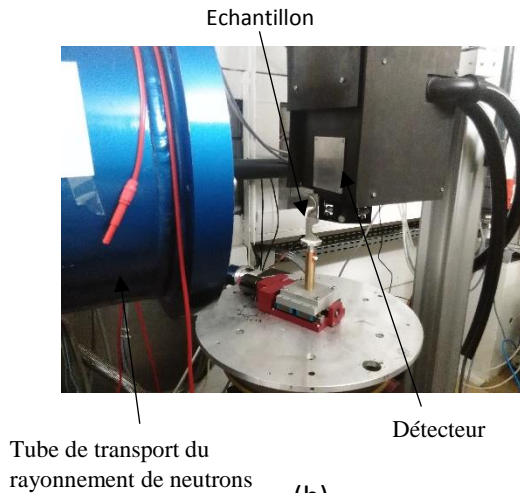


Figure 2.9 : Principe général de la reconstruction d'un échantillon (Thiery, 2013)

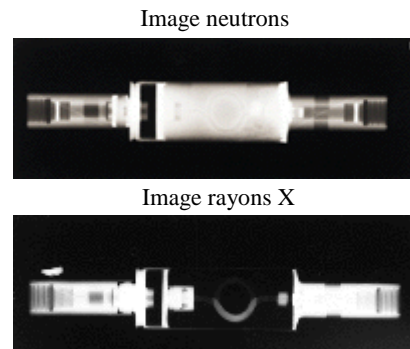
L'image obtenue est donc récupérée par tranche puis reconstruite en 2D ou 3D grâce à un algorithme adapté. Cette approche nous a permis d'obtenir une représentation 3D du cordon déposé.



(a)



(b)



(c)

Figure 2.10 : (a) Classification de différents matériaux en fonction de leur pouvoir absorbant vis-à-vis d'un faisceau de neutrons, (b) Montage expérimental utilisé et (c) Image d'un relais retard ARIANE obtenue avec des rayons X et avec des neutrons (de Novion et Ott, 2012)

D'après la figure 2.10a, le nickel est très absorbant, tout comme le fer. Cela permet donc une analyse en détail des défauts potentiellement observable en leur sein. La figure 2.10b présente une photo de l'expérience réalisée, avec un grand tube cylindrique bleu permettant l'acheminement des neutrons. À l'intérieur se trouve un tube de verre (matériau transparent aux neutrons) pour transporter les neutrons. L'échantillon est placé entre le détecteur à droite et le tube bleu à gauche. La figure 2.10c montre deux images de relais retard d'Ariane acquises respectivement par neutronographie et par radiographie X. Il est composé d'un explosif contenu dans une enveloppe en acier. La radiographie X ne permet pas de voir l'explosif (partie claire dans la radiographie neutrons). Au contraire, la neutronographie permet de détecter des fissures de 0,1 mm de large dans les charges explosives.



### II.5. Caractérisation de la microstructure au Microscope Optique (MO)

Le cordon a été sectionné et préparé afin d'être observé au microscope optique. Il s'agit d'un microscope OLYMPUS PMG 3 avec des grossissements allant de X5 à X100.

### II.6. Les diverses analyses au Microscope Electronique à Balayage (MEB)

Le microscope électronique à balayage (MEB) a été utilisé pour approfondir l'analyse microstructurale de la section des cordons de recharge. Il a pour but de créer des interactions entre le faisceau d'électrons dits primaires et la matière (Figure 2.11), provoquant diverses émissions électroniques et électromagnétiques. En conséquence, différentes informations peuvent être obtenues sur l'échantillon suivant les émissions analysées.

Les microscopes électroniques à balayage utilisés au laboratoire sont deux MEB-FEG (Field Emission Gun), un Zeiss SUPRA 55 VP et un Zeiss SIGMA HD.

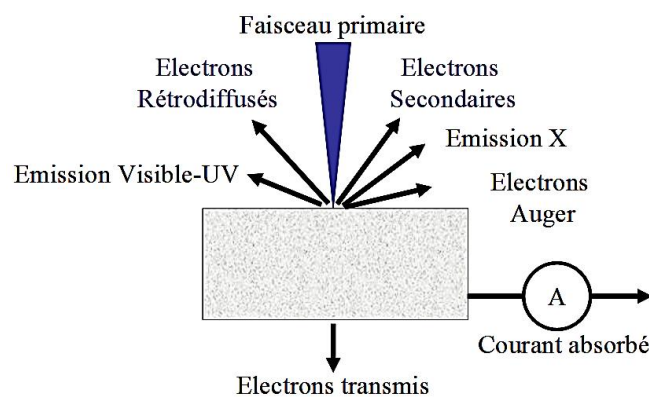


Figure 2.11 : Effet d'un faisceau d'électrons sur une cible (Charlot et Jonnard, 2008)

### Imagerie en MEB

Les électrons secondaires sont éjectés par les électrons primaires. Ils ont une faible énergie (<50 eV) et peuvent donc facilement être captés par un détecteur polarisé. Les aspérités de surface changent alors sensiblement le nombre d'électrons collectés et cela permet d'observer la topographie d'un échantillon assez aisément.

Les électrons rétrodiffusés, qui sont des électrons primaires ayant réagi quasi-élastiquement avec les noyaux des atomes de l'échantillon et qui sont réémis hors de l'échantillon, peuvent aussi être détectés. Ils ont une énergie élevée (majoritairement proche de l'énergie des électrons incidents). Ces électrons sont sensibles au numéro atomique (Z) des éléments chimiques de l'échantillon et sont plus nombreux lorsque Z est plus élevé. Ainsi, il est possible de visualiser le contraste chimique dans un échantillon multiphasé. De plus, l'intensité de ces électrons est sensible à l'orientation du réseau cristallin, il est donc possible d'observer un contraste cristallographique.

Analyse par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)

Les MEBs sont équipés d'un système d'analyse EBSD. Dans les matériaux cristallins, certains électrons primaires diffusant dans l'échantillon peuvent être en condition de diffraction avec une famille de plans {hkl} selon la relation de Bragg :

$$2d_{hkl}\sin\theta = \lambda \tag{2.6}$$

où  $\lambda$  est la longueur d'onde ;  $d_{hkl}$  la distance inter-réticulaire d'une famille de plans {hkl} et  $\theta$  est le demi-angle de déviation (moitié de l'angle entre le faisceau incident et la direction du détecteur).

Chaque famille de plans diffracte alors les électrons dans toutes les directions et certains d'entre eux se retrouvent en conditions de Bragg vis-à-vis de certaines familles de plans en formant deux cônes très élargis. Ces cônes sont alors interceptés par un écran de phosphore et forment une paire de lignes (une par cône), ce sont les lignes de Kikuchi. Le cliché obtenu montre les lignes de Kikuchi (Figure 2.12) correspondant à un certain nombre de plans cristallins puisqu'une paire de lignes correspond à la trace sur l'écran des plans diffractants (Baudin, 2010).

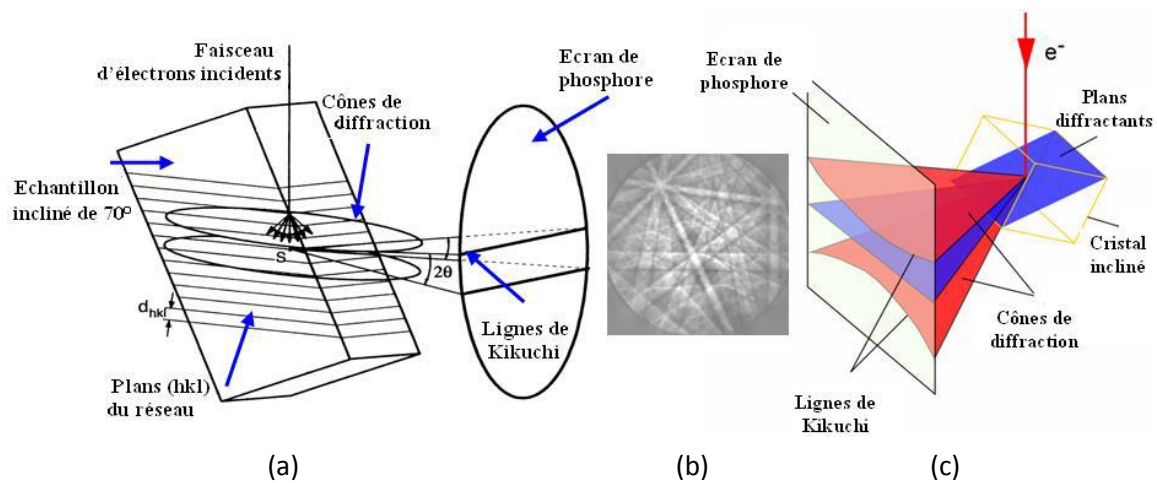


Figure 2.12 : Illustration de la formation des diagrammes de Kikuchi (a) Schéma de l'inclinaison de l'échantillon par rapport à l'arrivée du faisceau d'électrons (b) lignes de Kikuchi obtenues (c) schéma de l'arrivée des électrons sur un cristal (Baudin, 2010)

Le système d'indexation sélectionne plusieurs bandes d'un cliché et compare les angles qu'elles forment entre elles avec ceux d'une base de données, ce qui permet de trouver l'orientation du cliché. Il est donc possible de mesurer l'orientation de chaque point indexé et de reconstituer ainsi la microstructure permettant de déterminer si celle-ci est plutôt déformée ou recristallisée, à gros grains ou à grains fins, .... Les analyses microstructurales sont par la suite effectuées avec le logiciel OIM™.

EDS - Analyse par spectroscopie à dispersion d'énergie

Les rayons X sont aussi issus de l'interaction électron-matière. Un électron primaire peut également ioniser un atome en éjectant un électron appartenant aux couches électroniques internes. Un électron d'une couche plus externe peut alors prendre la place vacante en émettant un photon, un rayon X. L'énergie de ce photon est liée à la nature chimique de l'atome ; ainsi il est possible d'effectuer une analyse chimique de l'échantillon. L'acquisition des points peut se faire en mode ponctuel, sur une ligne ou bien sur toute une surface.

Pour notre étude, les points d'analyse chimique de type EDS sont réalisés en ligne de part et d'autre de l'interface dépôt/substrat à une distance de 150  $\mu\text{m}$  avec un pas de 1  $\mu\text{m}$  (Figure 2.13).

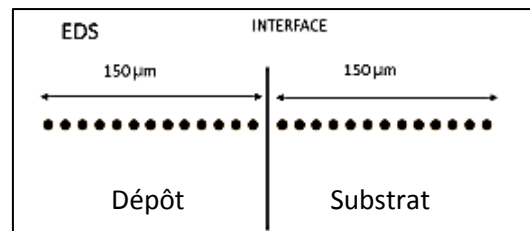


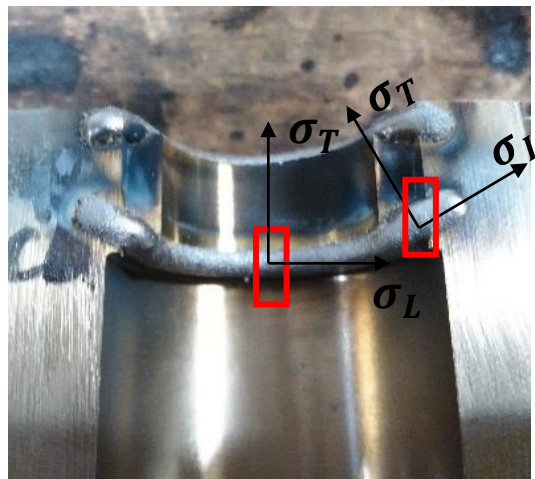
Figure 2.13 : Schéma du protocole d'analyse de la composition chimique

## II.7. Caractérisation des contraintes résiduelles

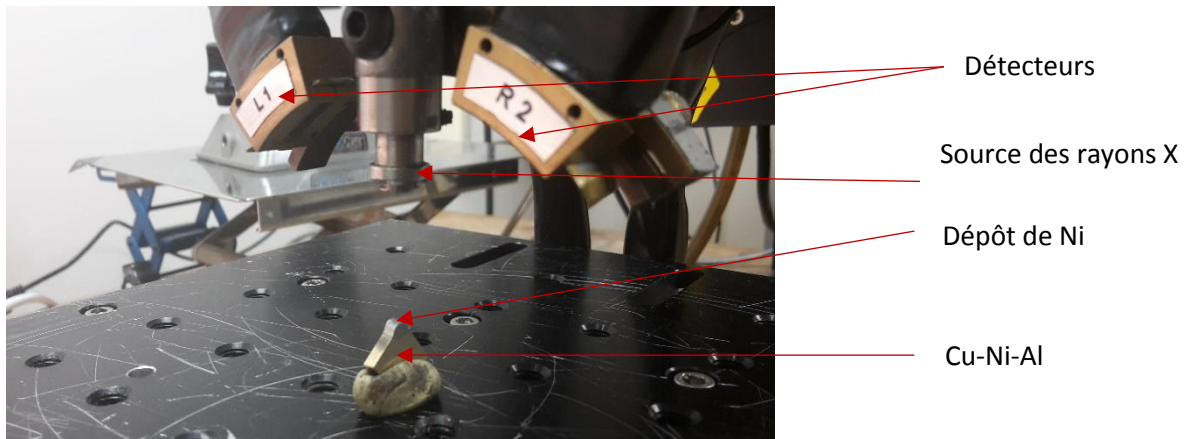
La mise en forme des pièces mécaniques peut engendrer des contraintes internes dites « contraintes résiduelles » (contraintes macroscopiques d'ordre I (Villanova, 2012)) à cause de l'incompatibilité élasto-plastique. Les contraintes de traction sont généralement dangereuses car elles facilitent la propagation des fissures et peuvent être à l'origine de la rupture des matériaux et des structures ; les contraintes de compression sont, à l'inverse, bénéfiques et souvent introduites volontairement par certains traitements comme le grenailage ou le galetage afin de durcir la surface des matériaux et d'améliorer leur tenue à la fatigue (Rege et Van Linden, 2016). Plusieurs techniques expérimentales non destructives permettent de mesurer les déformations résiduelles et donc de calculer les contraintes résiduelles dans les matériaux (CETIM, 2014). La diffraction des rayons X a été utilisée dans la présente étude.

La détermination des contraintes résiduelles dans le dépôt (poudre fondue à base de nickel) a été réalisée par la méthode classique des  $\sin^2\Psi$  (François, 2012) (détaillée dans l'annexe B1) au centre du cordon curviligne et à son extrémité (Figure 2.14a).

Lorsque les rayons X arrivent sur l'échantillon (avec les conditions décrites sur la figure 2.14b), après diffraction, deux détecteurs récupèrent l'information sur le pic de diffraction  $d_{331}$  de la famille de plans  $\{331\}$  du nickel. Des mesures de déformation ont permis de calculer les contraintes transverses ( $\sigma_T$ ) et longitudinales (axe du cordon)( $\sigma_L$ ) (Figure 2.14a).



(a)



(b)

Figure 2.14 : Protocole de mesure des déformations résiduelles. (a) Zones d'études : zone centrale et zone à l'extrémité de la courbure du moule et (b) disposition de l'échantillon lors de l'expérience

Les analyses ont été réalisées en surface de chaque zone sans préparation spécifique. La profondeur analysée par le faisceau de rayons X est de l'ordre de  $10\ \mu\text{m}$  (raie  $K\alpha$  du cuivre, sous une tension de 20kV et un courant de 4 mA avec une absorption de 63% de l'intensité incidente). Les conditions de diffraction ainsi que les constantes d'élasticité (module d'Young et coefficient de poisson) sont résumées dans le tableau 2.5.

Tableau 2.5 : Conditions opératoires pour l'acquisition des pics de diffraction et constantes utilisées pour l'évaluation des contraintes par la méthode des  $\sin^2\psi$

Angle d'inclinaison $\psi$ (°)	[-37,5 ; 37,5]
Surface du collimateur (mm)	4
Nombre d'acquisitions	22
Angle de diffraction $2\theta$ (°)	$\approx 145$
Intervalle de balayage en $2\theta$ (°)	145 ; 145,20
Pas (°)	$\pm 18$
Pas de temps (s)	60
Module d'Young (GPa)	198
Coefficient de poisson $\nu$	0,3
<b>Constantes d'élasticité radio cristallographiques utilisées dans le calcul</b>	
$\frac{1}{2} S_2 \{331\} = 7,09 \times 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$ ; $\frac{1}{2} S_1 \{311\} = -1,65 \times 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$	

## II.8. Mesures de micro-dureté Vickers

Des mesures de dureté ont été réalisées dans le dépôt et le substrat (Figure 2.15).

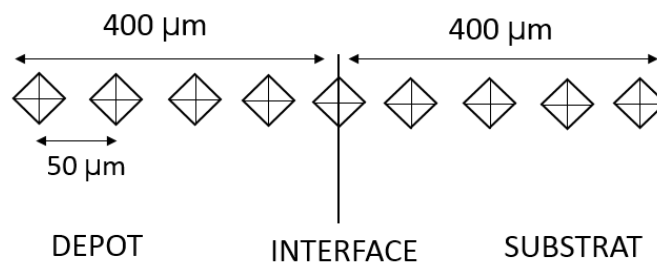


Figure 2.15 : Schéma d'une filiation de dureté au niveau de l'interface dépôt/substrat

17 mesures de dureté, espacées de 50  $\mu\text{m}$ , ont été réalisées de part et d'autre de l'interface. Pour ce faire, une charge de 0,1 Kgf a été utilisée durant 15 s. Ces mesures ont été répétées trois fois afin de déterminer une valeur moyenne.

## II.9. Détermination de la géométrie du dépôt par ImageJ

Une mesure de la section du dépôt a été réalisée pour certains échantillons dans le but de calculer l'énergie linéique nécessaire à la fusion du dépôt. ImageJ est un logiciel de traitement d'image *multi-plateforme* et *open source*. Il a été développé par les *National Institutes of Health* en 1987 et permet notamment, à partir d'une image, de sélectionner la zone d'intérêt, de réaliser un contraste de niveaux de gris et ainsi de quantifier des objets microstructuraux (Figure 2.16).

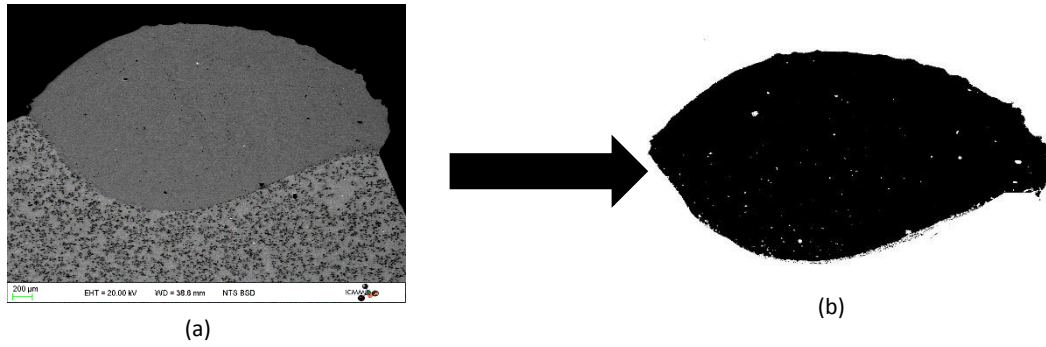


Figure 2.16 : (a) Image MEB d'une section de dépôt de Ni sur un substrat Cu-Ni-Al et (b) image du dépôt isolé pour mesurer sa surface

Grâce à cette technique il est possible de mesurer la surface du dépôt à 4% d'erreur près. Cet outil permettra aussi par la suite de mesurer la hauteur  $H$  (mesurée dans l'axe de la buse) et la largeur  $L$  du cordon après rechargement comme décrit sur la figure 2.17.

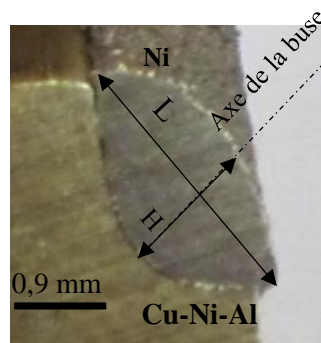


Figure 2.17 : Mesure de la largeur  $L$  et de la hauteur  $H$

## II.10. Méthode de caractérisation de l'accroche

L'accroche est caractérisée par une adhésion entre le dépôt et le substrat à l'échelle du microscope optique dans la section du dépôt (Figure 2.17). Cette adhésion est nécessaire pour garantir la tenue mécanique du dépôt et en conséquence, permettre l'usinage ultérieur du moule. Parmi les échantillons qui adhèrent, certains ne présentent pas une accroche parfaite, continue, dans toute la section. La figure 2.18 permet de présenter les critères qualitatifs de caractérisation de l'accroche : parfaite accroche (Figure 2.18a), accroche partielle (Figure 2.18b) ou absence d'accroche (Figure 2.18c).

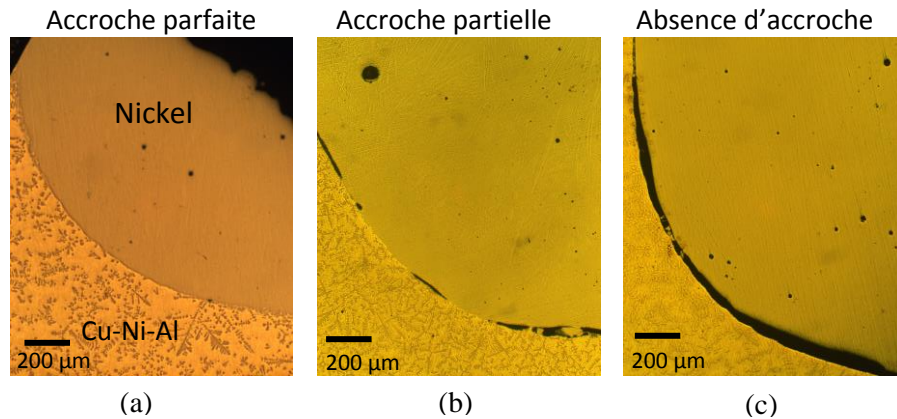


Figure 2.18 : Critères d'adhésion dépôt/substrat. (a) Cas où l'accroche est présente dans toute la section, (b) accroche partielle avec des zones sans adhésion et (c) échantillon ne présentant pas d'accroche

Pour quantifier cette qualité d'accroche (car cela sera utile pour le plan d'expériences de Taguchi), trois valeurs sont affectées à ces états : 1 pour l'accroche parfaite, 2 pour l'accroche partielle et 3 lorsqu'il n'y a pas d'accroche. Une accroche est considérée comme partielle lorsque les zones présentant des défauts d'accroche constituent plus de 15 % de l'interface dépôt/substrat à l'échelle présentée sur la figure 2.18.

### III. Plans d'expériences

Durant la thèse, deux substrats de Cu-Ni-Al et de fonte GL ont été rechargés avec une poudre de nickel. La puissance de rechargement étant différente pour les deux matériaux, il a fallu réaliser un plan d'expériences distinct pour chaque couple considéré. Le but du plan d'expériences est d'observer l'influence des paramètres de rechargement sur l'accroche et sur la géométrie du cordon final.

#### III.1. Plan de Taguchi

Le plan d'expériences de Taguchi est une méthode statistique très utilisée dans l'industrie. Son but est de limiter au maximum le nombre d'essais. Pour comprendre son fonctionnement, les termes suivants sont à retenir : le terme « facteur » désigne les paramètres à analyser (puissance, vitesse du laser, débit de poudre et diamètre de spot) et celui de « niveau » concerne les valeurs que prend chaque facteur. La construction des tables de Taguchi est notée de la façon suivante pour des facteurs possédant le même nombre de niveaux :  $L_T(n^C)$  avec  $n$  le nombre de niveaux,  $T$  le nombre d'essais et  $C$  le nombre de facteurs. Pour représenter les effets de chaque paramètre, le modèle s'appuie sur le système matriciel suivant (Delplanque, 2011) :

$$(Y) = (X) * (A) \quad (2.7)$$

avec  $(Y)$  le vecteur des  $T$  réponses expérimentales ( $T$  essais permet d'obtenir  $T$  réponses),  $(X)$  la matrice carrée du modèle, composée des colonnes des niveaux des facteurs et de leur couplage et  $(A)$  le vecteur des effets moyens (à déterminer).



Comme nous avons 4 facteurs, il aurait fallu réaliser en tout  $T=5^4=625$  essais pour avoir toutes les combinaisons possibles en considérant 5 niveaux par facteur.

Avec un plan d'expériences de Taguchi à 5 niveaux par facteur, 25 essais sont suffisants pour pouvoir représenter les effets des paramètres sur l'accroche et la géométrie du cordon avec une table  $L_{25}(5^6)$  pour un maximum de 6 facteurs (Figure 2.19). Au-delà de 6 facteurs, il est nécessaire de changer de table en réalisant plus d'essais. Les colonnes représentées par les lettres A à F sont les facteurs et chaque facteur doit obligatoirement avoir 5 niveaux pour que le modèle fonctionne (Sabre, 2014). Dans notre cas, 4 facteurs à 5 niveaux ont été pris en compte : la puissance laser P (W), la vitesse d'avance du laser v (mm/s), le débit de poudre D (g/min) et le diamètre du spot laser  $D_s$  (mm).

Niveau 1 du facteur A

Facteurs

Nombre d'essais

	A	B	C	D	E	F
1	1	1	1	1	1	1
2	1	2	2	2	2	2
3	1	3	3	3	3	3
4	1	4	4	4	4	4
5	1	5	5	5	5	5
6	2	1	2	3	4	5
7	2	2	3	4	5	1
8	2	3	4	5	1	2
9	2	4	5	1	2	3
10	2	5	1	2	3	4
11	3	1	3	5	2	4
12	3	2	4	1	3	5
13	3	3	5	2	4	1
14	3	4	1	3	5	2
15	3	5	2	4	1	3
16	4	1	4	2	5	3
17	4	2	5	3	1	4
18	4	3	1	4	2	5
19	4	4	2	5	3	1
20	4	5	3	1	4	2
21	5	1	5	4	3	2
22	5	2	1	5	4	3
23	5	3	2	1	5	4
24	5	4	3	2	1	5
25	5	5	4	3	2	1

Figure 2.19 : Organisation d'un plan de Taguchi en 25 essais

### III.2. Plan d'expériences de Taguchi appliqué au couple nickel/Cu-Ni-Al pour caractériser l'accroche

Le plan d'expériences de Taguchi a été appliqué au couple nickel/Cu-Ni-Al. Le tableau 2.6 montre les 25 essais réalisés et les résultats obtenus pour l'accroche.



Tableau 2.6 : Plan de Taguchi pour le couple Ni/Cu-Ni-Al pour caractériser l'accroche

Notation	Puissance (W)	Vitesse (mm/s)	Débit de poudre (g/min)	Diamètre de spot (mm)	Accroche
CNC 1	<b>2400</b>	2,5	24,5	2	1
CNC 2	-	4,5	26,5	3	3
CNC 3	-	6,5	28,5	4	2
CNC 4	-	8,5	30,5	5	3
CNC 5	-	10	32,5	6	3
CNC 6	2600	2,5	26,5	4	3
CNC 7	-	4,5	28,5	5	3
CNC 8	-	6,5	30,5	6	3
CNC 9	-	8,5	32,5	2	2
CNC 10	-	10	24,5	3	1
CNC 11	<b>2800</b>	2,5	28,5	6	3
CNC 12	-	4,5	30,5	2	1
CNC 13	-	6,5	32,5	3	1
CNC 14	-	8,5	24,5	4	1
CNC 15	-	10	26,5	5	3
CNC 16	3000	2,5	30,5	3	3
CNC 17	-	4,5	32,5	4	3
CNC 18	-	6,5	24,5	5	3
CNC 19	-	8,5	26,5	6	3
CNC 20	-	10	28,5	2	1
CNC 21	<b>3200</b>	2,5	32,5	5	1
CNC 22	-	4,5	24,5	6	3
CNC 23	-	6,5	26,5	2	1
CNC 24	-	8,5	28,5	3	1
CNC 25	-	10	30,5	3	1

À partir du tableau 2.6 et de l'Eq. 2.7 (étapes détaillées par Delplanque (Delplanque, 2011)), on peut tracer les graphes indiquant l'influence des différents paramètres process (P, v, D et D<sub>s</sub>) sur la qualité de l'accroche (Figure 2.20). Il s'agit de l'effet moyen des paramètres de rechargement considérés sur la qualité de l'accroche, d'où des valeurs d'accroche non entières.

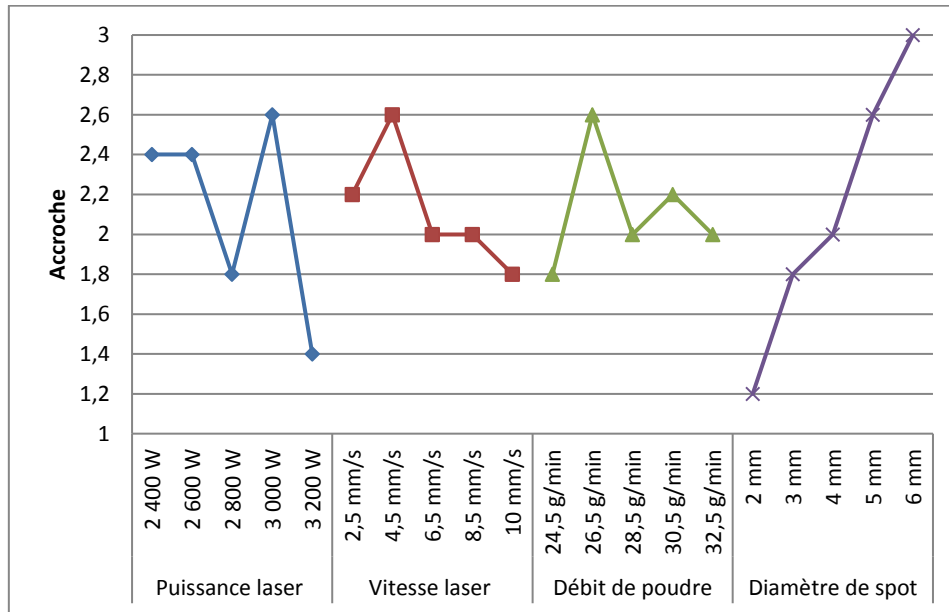


Figure 2.20 : Graphique de l'effet moyen des paramètres de rechargement sur l'accroche

La figure 2.20 montre de grandes fluctuations concernant l'effet de la puissance et du débit sur l'accroche. On peut noter une légère amélioration de l'accroche avec l'augmentation de la vitesse. Pour ce qui concerne le diamètre du spot, il apparaît une dégradation continue de l'accroche avec son augmentation. De plus, on peut observer qu'avec des diamètres de spot de 5 et 6 mm, la qualité de l'accroche est toujours mauvaise (égale à 3 dans le tableau 2.6) à l'exception d'un essai, ce qui n'est pas acceptable. À cela s'ajoute le fait que pour des diamètres de spot supérieurs à 4 mm, le dépôt se fait en partie en dehors de la zone de rechargement (cordon trop large latéralement). Notons enfin que pour un diamètre de spot de 2 mm, il a été observé que l'épaisseur du dépôt ne correspondait pas aux dimensions attendues par CHPOLANSKY (Figure 2.5) quels que soient les autres paramètres. En revanche, pour des diamètres de spot de 3 et 4 mm, la géométrie du cordon est correcte et l'accroche varie entre 1,8 et 2. En conséquence, dans la suite de ce travail, il a été décidé de n'utiliser que ces valeurs de diamètre de spot en sachant qu'il reste possible d'optimiser la puissance, le débit de poudre et la vitesse.

À partir de ce plan d'expériences et des résultats obtenus, on peut conclure que la méthode de Taguchi doit être complétée si on veut d'une part, affiner l'influence individuelle de la puissance, de la vitesse et du débit de poudre sur la qualité de l'accroche, et d'autre part, quantifier les effets de synergie. Ce plan d'expériences a cependant permis de fixer la gamme de diamètres de spot utilisable (entre 3 et 4 mm).

Notons enfin que la méthode de Taguchi ne permet pas de donner une indication mathématique de la pertinence des résultats (moyen de savoir si le modèle est représentatif de la réalité). C'est pourquoi, un calcul statistique ANOVA (Chapitre 1 § III.3.1), a été réalisé en partant de ces mêmes données afin de mieux cerner l'influence des paramètres process (P, v et D) sur la qualité de l'accroche ainsi que sur la géométrie du cordon final. Cette méthode permet, grâce à l'Eq. 1.14 du chapitre 1 (§ III.3.1), de représenter mathématiquement l'influence des paramètres de rechargement sur l'évolution de la qualité de l'accroche et sur

la géométrie du cordon. Elle permet aussi de savoir si le modèle est représentatif de la réalité grâce à p-value, un indicateur de « confiance » décrit dans l'annexe A. Notons que la suppression des essais à 2, 5 et 6 mm de diamètre de spot limite le plan d'expériences à 10 essais au lieu de 25.

### III.3. Construction du modèle ANOVA : cas du couple Ni/Cu-Ni-Al

Pour la conception du modèle ANOVA, le diamètre de spot a donc été fixé à 3 ou 4 mm. Les trois paramètres pris en compte sont : la puissance (W), le débit de poudre (g/min) et la vitesse d'avance du laser (mm/s). Les réponses mesurées sont : l'accroche, la largeur et la hauteur du rechargement.

La méthode de « conception composite centrale » (*Central Composite Design (CCD)*) est utilisée (Figure 2.21) grâce au logiciel Design Expert V9 (State-Ease, 2014). Ce type de design permet une estimation des coefficients d'un modèle polynomial du second degré. Chaque facteur a 5 niveaux variant entre le niveau haut (1), le niveau bas (-1), le point central (0). De plus, des points axiaux définissent les limites du domaine du design, correspondants aux valeurs  $\pm\alpha$ . Sur la figure 2.21, un exemple de CCD à deux facteurs est présenté dans un bloc. Le point central (codé à (0,0)), représente le centre du design. Il est ensuite possible de s'éloigner du centre du design en fonction des combinaisons. Les combinaisons des points factoriels (pour un bloc à deux facteurs : (-1,-1) (+1,-1) (-1,+1) (+1,+1)), représentent toutes les combinaisons possibles pour les niveaux allant de -1 à +1. Les combinaisons impliquant les points axiaux sont les suivantes :  $(-\alpha, 0)$   $(+\alpha, 0)$   $(0, -\alpha)$   $(0, +\alpha)$ . En termes de design dans l'espace, il s'agit de la distance à partir du point central, qui est calculé en fonction du nombre d'essais réalisés.

#### Central Composite Design (CCD)

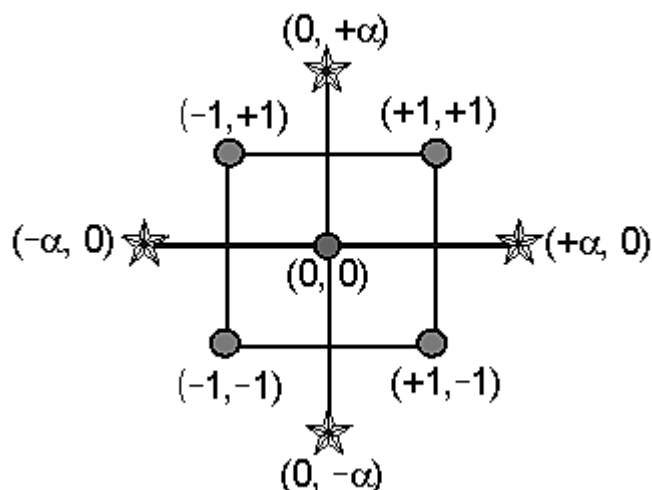


Figure 2.21 : Représentation classique d'une CCD pour deux facteurs (State-Ease, 2014)

Les tableaux 2.7 et 2.8 décrivent les CCD de l'accroche et de la géométrie du rechargement (hauteur et largeur). Pour simplifier le calcul, deux valeurs binaires ont été

considérés : 0 pour pas d'accroche ou une accroche partielle et 1 pour une accroche parfaite (figure 2.18).

Tableau 2.7 : Domaines et désignation des facteurs considérés pour l'accroche

	Puissance (W)	Vitesse (mm/s)	Débit de poudre (g/min)
<b>Designation</b>	<b>P</b>	<b>v</b>	<b>PFR</b>
High level alpha (1,68179)	3472	12,6	35,2
High level (+1)	3200	10	32,5
Zero level (0)	2800	6,5	28,5
Low level (-1)	2400	2,5	24,5
Low alpha level (-1,68179)	2128	0	21,8

Tableau 2.8 : Domaines et désignation des facteurs considérés pour la largeur et la hauteur

	Puissance (W)	Vitesse (mm/s)	Débit de poudre (g/min)
<b>Designation</b>	<b>P</b>	<b>v</b>	<b>PFR</b>
High level alpha (1,41421)	3365	11,6	34,2
High level (+1)	3200	10	32,5
Zero level (0)	2800	6,5	28,5
Low level (-1)	2400	2,5	24,5
Low alpha level (-1,41421)	2234	1	22,8

Dans ces conditions, le modèle ANOVA propose de réaliser au moins 20 essais de rechargement pour l'accroche et 15 pour la hauteur et largeur. Nous avons utilisé les expériences tirées du plan d'expériences de Taguchi à l'intérieur des domaines définis dans les tableaux 2.7 et 2.8. Sachant que seuls les essais avec des diamètres de spot de 3 ou 4 mm sont conservés, il a donc été nécessaire de réaliser d'autres expériences pour alimenter ANOVA et ainsi obtenir les 20 essais demandés. Le tableau 2.9 présente les 20 essais finalement réalisés pour l'accroche. Pour la largeur et la hauteur, 16 séries d'expériences ont été considérées (Tableau 2.10).

Tableau 2.9 : Conditions du CCD pour l'accroche

Expérience	Facteurs			Réponse
	Puissance (W)	Vitesse (mm/s)	Débit de poudre (g/min)	Accroche
1	2400	4,5	26,5	0
2	2400	6,5	28,5	0
3	2600	10	24,5	1
4	2600	2,5	26,5	0
5	2800	8,5	24,5	1
6	3000	2,5	30,5	0
7	3000	4,5	32,5	0
8	3200	10	30,5	1
9	3200	8,5	28,5	1
10	2700	8,5	27,5	1
11	3000	8,5	27,5	1
12	2900	7,5	27,5	1
13	2800	6,5	27,5	1
14	3000	8,5	27,5	1
15	3000	7,5	27,5	1
16	3000	6,5	27,5	1
17	3000	5,5	27,5	1
18	3000	4,5	27,5	1
19	3000	2,5	27,5	1
20	3000	1,5	27,5	1

Tableau 2.10 : Conditions du CCD de L et H

Expérience	Facteurs			Réponses	
	Puissance (W)	Vitesse (mm/s)	Débit de poudre (g/min)	Largeur (mm)	Hauteur (mm)
1	2400	4,5	26,5	4,3	3,4
2	2600	10	24,5	3,2	1,5
3	3000	2,5	30,5	4,5	5,3
4	3200	8,5	28,5	4,8	2,8
5	2800	6,5	32,5	4,5	2,6
6	2400	6,5	28,5	5,2	2,5
7	2600	2,5	26,5	5,5	5,6
8	2800	8,5	24,5	3,7	1,4
9	3000	4,5	32,5	4,7	3,8
10	3200	10	30,5	4,4	1,8
11	2700	8,5	27,5	3,6	1,6
12	2800	8,5	27,5	4,2	1,9
13	2900	8,5	27,5	3,9	1,7
14	3000	8,5	27,5	3,8	1,9
15	2900	7,5	27,5	3,7	1,9
16	2800	6,5	27,5	4,7	2,6

La méthodologie de surface de réponse (RSM) est un outil graphique intéressant pour analyser la relation entre les paramètres process (puissance, vitesse, débit) et les réponses (accroche, hauteur, largeur).

#### III.4. Construction du modèle ANOVA : cas du couple Ni/fonte GL

De la même manière, l'analyse statistique ANOVA a été appliquée au couple nickel/fonte. Compte tenu des géométries de rechargement obtenues avec le couple Ni/Cu-Ni-Al lors de l'application du plan d'expériences de Taguchi, seuls les essais avec des diamètres de spot de 3 et 4 mm ont été retenus. Pour ce modèle, on a utilisé 13 essais, partiellement issus des 25 du plan de Taguchi (annexe B2), nombre suffisant dans ce cas pour obtenir un modèle significatif comme on le verra dans le chapitre 3. Le CCD est décrit dans le tableau 2.11.

Tableau 2.11 : Domaines et désignation des facteurs considérés pour la largeur et la hauteur

	Puissance (W)	Vitesse (mm/s)	Débit de poudre (g/min)
Designation	P	v	PFR
High level alpha (1,41421)	2466	11,6	34,2
High level (+1)	2300	10	32,5
Zero level (0)	1900	6,5	28,5
Low level (-1)	1500	2,5	24,5
Low alpha level (-1,41421)	1334	1	22,8

La caractérisation microstructurale a révélé que la problématique d'accroche ne se pose pas dans le cas des substrats en fonte car ceux-ci absorbent très bien le rayonnement laser (Peyre, 2014). C'est pour cela que pour ce couple, seules deux réponses ont été considérées : la largeur L et la hauteur H du dépôt (Tableau 2.12).

Tableau 2.12 : Conditions du CCD

Expérience	Facteurs			Réponses	
	Puissance (W)	Vitesse (mm/s)	Débit de poudre (g/min)	Largeur (mm)	Hauteur (mm)
1	1500	4,5	26,5	4,7	3,6
2	-	6,5	28,5	4,4	2,5
3	1700	10	24,5	4,1	1,5
4	1900	6,5	32,5	4,2	3
5	-	8,5	24,5	4	1,8
6	2100	2,5	30,5	5,2	6
7	-	4,5	32,5	4,3	3,9
8	2300	8,5	28,5	4,1	2,2
9	-	10	30,5	4,4	2
10	1800	8,5	28,5	3,8	1,8
11	1900	8,5	28,5	3,7	1,9
12	2000	7,5	28,5	4	2,3
13	2100	8,5	28,5	3,8	1,9

Les différentes techniques expérimentales couplées aux approches numériques décrites dans le présent paragraphe permettront d'optimiser les paramètres process dans le cas du rechargement par laser cladding d'une poudre à base de nickel sur un substrat en fonte GL.

CHAPITRE 3 : RECHARGEMENT DE POUDRE À  
BASE DE NI SUR UN SUBSTRAT DE CU-NI-AL





## Chapitre 3 : Rechargement de poudre à base de Ni sur un substrat de Cu-Ni-Al

Le but de ce chapitre est d'observer les défauts que l'on peut rencontrer après rechargement par laser en utilisant différentes méthodes de caractérisation et de trouver des pistes d'explication des phénomènes entraînant ces défauts afin de s'en affranchir. De plus, en fin de chapitre, une optimisation des paramètres de rechargement, permettant de respecter les géométries préconisées par la société CHPOLANSKY, tout en se prémunissant de ces endommagements est proposée à l'aide d'une analyse ANOVA.

### I. Caractérisations macro et microstructurale

Dans un premier temps, un échantillon a été caractérisé par radiographie neutronique. Il s'agit d'une méthode de contrôle non destructif qui permet d'observer au niveau macroscopique des défauts dans le volume. L'échantillon a été élaboré avec les paramètres suivants : une puissance de 2800 W, une vitesse de 8,5 mm/s, un débit de poudre de 28,5 g/min et un diamètre de spot de 4 mm.

Par ailleurs, pour caractériser la microstructure de la section après rechargement, un ensemble de 6 échantillons (avec des accroches qualifiées des valeurs 1 et 2 selon la définition donnée dans le chapitre 2, figure 2.18) a été sélectionné pour des diamètres de spot de 3 et 4 mm (Tableau 3.1). Il a été remarqué que sur l'ensemble, seuls les échantillons obtenus avec des vitesses au-delà de 6,5 mm/s présentent une accroche soit partielle, soit parfaite.

Tableau 3.1 : Échantillons ayant permis la caractérisation microstructurale

Échantillon	Puissance (W)	Vitesse (mm/s)	Débit de poudre (g/min)	Diamètre de spot (mm)	Accroche
CNC 3	2400	6,5	28,5	4	2
CNC10	2600	10	24,5	3	1
CNC 13	2800	6,5	32,5	3	1
CNC 14	2800	8,5	24,5	4	1
CNC 24	3200	8,5	28,5	3	1
CNC 25	3200	10	30,5	4	1

#### I.1. Description macroscopique du cordon

Les résultats obtenus après radiographie neutronique (Figure 3.1) ont permis d'observer en 3D le dépôt et l'interface entre les deux matériaux. Le protocole expérimental est présenté dans le chapitre 2 (§ II.4).

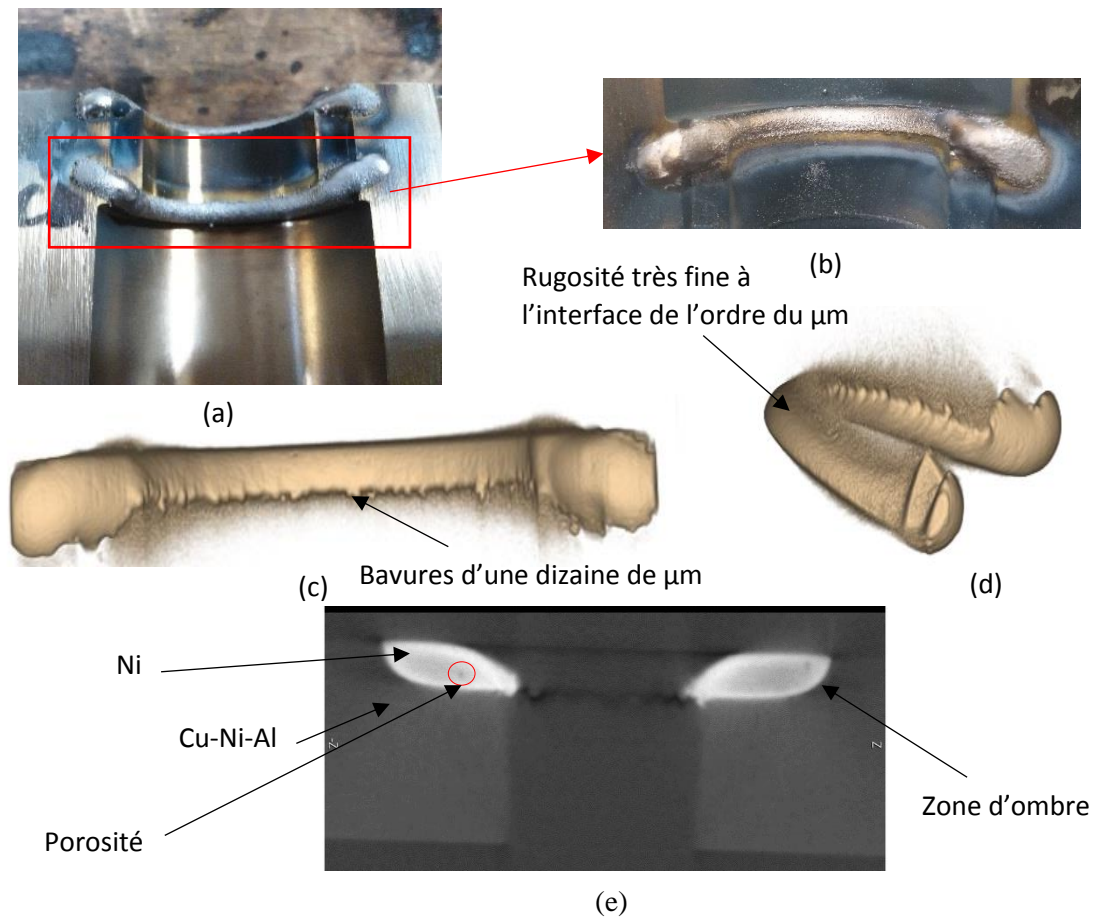


Figure 3.1 : Observation d'un échantillon après radiographie neutronique (a)-(b) Photos de la zone étudiée, (c)-(d) représentations 3D du cordon après rechargement et (e) radiographie du moule (en gris-noir) et du cordon (en blanc)

Les figures 3.1a et b présentent respectivement un moule en Cu-Ni-Al après rechargement par laser et la zone concernée par l'étude aux neutrons. Les figures 3.1c, d et e présentent les résultats obtenus après radiographie neutronique. Les figures 3.1c et d montrent une représentation 3D du cordon via le logiciel VolView 3.4 et la figure 3.1e, une image reconstruite à partir du logiciel Image J. Grâce aux trois images, plusieurs informations sont disponibles : l'aspect général du cordon, la qualité de l'interface et de la section du dépôt après rechargement. Elles permettent notamment de voir que des bavures sont présentes en bordure de dépôt (Figure 3.1c). De plus, une fine rugosité est observable sur le cordon à l'interface avec le substrat laissant supposer une légère inter-pénétration des matériaux (Figure 3.1d). Sur la figure 3.1e, on peut remarquer des vides dans le cordon. On peut les assimiler à de la porosité. Il est aussi notable qu'une zone noire est présente à l'interface dépôt/substrat. Cela peut correspondre à une zone avec défaut d'adhésion cordon/substrat et donc d'accroche.

## 1.2. Microstructure du dépôt et du substrat

### 1.2.1. Identification des défauts : porosité et défaut d'accroche

Le but de cette thèse étant d'améliorer la qualité des rechargements par laser cladding, des caractérisations en microscopie optique ont été réalisées sur les échantillons présentés dans le tableau 3.1 dans le but d'identifier les éventuels défauts existants. La figure 3.2 présente une caractérisation de l'échantillon CNC 25 et met en évidence deux types de défauts : des porosités d'environ 30  $\mu\text{m}$  de diamètre réparties de manière homogène dans le dépôt de nickel et une accroche hétérogène le long de l'interface : bonne aux bords (extrémités) et moins bonne au centre de la courbure.

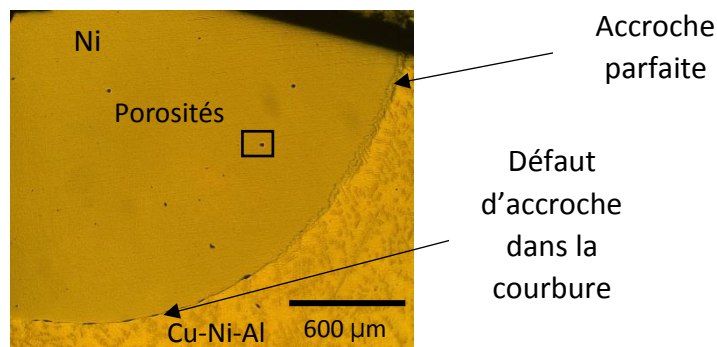


Figure 3.2 : Analyse en microscopie optique d'une section de l'échantillon CNC 25 après rechargement par laser

À partir de ces observations, deux défauts sont observables : la porosité au sein du dépôt et le défaut d'accroche au centre de la courbure. Dans la suite de ce chapitre, le but sera donc d'expliquer leur origine et de s'en affranchir.

### 1.2.2. Analyse microstructurale

Avant rechargement, la microstructure du substrat (Figure 3.3) présente des branches dendritiques réparties de manière homogène dans une matrice qui sera caractérisée dans la partie 1.2.4.1.

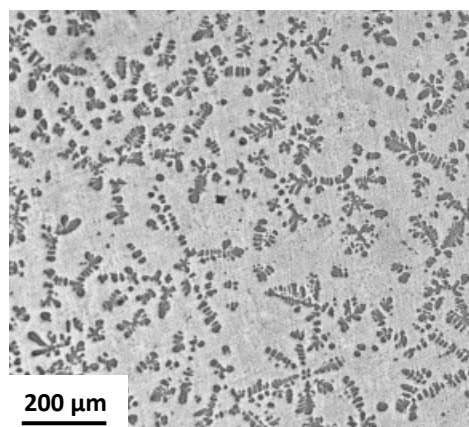


Figure 3.3 : Structure dendritique du substrat en Cu-Ni-Al

Une étude en MEB-BSE permet de détailler d’une part la structure du dépôt issue de la solidification et d’autre part l’impact du rechargement sur la microstructure du substrat. Dans le dépôt, la figure 3.4 met en évidence trois types de structure : une structure à petits grains de 6 µm de diamètre environ proche de l’interface qui correspond à une germination hétérogène, une structure dendritique colonnaire lorsque l’on s’éloigne de cette interface et une structure équiaxe en extrême surface. Ces types de structures sont observable lors d’une solidification de type lingot (Philibert et al., 1998a). D’après la littérature, il s’agit d’un comportement typique d’une solidification rapide (Peyre et Vignal, 2012).

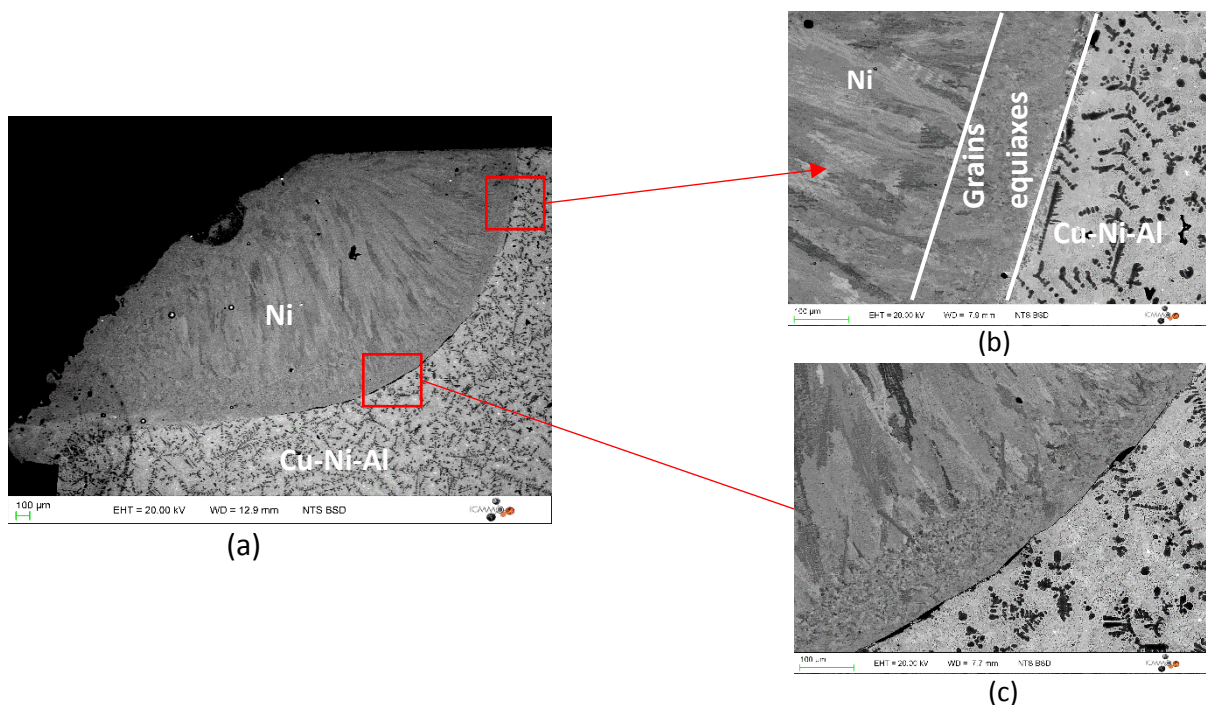


Figure 3.4 : Micrographies réalisées en microscopie électronique à balayage sur l’échantillon CNC 25. (a) Section après rechargement, (b) bord : zoom d’une zone avec une accroche parfaite et (c) centre : zoom de la zone avec un manque d’accroche

Pour estimer la vitesse de refroidissement lors de notre procédé, une mesure de l’espacement interdendritique entre deux bras secondaires (ou *second dendrite arm spacing* : SDAS) a été réalisée. En effet, cet espacement dépend de la vitesse de refroidissement, comme l’indique l’Eq. 3.1 obtenue expérimentalement par Zheng et al. (Zheng et al., 2008) :

$$SDAS = A(\dot{T})^{-n} \quad (3.1)$$

avec SDAS la distance interdendritique en µm,  $\dot{T}$  la vitesse de refroidissement en K/s.  $A$  et  $n$  sont des constantes liées aux matériaux. Il s’agit d’une méthode qui a prouvé sa pertinence car elle a été utilisée dans diverses publications comme celle de Liu et al. (Liu et al., 2016), par exemple. N’ayant pas les valeurs de  $A$  et de  $n$  de la poudre, nous prendrons celles d’un superalliage à base de Ni :  $A=39,8$  et  $n=0,3$  (Zheng et al., 2008).

La mesure de l'espace interdendritique présentée sur la figure 3.5 a été faite en appliquant une méthode décrite par Rozot durant sa thèse (Rozot, 2005).

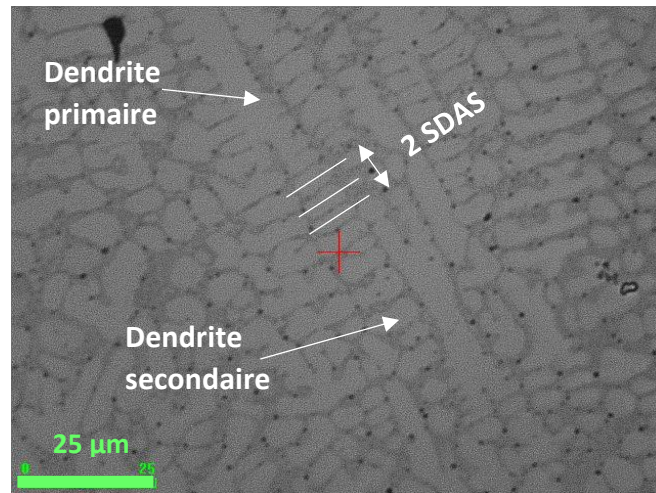


Figure 3.5 : Forme des dendrites dans le dépôt avec présentation de la méthode de mesure d'une SDAS (Rozot, 2005)

Comme montré sur la figure 3.5, la mesure de l'espacement interdendritique peut se faire en prenant en compte la distance moyenne entre deux bras secondaires de dendrite. Cela a été fait sur un ensemble de 4 échantillons avec une dizaine de mesures par échantillon dans différentes zones du dépôt. La valeur finale obtenue dans la zone colonnaire est d'environ  $4,2 \mu\text{m}$ . Cela nous permet d'en déduire une vitesse de refroidissement de  $1,8 \cdot 10^3 \text{ K/s}$ . Cette vitesse de refroidissement se situe dans la gamme des vitesses les plus faibles connues en termes de solidification après laser cladding, sûrement en raison des paramètres process explorés ici. En effet, dans la littérature (Zheng et al., 2008) (Liu et al., 2016) (Peyre et Vignal, 2012), il a été mis en évidence des vitesses de solidification variant entre  $10^2$  et  $10^9 \text{ K/s}$ .

Par ailleurs, les figures 3.4b et c permettent d'observer en détails respectivement les zones avec une accroche parfaite et un manque d'accroche dépôt/substrat. Ces zones sont similaires en termes de microstructure. Elles présentent des grains équiaxes issus d'une germination hétérogène et des grains dendritiques. Il semble donc que la qualité de l'accroche est indépendante de la structure de solidification du cordon.

Des analyses EBSD de la section ont permis de caractériser l'orientation cristallographique des matériaux après rechargement sur l'échantillon CNC 25 (Figure 3.6).



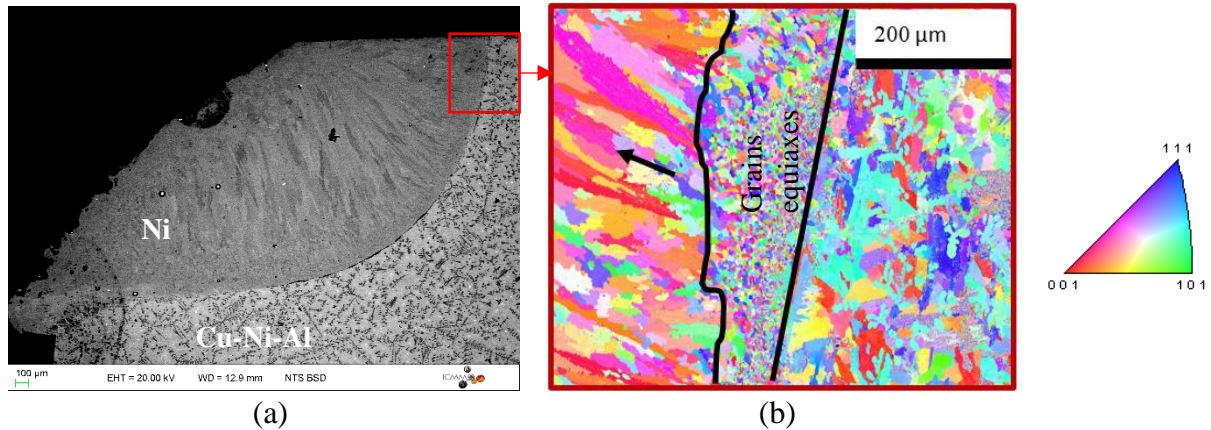


Figure 3.6 : (a) Image MEB d'une section de rechargement avec une accroche parfaite - échantillon CNC 25 - (b) Cartographie des axes cristallographiques parallèles à la direction de solidification (flèche noire) dans la zone de forte accroche (bord). L'axe  $\langle 001 \rangle$  est l'axe majoritaire de croissance dendritique.

La cartographie EBSD d'une zone avec une accroche parfaite (pour une section présentant une accroche globale hétérogène) permet d'observer plus en détails les différentes structures présentes après rechargement. On observe que les grains sont orientés aléatoirement alors qu'une direction préférentielle de croissance  $\langle 001 \rangle$  est observée (couleur rouge sur la figure 3.6b) dans la zone colonnaire du dépôt.

Une observation de la même zone d'un autre échantillon (Figure 3.7) ayant présenté une accroche parfaite dans toute la section a été réalisée pour voir si la présence ou non d'accroche au centre de la courbure entraîne une modification de cette solidification (et réciproquement).

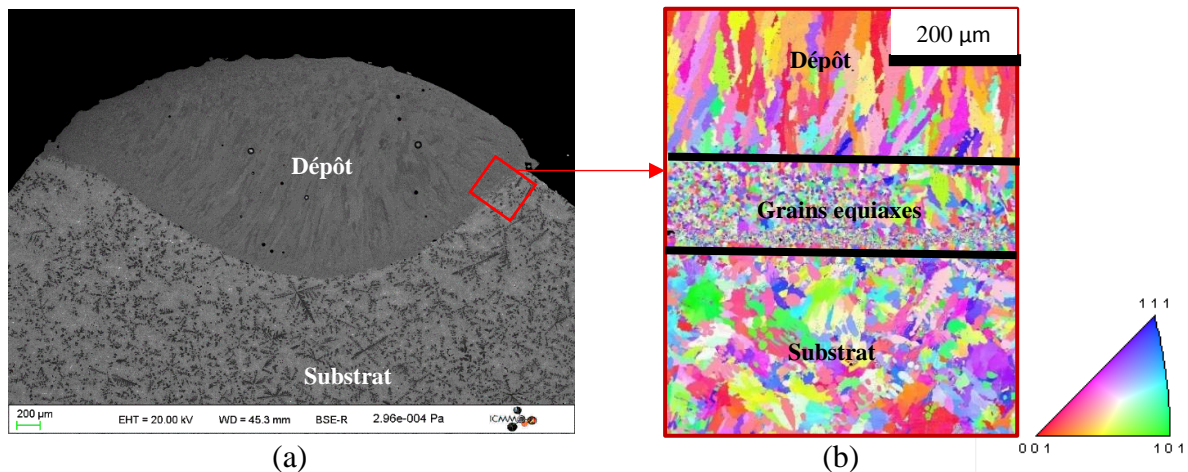


Figure 3.7 : Zone avec une accroche parfaite sur l'échantillon CNC 24. (a) Image BSE de la section et (b) cartographie EBSD des directions cristallographiques parallèles à la verticale de l'image

Sur la figure 3.7, on observe bien la zone de grains d'orientations aléatoires et la croissance de dendrites colonnaires favorisée dans la direction  $\langle 001 \rangle$ . La même structure de solidification que pour un échantillon avec perte d'accroche au centre de la courbure est donc confirmée. Ainsi, la microstructure du dépôt est peu sensible aux paramètres d'élaboration.

Enfin, il est intéressant de noter qu'aucune modification microstructurale n'est observable à cette échelle dans le substrat, proche de l'interface. Ceci semble signifier l'absence de ZAT.

### 1.2.3. Porosité et solidification

Une porosité a été mise en évidence après l'analyse en microscopie optique présentée sur la figure 3.2. Ce défaut est régulièrement observé sur les différents échantillons analysés. Lors de la solidification, deux types de porosité peuvent être notés (Felberbaum, 2010) : une porosité sphérique provenant de gaz dégagé et enfermé dans le dépôt suite à un refroidissement trop rapide (Figure 3.8a) ou une porosité provenant d'un vide dans l'espace interdendritique (Figure 3.8b), il s'agit du "*Shrinkage porosity*".

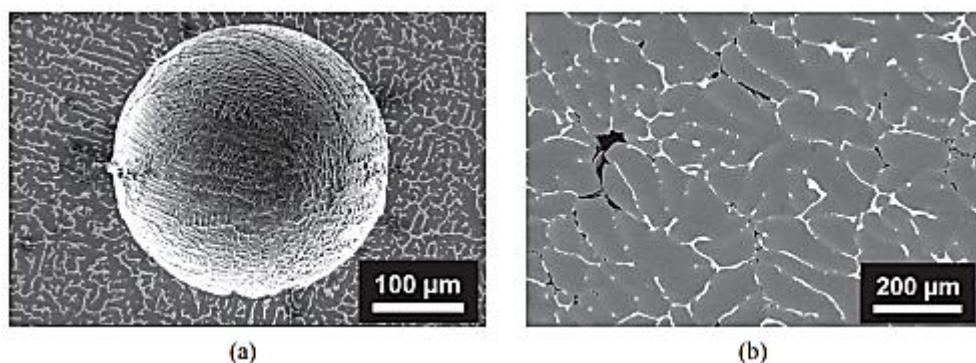


Figure 3.8 : Observation en MEB (a) d'une porosité due à la présence de gaz enfermé dans le dépôt pour un alliage Al - 10%Cu et (b) "*Shrinkage porosity*" pour un alliage Al - 4,5 %Cu (Felberbaum, 2010)

Le premier cas (Figure 3.8a) se forme souvent en début de solidification tandis que le second (Figure 3.8b) s'observe en fin de solidification. La "*Shrinkage porosity*" provient d'une différence de densité entre la phase solide (dendrites) et la phase liquide présente dans l'espace interdendritique, généralement composée d'un eutectique (la masse volumique de l'eutectique étant plus élevée que celle de la phase solide). Lorsque l'eutectique se solidifie, un retrait de matière peut s'observer du fait de cette différence de densité ne permettant plus au liquide en fin de solidification d'alimenter cette zone. Des trous apparaissent donc dans l'espace interdendritique.

Dans notre cas, la porosité observée concerne des dégagements gazeux (Figure 3.9).



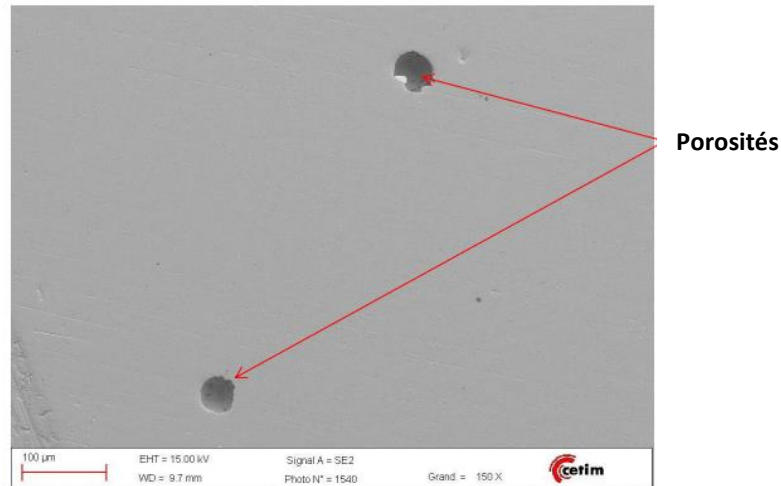


Figure 3.9 : Dépôt de poudre de nickel fondu déposé après laser cladding

La taille de la porosité mise en évidence sur la figure 3.9 n'est pas problématique (environ 40 µm) car elle n'entraîne pas de conséquences néfastes sur la qualité du verre final (taille de porosité critique au-dessus de 100 µm). Le défaut le plus préoccupant reste le défaut d'accroche, qui risque de mettre en péril l'usinage des pièces après rechargement, d'où le choix de son étude.

#### 1.2.4. Accroche et dilution

Dans la littérature, il a été avancé que pour obtenir une bonne accroche métallurgique, une fusion entre le dépôt et le substrat doit avoir lieu (Balou et al., 2015) (Lin, 2015). L'observation de cette fusion se fait par quantification de la zone de dilution (ZD) chimique à l'interface entre le dépôt et le substrat.

##### 1.2.4.1. Caractérisation et distribution de la dilution dans la section

Des analyses chimiques ont été réalisées par EDS (carré rouge sur la figure 3.6a) dans la zone avec une accroche parfaite de l'échantillon CNC 25. La répartition des principaux éléments chimiques de part et d'autre de l'interface est présentée sur la figure 3.10.

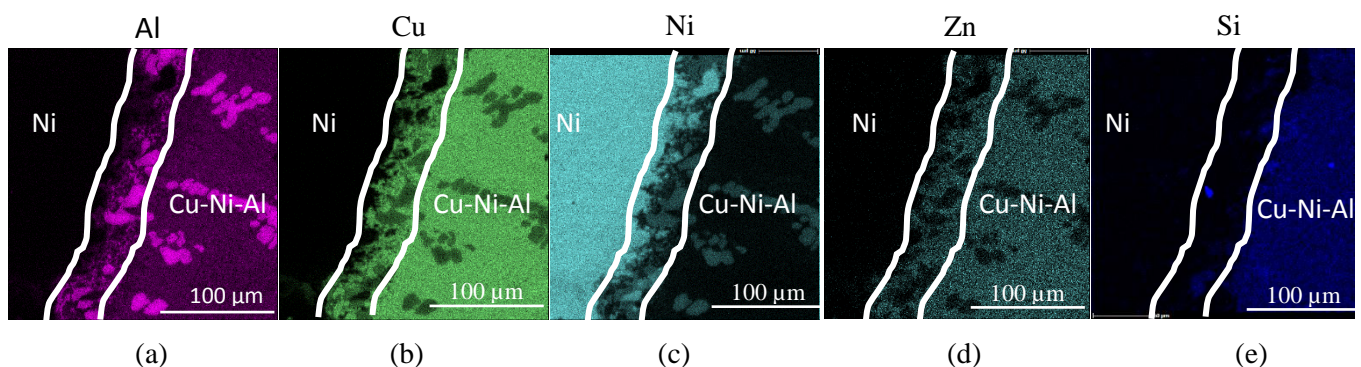


Figure 3.10 : Cartographies chimiques des principaux éléments du dépôt et du substrat de l'échantillon CNC 25 (a) Al, (b) Cu, (c) Ni, (d) Zn et (e) Si

On peut observer sur les différentes cartographies chimiques que le dépôt pénètre dans le substrat sur une distance d'environ 30  $\mu\text{m}$  (lignes blanches). Dans cette zone, les dendrites du substrat sont déstructurées (Figure 3.10a). La présence de cette zone de fusion est bien identifiable (lignes blanches) comme décrit dans la littérature (Pereira et al., 2015) (Zhang et al., 2008). Loin de l'interface, dans le substrat, on remarque que les dendrites sont riches en nickel et en aluminium et pauvres en zinc et en cuivre par rapport à la matrice environnante. Au contraire, dans la matrice autour des dendrites, la présence de cuivre et de zinc est très forte tandis qu'un appauvrissement en nickel et en aluminium est bien identifié.

Une quantification de l'évolution de la composition chimique à travers l'interface est présentée sur la figure 3.11.

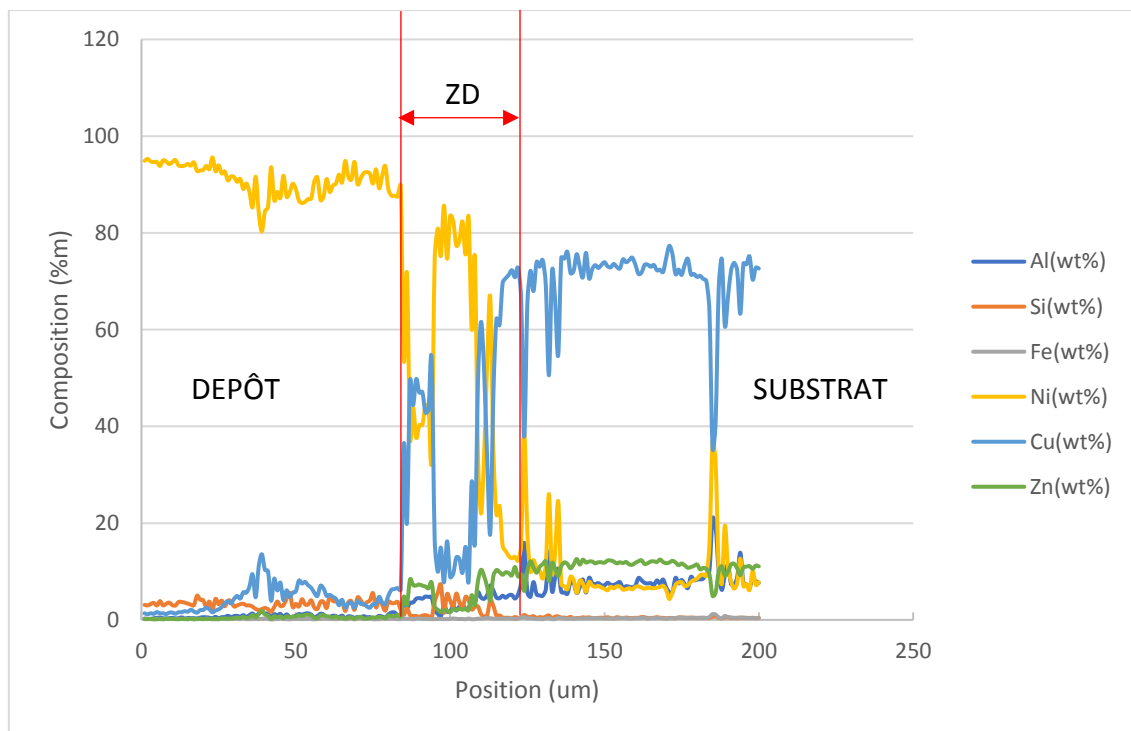


Figure 3.11 : Évolution de la composition des éléments chimiques dans la section après rechargement par laser de l'échantillon CNC 25

Globalement, la composition en nickel au niveau du dépôt est initialement à 96% (% massique), pour chuter jusqu'à 40% près de l'interface et se stabiliser en dessous de 10% au niveau de la matrice du substrat. Cependant, ponctuellement dans le substrat, on remarque que cette composition augmente jusqu'à 39% au niveau des dendrites (forte concentration en nickel observée sur la figure 3.10). Les dendrites sont aussi légèrement plus riches en aluminium et plus pauvres en cuivre. Concernant le cuivre, cet élément constitue au maximum 78% massique du substrat et n'est quasiment pas présent dans le dépôt.

Pour délimiter la ZD, on observe la composition du nickel et du cuivre à l'interface. Elle commence lorsque le nickel chute et se termine lorsque celui-ci atteint sa valeur d'équilibre en dessous de 10% dans le substrat (hors dendrite). La ZD contient un taux de cuivre compris entre 4% et 70% et un taux de nickel qui varie entre 10% et 90%. Cette ZD a une largeur de l'ordre de 38  $\mu\text{m}$  (pour l'échantillon CNC 25 sur une zone avec une accroche parfaite). Dès lors

qu'on quitte cette ZD, la composition chimique du Cu-Ni-Al est stable. Ceci est en bon accord avec les travaux d'Adak et al. (Adak et al., 2005) sur le rechargement laser rectiligne sur un substrat à base de cuivre. Dans leurs travaux, les auteurs estiment la taille des zones de dilution autour de 50  $\mu\text{m}$ .

La présence de dilution semble assurer une bonne accroche. Puisque l'accroche est discontinue le long de la courbure, il reste à savoir si la dilution l'est aussi.

En conséquence, on s'intéresse à la mesure de la ZD à différents endroits de la courbure. Ces mesures ont été réalisées par EDS sur la série des 6 échantillons sélectionnés (Tableau 3.1), en suivant le protocole établi sur la figure 3.12. La mesure est réalisée le long de 5 lignes tracées de part et d'autre de l'interface sur une distance de 300  $\mu\text{m}$  environ avec un angle de 22,5° entre elles.

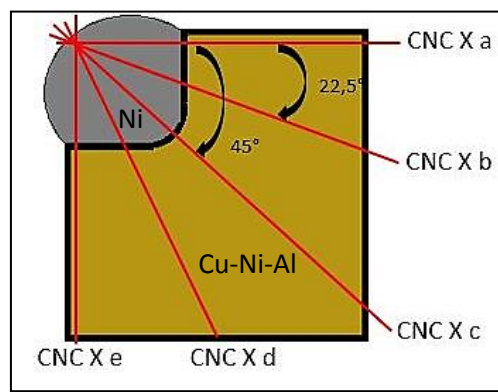


Figure 3.12 : Lignes de mesure (rouge) de la zone de dilution par EDS en fonction de la position dans la section

Cette méthode permet non seulement de comparer les échantillons entre eux, mais aussi de voir l'évolution de cette dilution dans la section elle-même (du bord vers le centre de la courbure). La figure 3.14 décrit l'évolution de la dilution pour l'échantillon CNC 24 présenté figure 3.13. Le choix de cet échantillon s'explique par la présence d'une accroche dans toute la section.

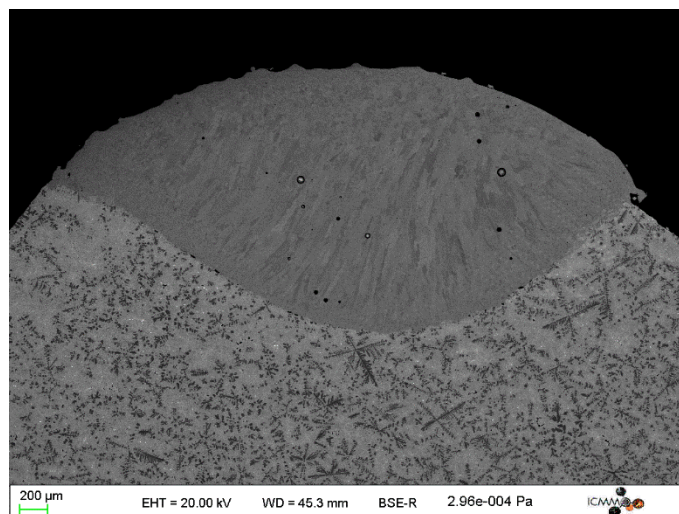


Figure 3.13 : Image BSE de la section de l'échantillon CNC 24.

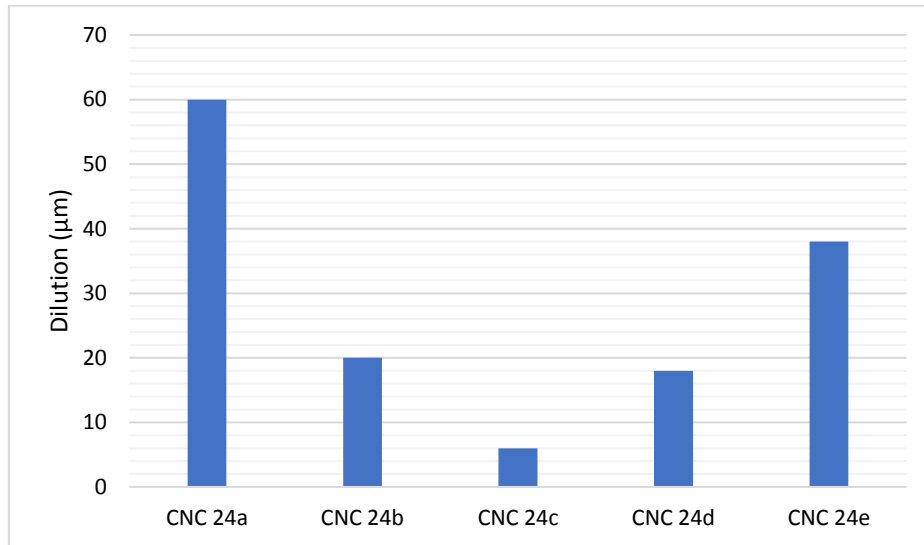


Figure 3.14 : Évolution de la zone de dilution en fonction de la position dans la section de l'échantillon CNC 24

On observe sur la figure 3.14 une diminution de la ZD au centre de la courbure dans la section rechargée. La dilution est beaucoup plus importante au niveau des extrémités (bords) mais reste cependant présente au centre.

#### 1.2.4.2. Dépendance dilution/accroche

Une comparaison de l'évolution de la zone de dilution dans la section a été effectuée sur les 6 échantillons considérés (Tableau 3.1) (bonne accroche pour tous les échantillons sauf pour CNC3 qui a une accroche partielle).

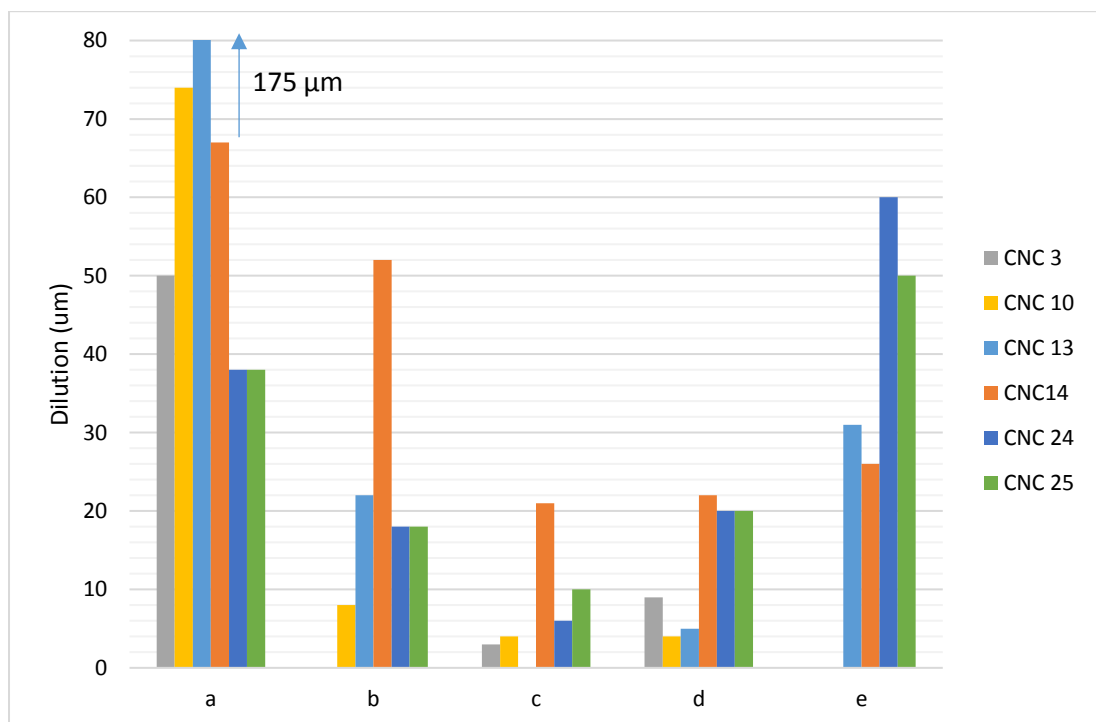


Figure 3.15 : Évolution de la dilution dans la section pour 6 échantillons

La figure 3.15 montre que, de manière globale, les zones de dilution dans la section se comportent de la même manière quels que soient les paramètres d'élaboration. Au niveau des extrémités de la section, la dilution est maximale alors que cette valeur diminue lorsque l'on se rapproche du centre de la courbure ( $< 25 \mu\text{m}$ ). Rappelons que pour les 6 échantillons analysés, l'accroche est souvent de moins bonne qualité au centre de la courbure. Une forte corrélation entre la dilution et l'accroche est donc ici mise en évidence. En effet, plus la dilution est présente sur toute la section, plus continue est l'accroche. Remarquons que même pour une dilution nulle localement (ex : CNC 13 zone c, CNC 10 zone e), les échantillons restent « accrochés » certainement grâce à la bonne dilution du voisinage garantissant la tenue mécanique de l'ensemble.

Cette hétérogénéité de l'accroche peut être problématique car lors de l'usinage des moules après rechargement, un décrochage du cordon peut avoir lieu. La figure 3.16 montre une schématisation du plan d'usinage.

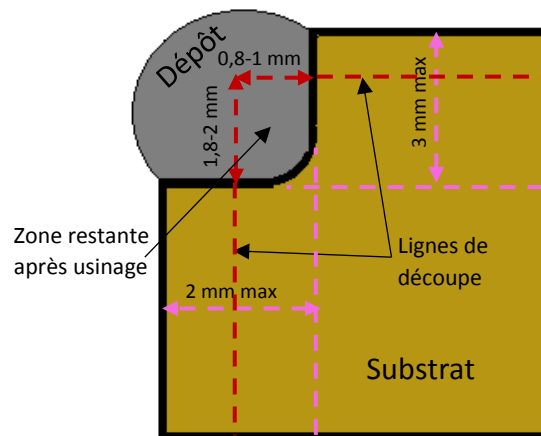


Figure 3.16 : Plan d'usinage après rechargement

L'assurance d'une bonne dilution au centre de la courbure permet de garantir une bonne tenue du dépôt lors de la durée de vie de la pièce. Il reste à comprendre en quoi cette dilution dépend des paramètres d'élaboration. Ce point fait l'objet de la discussion dans le paragraphe I.3.

#### 1.2.4.3. Influence de la dilution sur la germination hétérogène

Dans cette partie, on s'intéresse à l'existence éventuelle d'un lien entre la zone de dilution et la germination des petits grains à l'interface (Figure 3.17). Le protocole de mesure

de la taille de la zone de grains équiaxes est le même que celui décrit sur la figure 3.12 pour les mesures de dilution.

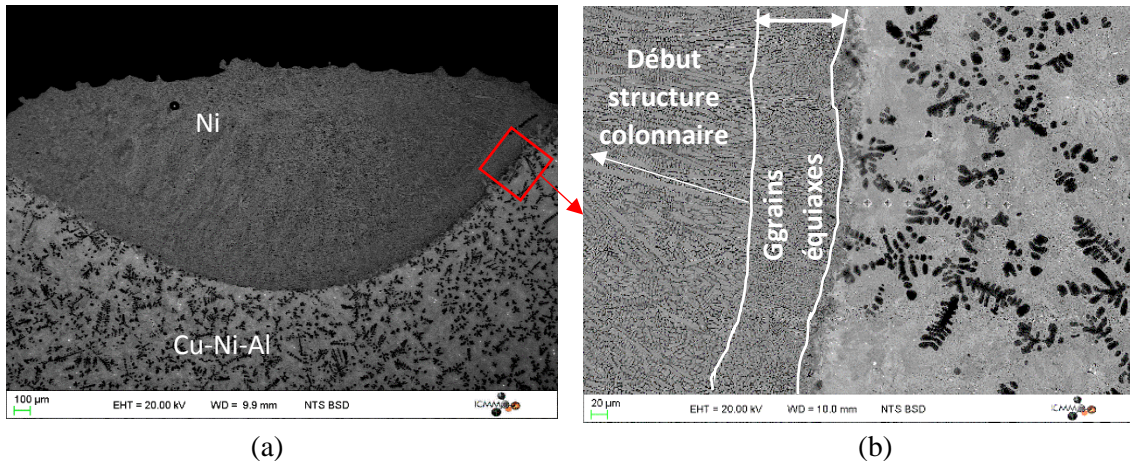


Figure 3.17 : Mesure de la taille de la zone de grains équiaxes : (a) photo de l'échantillon CNC 14 et (b) zoom d'une zone avec une forte dilution et avec la zone de grains équiaxes en rouge

La figure 3.18 montre l'évolution de la taille de cette zone de grains équiaxes dans la section des 6 échantillons.

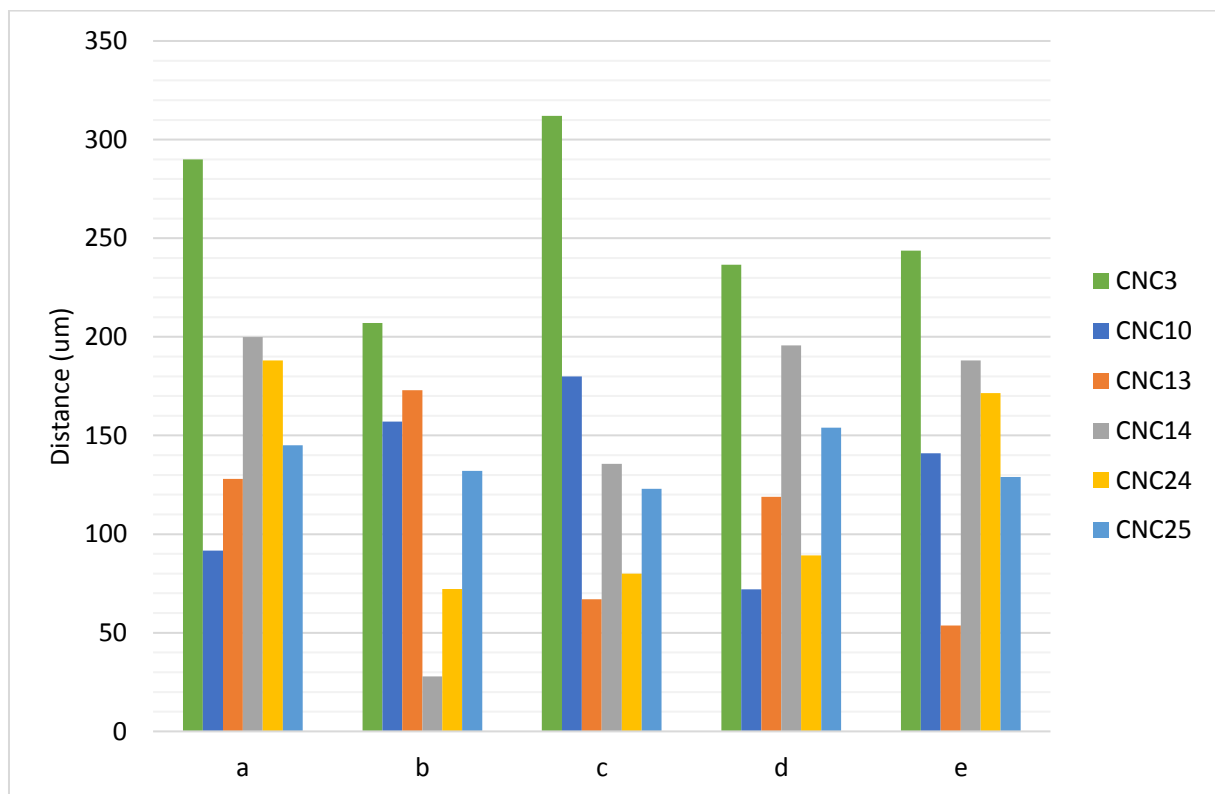


Figure 3.18 : Évolution de la zone de grains équiaxes dans la section

Contrairement à l'évolution observée pour la ZD, l'épaisseur de la zone à petits grains est quasi-constante le long de l'interface et n'est pas plus faible au niveau du centre de la courbure. Cette tendance est vérifiée pour tous les échantillons étudiés. On peut donc en déduire qu'il n'y a pas de lien direct entre les zones présentant des grains équiaxes et la ZD.



Le résultat est compréhensible car la solidification dépend de la nature du matériau (tension de surface), du rayon critique de germination ainsi que de la vitesse de solidification et non de la géométrie de la zone à recharger (Eq. 1.1 du chapitre 1) (Peyre et Vignal, 2012).

Une analyse MEB-EBSD a été réalisée sur une petite zone sans accroche au centre de la courbure pour l'échantillon CNC 10. Cette analyse confirme que, même sans accroche (localement), la solidification du dépôt contient une zone de petits grains équiaxes issus de la germination hétérogène (Figure 3.19). Quels que soient les paramètres process utilisés, cette zone est toujours présente.

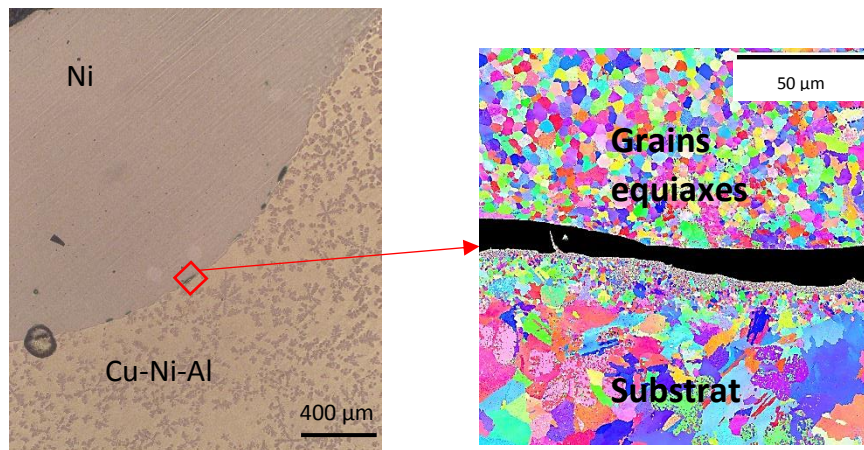


Figure 3.19 : Zoom d'une zone sans accroche dans le centre de la courbure de l'échantillon CNC 10

### 1.3. Discussion sur l'origine du défaut d'accroche

Les conclusions que nous avançons à partir des observations microstructurales sont les suivantes :

- 1) La radiographie neutronique est une méthode non destructive très utile lorsqu'il s'agit d'observer les défauts dans le volume tels que : la porosité, le collage, la rugosité ...
- 2) Une légère zone de fusion/dilution se forme à l'interface dépôt/substrat.
- 3) Une hétérogénéité de la dilution est observée dans la section et entraîne de surcroît une accroche hétérogène. L'accroche n'a lieu que dans les zones où il y a fusion et donc dilution.
- 4) Le comportement en solidification du dépôt et la microstructure associée sont les mêmes le long de l'interface dépôt/substrat et indépendants de la dilution. L'accroche est donc indépendante de la structure de solidification.

Concernant le point 2, l'absence de ZAT peut s'expliquer par la nature du matériau constituant le moule. En effet, ce matériau permet une évacuation rapide de la chaleur avec une conductivité thermique élevée (estimée à  $125 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ). Ceci est en grande partie lié à la forte conductivité thermique du cuivre de  $390 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ , constituant principal du substrat.

Le défaut d'accroche étant intimement lié à l'absence de dilution (point 3), il est important d'essayer de comprendre pourquoi la dilution est tellement hétérogène dans la section avec une faible valeur au centre de la courbure. Un effet géométrique (courbure de la

surface du substrat sur lequel le rechargement est effectué) est à l'évidence responsable de ce phénomène. La partie suivante traite de l'origine de cette discontinuité. Pour cela, une analyse de la distribution de la poudre de nickel et de son impact sur l'atténuation de la puissance a été réalisée. Il est bien connu que durant le rechargement par laser, les particules de poudre ont une influence non négligeable sur l'atténuation de la puissance (voir chapitre 1, § III). Tabernero et al. (Tabernero et al., 2012) ont décrit le phénomène d'atténuation de la puissance incidente par un « nuage de particules » durant le rechargement. Ils ont décrit le facteur d'atténuation  $K_{att}$ , sans dimension, par l'Eq. 3.2. Ils supposent que l'atténuation de la puissance est proportionnelle à  $K_{att}$ .

$$K_{att} = \alpha \frac{3 \cdot D_m^*}{4 \cdot R_{particle} \cdot \rho} \cdot \frac{\Delta z}{u_{z\_particle}} \quad (3.2)$$

avec  $D_m^*$  le débit massique surfacique de la poudre [ $\frac{kg}{m^2 \cdot s}$ ],  $\Delta z$  la distance d'interaction entre le laser et la poudre [m],  $R_{particle}$  le rayon d'une particule de poudre [m] et  $u_{z\_particle}$  la vitesse des particules dans la buse [ $\frac{m}{s}$ ]. Enfin, comme le décrivent les auteurs (Tabernero et al., 2012),  $\alpha$  est un facteur d'atténuation du matériau lié aux phénomènes non pris en compte (effet de diffusion, génération de plasma ...).

À partir de leur travail, il est possible d'obtenir  $P_{shad}$ , la puissance perdue suite à l'interaction entre le laser et les particules de poudre suivante :

$$P_{shad} = K_{att} \cdot P_i \quad (3.3)$$

avec  $P_{shad}$  [W] (shad pour *shadow*), la puissance perdue à cause de l'interaction avec les particules de poudre et  $P_i$  [W], la puissance initiale.

On considère ensuite  $P_{att}$ , la puissance atténuée disponible après l'interaction laser/matière de la façon suivante :

$$P_{att} = P_i - P_{shad} = P_i (1 - K_{att}) \quad (3.4)$$

Les auteurs (Tabernero et al., 2012) ont émis un certain nombre d'hypothèses : l'atténuation est indépendante de la puissance, les particules sont considérées sphériques, la distribution de la poudre suit une gaussienne ... Une atténuation de la puissance dans la zone d'interaction laser/matière variant entre 17 et 23% a pu être observée.

Il a été entrepris ici d'appliquer leur calcul à notre cas. La puissance atténuée  $P_{att}$  a été mesurée expérimentalement (Tabernero et al., 2012) et  $K_{att}$ , le facteur d'atténuation, a été déduit de cette mesure. A partir de ces éléments, il est alors possible de déterminer le facteur  $\alpha$ . Une mesure de la puissance atténuée peut en effet être réalisée grâce au protocole décrit sur la figure 3.20. Un appareil de mesure de puissance (*poket monitor*) est placé sous un verre neutre pour protéger l'appareil durant l'expérience. Le laser est alimenté et un jet de poudre est alors projeté en continu. Pendant l'expérience, un jet d'air continu horizontal est injecté pour évacuer la poudre après atténuation de la puissance afin de ne pas abimer le détecteur. L'expérience est renouvelée pour plusieurs puissances laser incidentes comprises entre 900 et 2400 W (Figure 3.20).



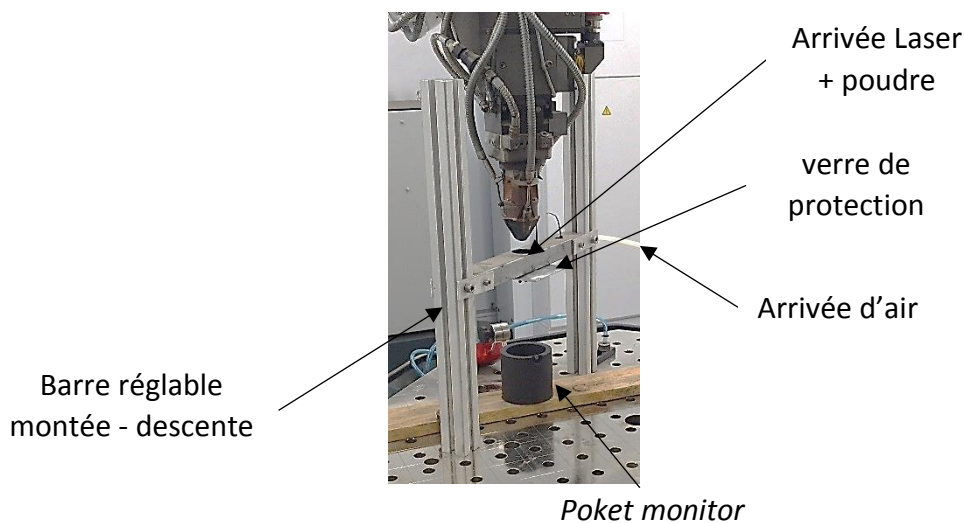


Figure 3.20 : Mesure de la puissance après atténuation par les particules de poudre

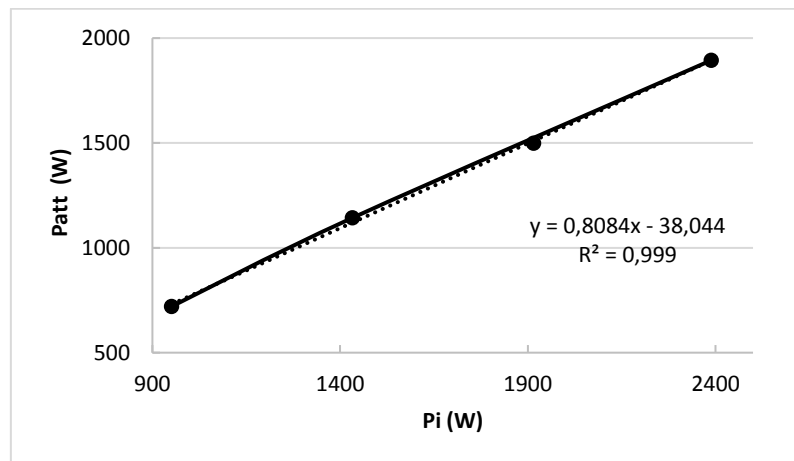


Figure 3.21 : Relation entre la puissance réelle allant au substrat  $P_{att}$  et la puissance incidente lors des essais d'atténuation par le nuage de poudre

La figure 3.21 présente l'évolution de la puissance atténuée  $P_{att}$  par rapport à la puissance incidente  $P_i$ . On peut remarquer que l'évolution est presque linéaire avec un coefficient de corrélation  $R^2$  de 0,999. L'équation de la droite de tendance a permis d'observer qu'environ 20% de la puissance incidente est perdue après une interaction entre le laser et la poudre.

A titre d'exemple, pour une puissance incidente mesurée de 1916 W, la puissance atténuée est de 1498 W pour un débit de poudre de 28,5 g/min. L'expérience a été limitée à une puissance de 2400 W pour ne pas endommager le verre de protection. A partir de ces valeurs, il est possible de calculer le facteur  $\alpha$  qui est égal à 6 (résultat en accord avec la littérature (Tabernero et al., 2012)). Si  $\alpha$  est égal à 1, l'atténuation est seulement due au nuage de particules. La valeur calculée de 6 montre que d'autres phénomènes (effet de diffusion, génération de plasma ...) contribuent de manière non négligeable à l'atténuation de la puissance incidente.

Cette atténuation ne peut en rien expliquer à elle seule la discontinuité de dilution dans la section. En revanche, El Cheikh et al. (El Cheikh et al., 2012) ont mis en évidence une distribution de poudre dépendant de la position du substrat par rapport au plan focal de la

poudre incidente durant le rechargement. Il s'agit de la position  $f_s$  comme décrit dans le chapitre 1, figure 1.20. Ils ont notamment observé que, lorsque le substrat est placé au niveau du plan focal  $f_s$ , on obtient une distribution gaussienne de cette poudre. Or, durant le rechargement, et comme présenté sur la figure 2.4 du chapitre 2, le centre de la courbure (de la zone à recharger) est placé dans le plan focal de la poudre. On a donc utilisé l'Eq. 1.7 (équation de la gaussienne) (Qi et al., 2006), associée à l'Eq. 1.8 décrivant la loi de Beer Lambert, dans le but de calculer l'atténuation de la puissance en tout point de la gaussienne. La quantité de poudre  $N$  [ $m^{-3}$ ] de l'Eq. 1.7 est calculée comme suit :

$$N_p = \frac{D_m^* \frac{\Delta z}{u_{z\_particle}}}{\rho \cdot V_{particle}} \quad (3.5)$$

avec  $V_{particle}$  le volume des particules de poudre [ $m^3$ ].  $\Delta z$  et  $u_{z\_particle}$  ont été définis dans l'Eq. 3.2 et  $m_p$  représente la masse d'une particule de poudre [kg]. Toutes les valeurs des grandeurs définies ici sont données dans l'annexe C1.

On obtient alors la distribution de poudre par rapport au centre du flux ( $r=0$ ) (Figure 3.22) pour un diamètre de spot de 4 mm et un débit de poudre de 28,5 g/min.

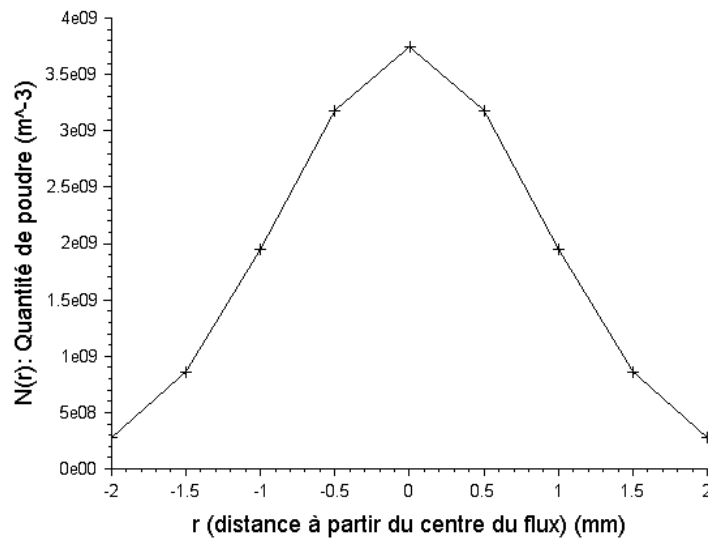


Figure 3.22 : Évolution de la quantité de poudre dans la zone de jet considérée.

L'Eq. 1.8 a été adaptée de telle sorte à prendre en compte l'influence de  $\alpha$ . La puissance atténuée par les particules de poudre devient alors :

$$P'_l(r, l) = P_l(r) \cdot \text{Exp}(-\alpha S N(r) l) \quad (3.6)$$

La figure 3.23 illustre l'évolution de la puissance atténuée en fonction de la position dans la zone du jet de poudre pour une puissance initiale de 2800 W.

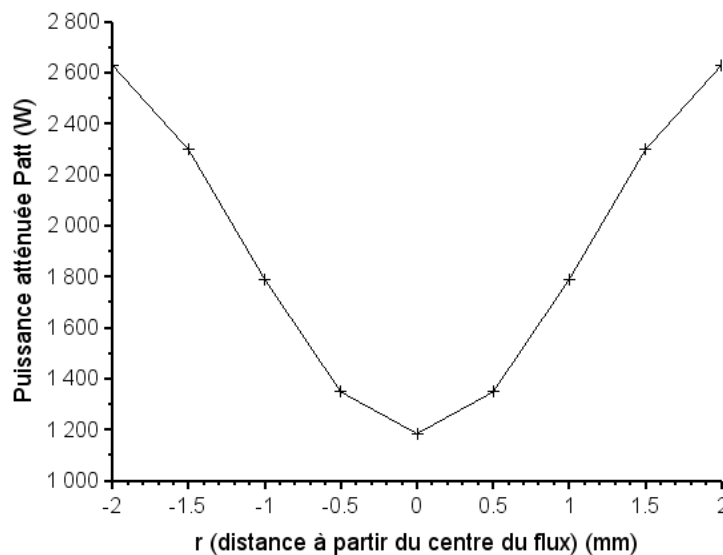


Figure 3.23 : Atténuation de la puissance en fonction de  $r$

On observe, à partir de la figure 3.23, qu'au centre du jet de poudre, la puissance est minimale (ici 1200 W pour une puissance incidente de 2800 W, soit une perte de 57%), et c'est à cet endroit que se trouve positionné le centre de la courbure du substrat à recharger. Il n'est donc pas étonnant que le défaut d'accroche soit observé le plus souvent dans cette zone centrale, fortement atténuée en termes de puissance.

A cela s'ajoute la nature réfractaire du matériau de base (Cuivre) au rayonnement laser. En effet, celui-ci n'absorbe que 6% du rayonnement atténué, soit en théorie 72 W dans notre exemple. Cela confirme le fait qu'au niveau du centre de la courbure, dans certains cas (en fonction des autres paramètres de rechargement), l'accroche ne puisse pas s'opérer.

Pour ce type de matériaux de forte conductivité thermique et de faible absorptivité, il serait sûrement souhaitable de s'éloigner du plan focal de la poudre afin de lisser les hétérogénéités de dilution le long de l'interface dépôt/substrat et donc d'améliorer la continuité de l'accroche.

Notons cependant qu'une distribution de type *top hat* (au niveau du plan focal du laser) a été considérée pour le calcul. Or, le substrat est situé en dessous du plan focal du laser, décrivant ainsi une distribution de type gaussienne. Cela entraîne une surestimation de la puissance disponible sur les bords de la courbure du substrat.

## II. Caractérisation mécanique

Dans cette partie, une caractérisation mécanique via des analyses de contraintes résiduelles et de dureté est proposée pour décrire l'influence du rechargement et de l'hétérogénéité de l'accroche sur le comportement des matériaux.

### II.1. Étude des contraintes résiduelles

Des mesures de déformations résiduelles ont permis d’observer l’influence du rechargement sur les contraintes résiduelles en surface. Les zones de mesures ont été décrites dans le chapitre 2 (Figure 2.14). Les résultats sont présentés sur les figures 3.24 et 3.25.

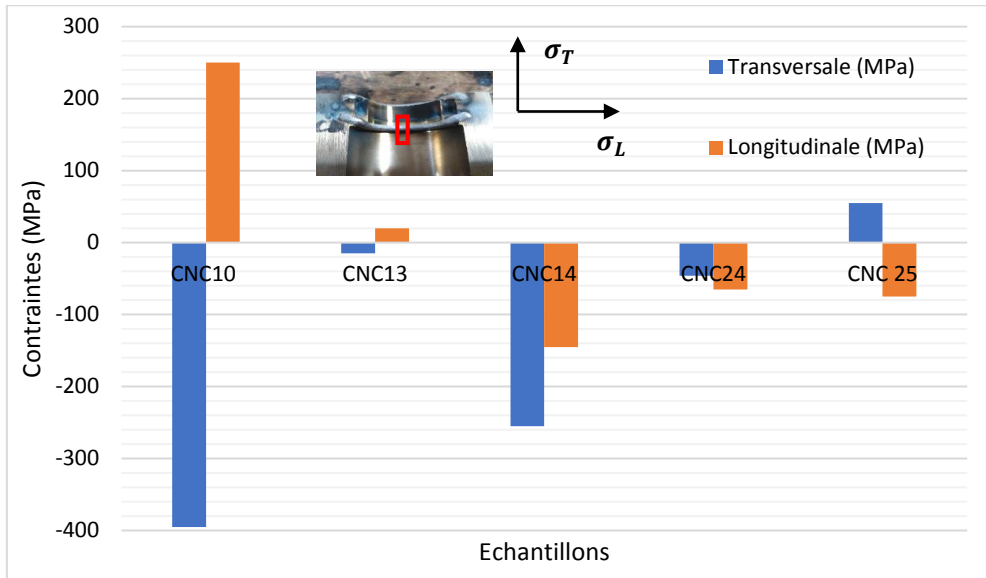


Figure 3.24 : Contraintes résiduelles en fonction des conditions de rechargement dans la zone centrale d’un segment circulaire

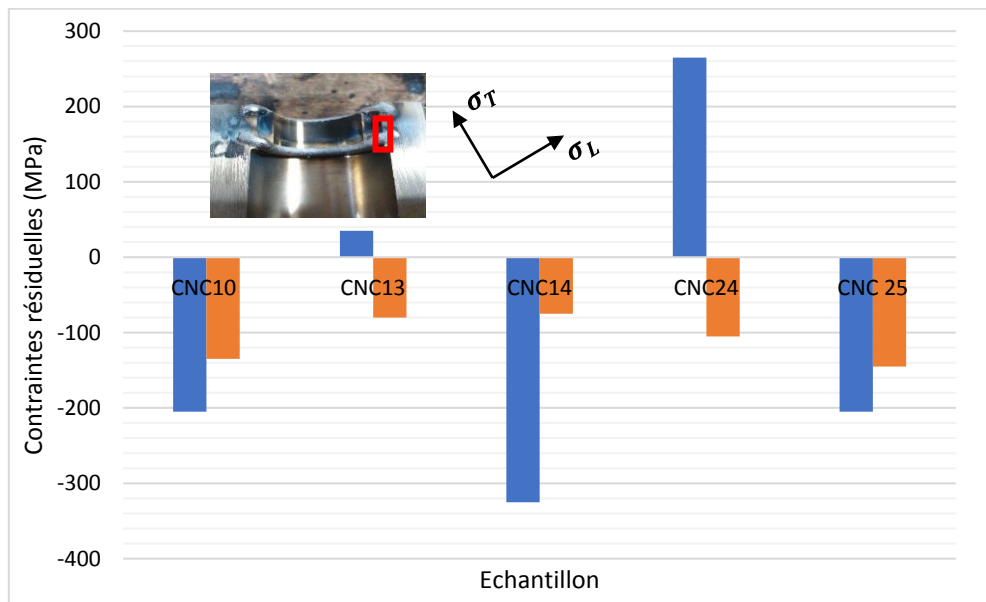


Figure 3.25 : Contraintes résiduelles en fonction des conditions de rechargement à l’extrémité du segment circulaire

Une forte hétérogénéité des valeurs de contraintes est mise en évidence en fonction des échantillons étudiés. Mais globalement, les contraintes mesurées (en surface du dépôt) sont en compression. Les contraintes les plus élevées sont observées au niveau du centre du

segment circulaire (Figure 3.24) après rechargement ( $\approx$ - 400 MPa pour l'échantillon CNC 10 en transversale). Tandis qu'au niveau du bord du segment, les contraintes en compression sont plus faibles ( $\approx$ -320 MPa pour l'échantillon CNC 14).

Le comportement global en compression du nickel peut s'expliquer par son coefficient de dilatation thermique de  $13.10^{-6} K^{-1}$  qui, comparé à celui du Cu-Ni-Al de  $18.10^{-6} K^{-1}$ , contraint le nickel à se contracter lors du refroidissement. Tandis que le substrat aura tendance à subir des contraintes résiduelles de traction pouvant entraîner une fissuration.

## II.2. Évolution de la dureté

### II.2.1. Évolution de la dureté de part et d'autre de l'interface

Des mesures de dureté (moyenne de 10 valeurs) ont été réalisées sur l'échantillon CNC 24 dans différentes zones du dépôt et du substrat avec une charge de 0,01 kgf. Cela permet de mettre en évidence les duretés caractéristiques de certains éléments constituant la microstructure du dépôt, du substrat, ainsi que de l'interface. Les positions mesurées sont indiquées en rouge sur la figure 3.26.

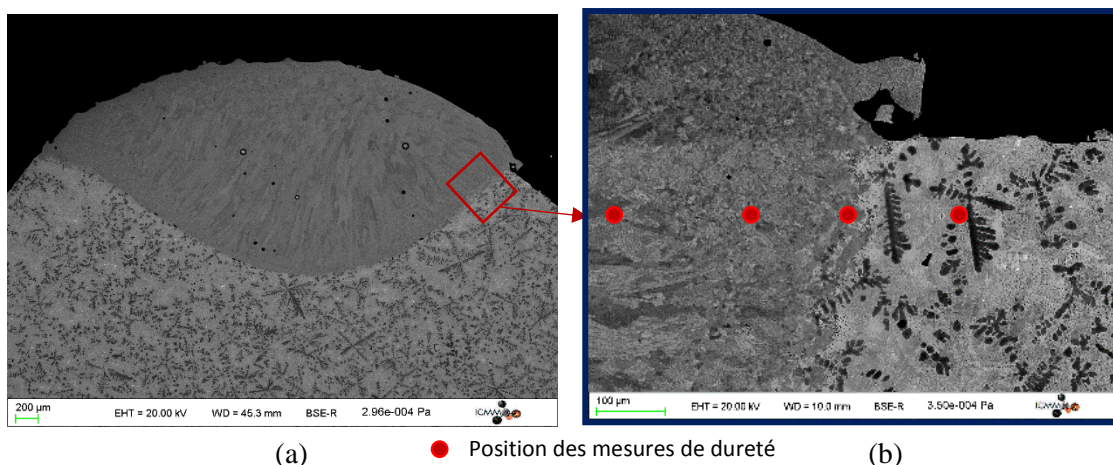


Figure 3.26 : MEB-BSE sur l'échantillon CNC 24 (a) Sélection de la zone et (b) position des mesures de dureté

En effectuant un bilan de ces mesures, il est possible de déterminer les duretés moyennes des éléments caractéristiques de la microstructure (Figure 3.27). On remarque une hétérogénéité des valeurs. Par exemple, au niveau de la zone colonnaire, dans le dépôt, la dureté moyenne est d'environ 310 HV. Concernant la zone de grains equiaxes, cette valeur est plus faible (autour de 250 HV environ). Dans le substrat, la matrice présente une dureté moyenne de 320 HV. Il est intéressant de noter que dans la zone de dilution, la dureté est

particulièrement élevée. En effet, cette zone possède une dureté moyenne autour de 525 HV. Pour comprendre cette forte valeur de dureté, une discussion est proposée dans la partie II.3.

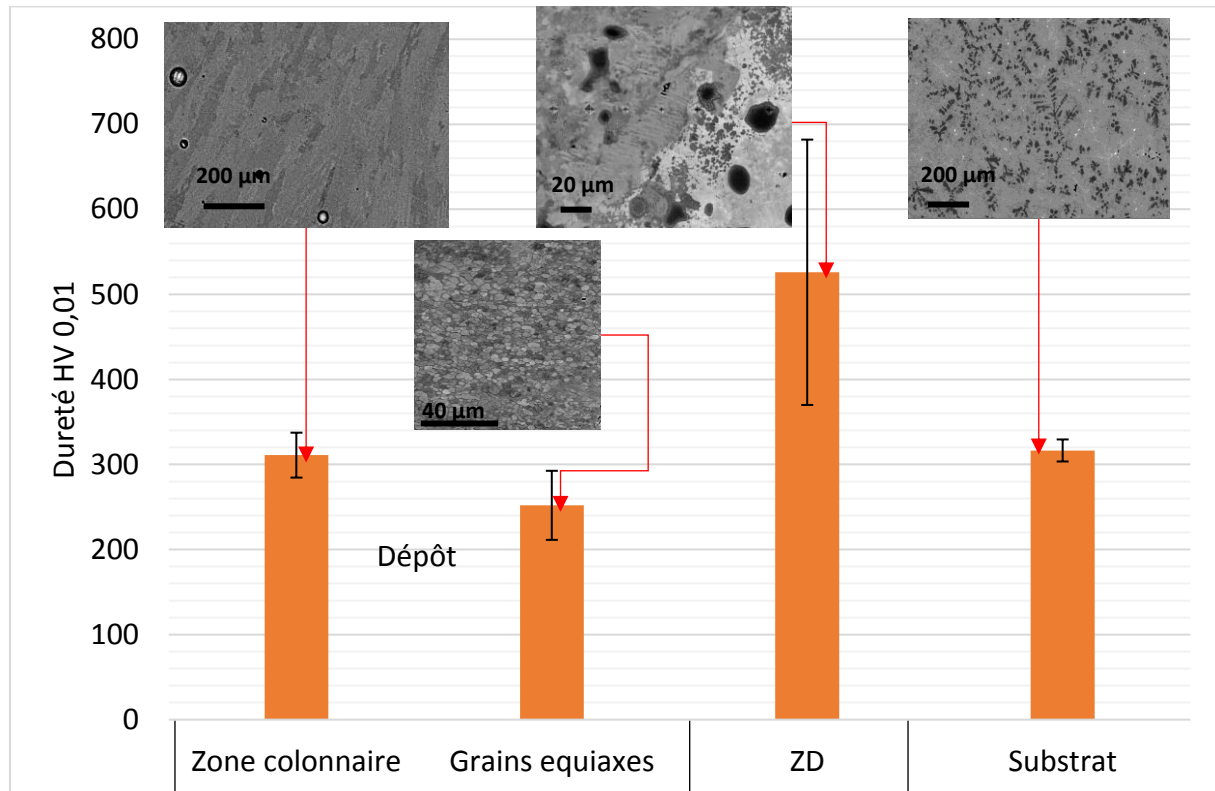


Figure 3.27 : Dureté des matériaux en fonction de la zone d'analyse

### II.2.2. Évolution de la dureté dans la section

Des mesures de dureté ont également été réalisées sur toutes les zones de la section (zones a à e) (Figure 3.12) pour observer l'influence de l'hétérogénéité de la dilution (a fortiori de l'accroche) sur la dureté dans le dépôt et dans le substrat (Figure 3.28). Un calcul de la dureté moyenne (sur 5 valeurs) a été réalisé pour chaque zone de l'échantillon CNC 24 sachant qu'il existe une forte dispersion ( $\pm 156$  HV) dans la ZD (Figure 3.27).

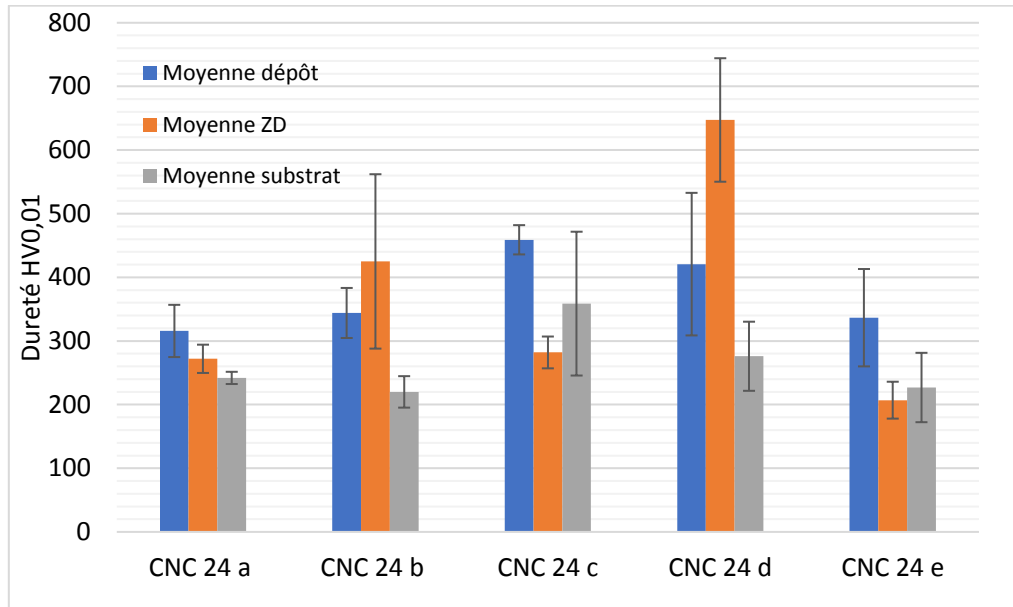


Figure 3.28 : Dureté dans toute la section pour l'échantillon CNC 24

La figure 3.28 ne permet pas de mettre en évidence une éventuelle évolution de la dureté dans la section que ce soit dans le dépôt où dans le substrat. On note simplement parfois des valeurs élevées de la dureté dans la ZD comme souligné précédemment.

D'une manière générale, on peut donc en conclure que la dureté n'est pas influencée de manière notable par la dilution hétérogène dans la section.

### II.2.3. Évolution de la dureté en fonction des conditions de rechargement

Dans cette partie, la dureté a été mesurée dans la zone a (où la ZD >35 $\mu$ m) pour les échantillons rechargés avec différents paramètres (6 échantillons du tableau 3.1). Tous les échantillons présentent un pic de dureté au niveau de la ZD. La figure 3.29 montre l'évolution des valeurs de dureté moyennées sur les 6 échantillons du dépôt au substrat.

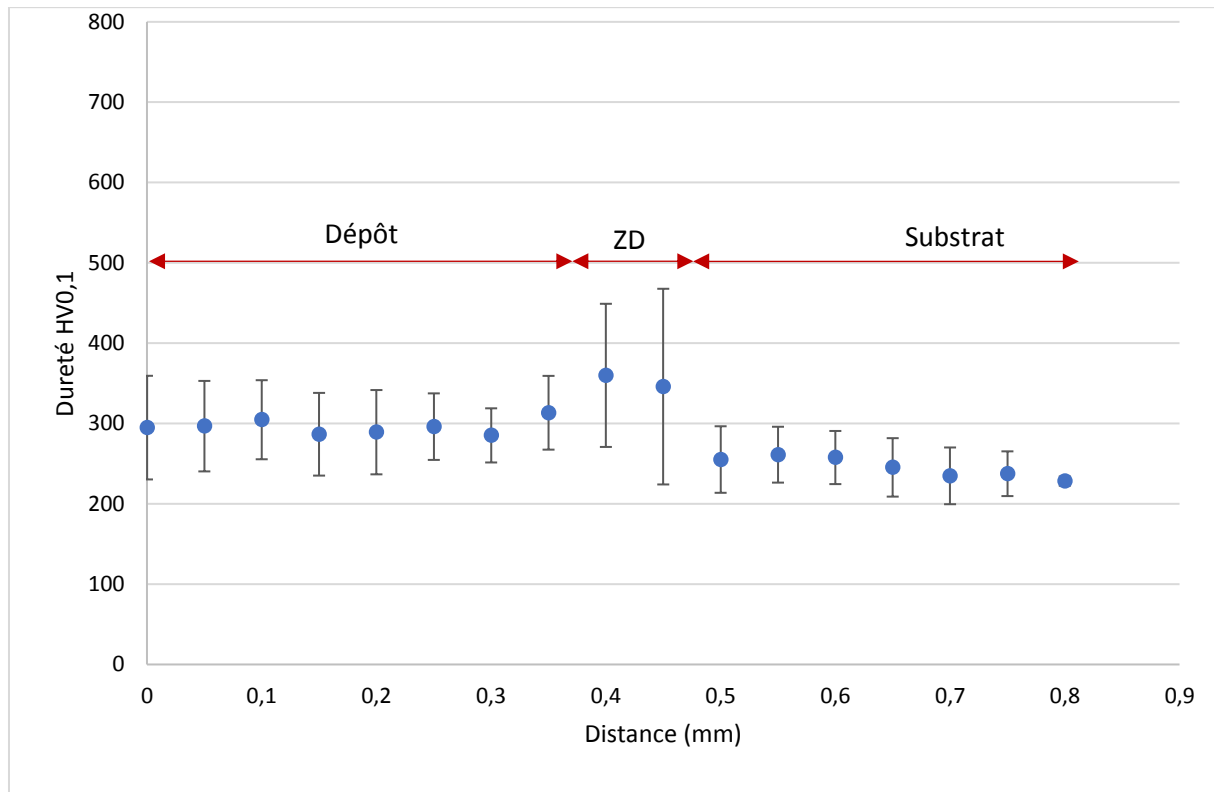


Figure 3.29 : Évolution de la dureté de part et d'autre de l'interface pour les 6 échantillons étudiés

La dureté du dépôt est d'environ 300 HV quels que soient les paramètres de rechargement. Dans le substrat, elle présente des valeurs qui oscillent autour de 245 HV. Concernant la ZD, on observe à nouveau un pic de dureté (quels que soient les échantillons). En conséquence, et d'une manière générale, les paramètres de rechargement influent peu sur la dureté des matériaux. Dès lors qu'une dilution chimique existe, la dureté de cette zone est supérieure à celle des matériaux adjacents.

### II.3. Discussion sur l'origine de la dispersion de dureté dans la ZD

La dureté moyenne dans le dépôt est d'environ 300 HV. Cela reste vrai quelles que soient les conditions de rechargement. La même remarque a été faite pour le substrat qui présente une dureté d'environ 245 HV en moyenne. Un élément à relever est la dureté à l'interface dépôt/substrat qui, localement, peut atteindre 700 HV.

Pour comprendre cette augmentation de dureté et la forte dispersion observée à l'interface dépôt/substrat, une analyse microstructurale fine a été entreprise (Figure 3.30).



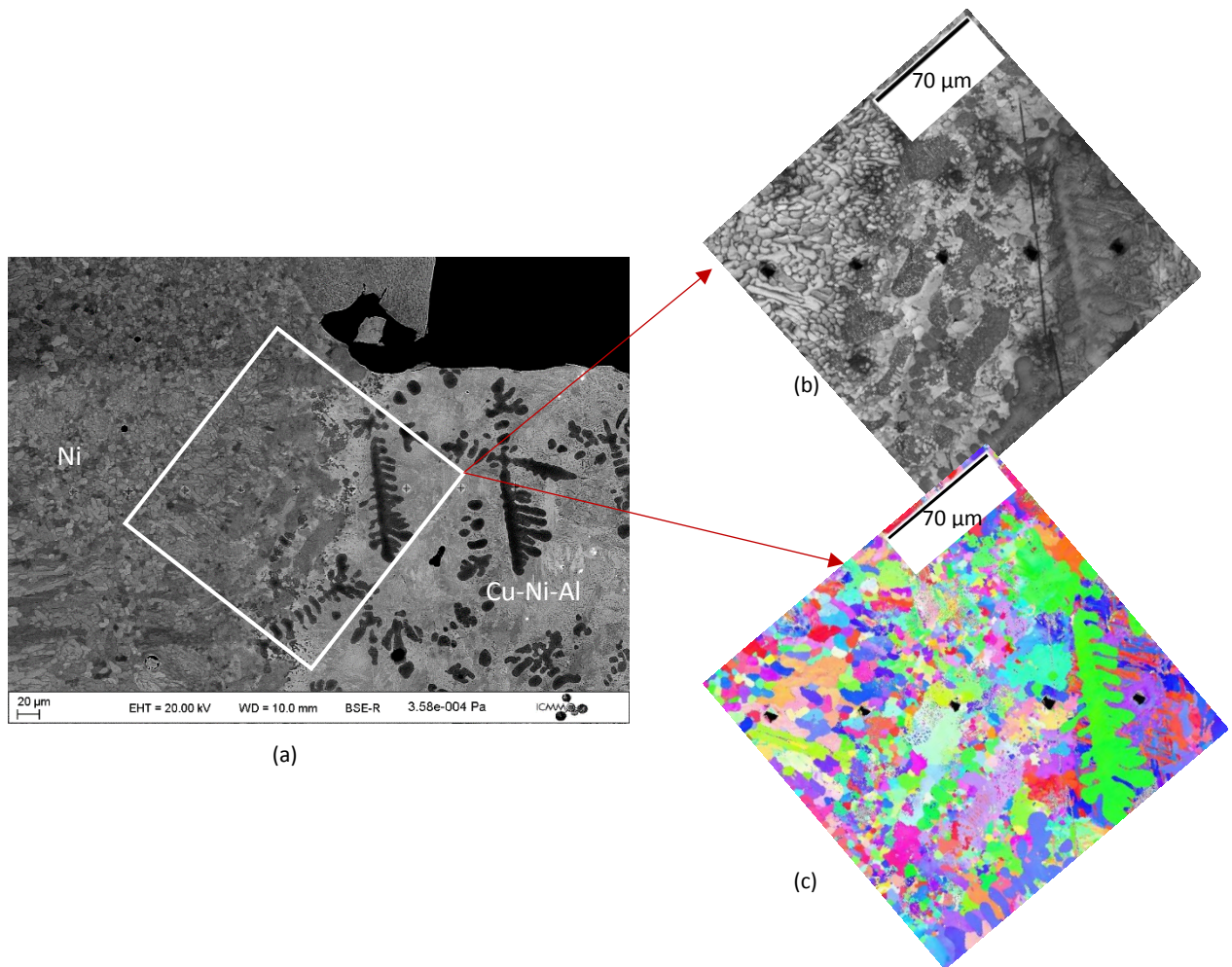


Figure 3.30 : Zone a de l'échantillon CNC 24 (a) MEB-BSE de la zone d'intérêt et cartographies EBSD (b) IQ du zoom de la ZD et (c) IPF de la ZD

À partir de l'analyse au MEB-BSE de la zone a de l'échantillon CNC 24 présentée sur la figure 3.30a, on peut clairement identifier deux phases en présence dans la ZD. Un zoom de la zone (IQ sur la figure 3.30b) permet de mieux les visualiser. Une phase en gris clair et une phase en gris foncé sont mises en évidence. L'IPF du même zoom, figure 3.30c, montre la présence de grains équiaxes dans le dépôt.

Une analyse chimique (Figure 3.31) a été réalisée de part et d'autre de l'interface de cette zone selon le protocole présenté dans le chapitre 2 (Figure 2.13).

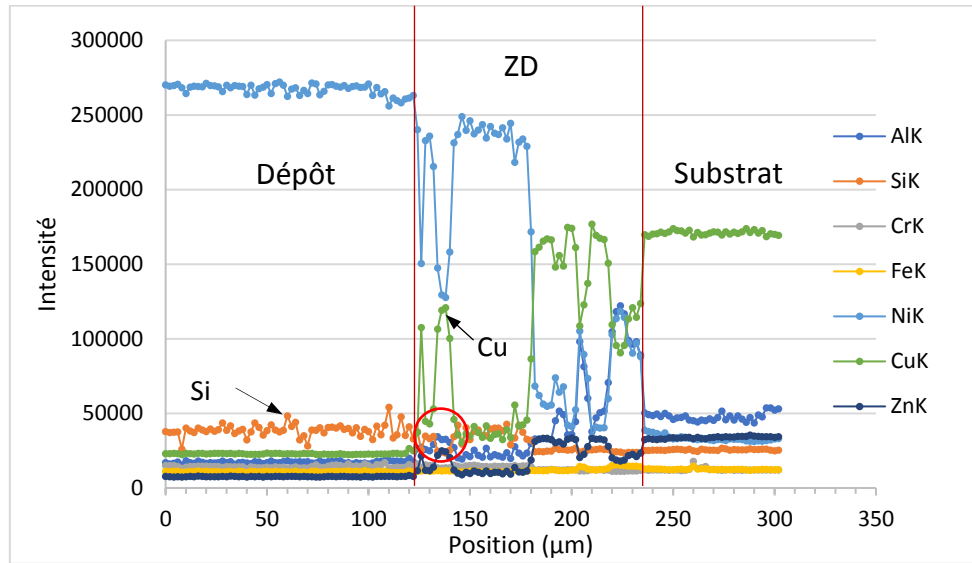


Figure 3.31 : Évolution de la composition chimique de part et d'autre de l'interface dans la zone a de l'échantillon CNC 24

En observant l'évolution de la composition chimique de la zone a, figure 3.31, il est possible de noter une légère diminution de la teneur en silicium dans certaines zones de la ZD (cercle rouge). Cette diminution s'accompagne d'une baisse de la teneur en nickel et d'une hausse de celle du cuivre.

Hemmati et al. (Hemmati et al., 2013) ont soulevé l'influence du rapport Si/B sur les phases qui se forment dans l'espace interdendritique du dépôt. La formation d'un eutectique Ni-Ni<sub>3</sub>B (phase à forte dureté sujette à la fissuration) peut avoir lieu en fonction du ratio Si/B (en dessous de 3). Le silicium se dissout facilement dans le nickel (jusqu'à 8,2%<sub>m</sub> de Si) lors de la fusion et de la solidification, ce qui n'est pas le cas du bore selon les diagrammes de phases Ni-B et Ni-Si (Baker, 1992). Si le pourcentage massique du silicium n'est pas assez important, il peut être facilement dissous dans le nickel et ne permettra pas la formation de Ni-Ni<sub>3</sub>Si (phase plus ductile), ce qui favorisera donc la formation du Ni-Ni<sub>3</sub>B. Dans leur travail, Hemmati et al. (Hemmati et al., 2013) ont fait le lien entre un rapport Si/B égal à 1,5 (associé à la présence de précipités de chrome) et la forte dureté dans le dépôt (jusqu'à 900 HV).

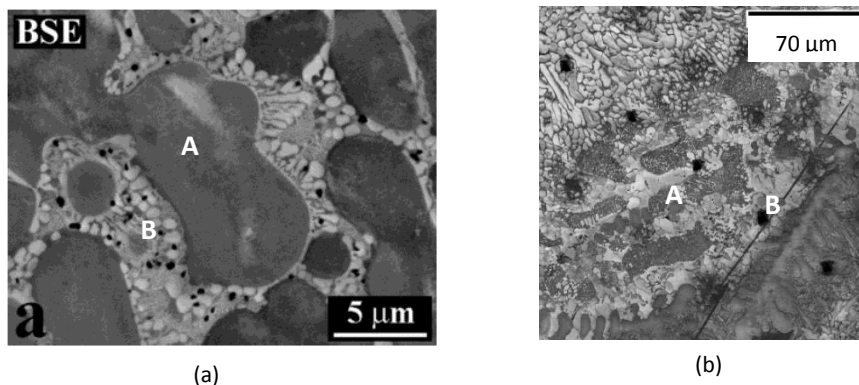


Figure 3.32 : Comparaison entre deux structures : (a) MEB-BSE observée dans la zone interdendritique dans la littérature (Hemmati et al., 2013) et (b) EBSD (IQ) de la ZD pour la zone a de l'échantillon CNC 24

La figure 3.32 montre la forte similitude entre la microstructure décrite par Hemmati et al. (Hemmati et al., 2013) (Figure 3.32a) et la micrographie observée dans la ZD lors d'une forte dilution (60  $\mu\text{m}$  environ) après caractérisation par EBSD (Figure 3.32b). D'après les auteurs, la zone en gris foncé (lettre A sur la figure 3.32a) représenterait une dendrite, tandis que la zone en gris clair (lettre B sur la figure 3.32a) représenterait l'espace interdendritique avec l'eutectique.

Nous utilisons ces travaux pour comprendre nos résultats. Pour cela, un calcul du rapport Si/B sur la base de la composition du dépôt, donne la valeur de 1,47 (2,5(Si)/1,7(B)), très proche de celle de Hemmati et al. Cependant, nous observons des duretés n'excédant pas 400 HV dans le dépôt (cela peut être expliqué en partie par le faible taux de Cr de 0,3%<sub>m</sub> (14% dans l'étude d'Hemmati et al.)). Néanmoins, dans l'interface dépôt/substrat, on observe une diminution de la composition en Si avec des valeurs variant entre 1,9 et 2,4. Cela entraîne un rapport Si/B réduit et dans un intervalle de 1,1 à 1,4 en supposant un pourcentage de bore constant. En effet, l'impossibilité de détecter le taux de bore avec nos moyens de mesure (MEB-EDS), ne nous permet pas de connaître exactement la quantité de bore présent. L'hypothèse que nous émettons est donc que la forte augmentation de la dureté dans la ZD serait due à la présence de la phase Ni-Ni<sub>3</sub>B. Cette supposition devra cependant être vérifiée par des expériences complémentaires.

Sous certaines conditions d'élaboration, une fissuration peut avoir lieu dans cette zone de forte dureté. Un compromis doit donc être trouvé pour assurer l'accroche, grâce à la fusion, tout en limitant l'apparition de composés de dureté trop élevée.

A titre d'exemple, l'échantillon CNC 1 présente une fissuration avec les paramètres suivants : P=2400 W, v=2,5 mm/s, D=24,5 g/min et D<sub>s</sub>=2 mm. Notons que cet échantillon a été réalisé avec les valeurs minimales des 4 paramètres de rechargement. Après découpe et polissage de la section, nous observons sa microstructure sur la figure 3.33. Une fissuration longeant l'interface est bien visible.

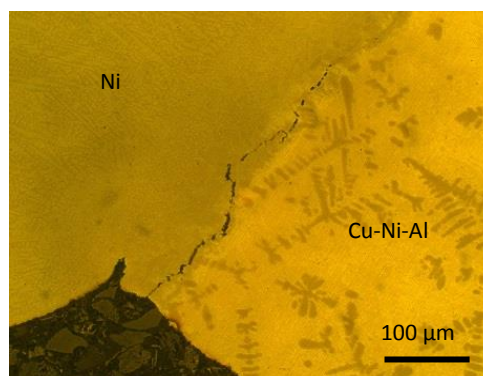


Figure 3.33 : Observation en microscopie optique de l'interface dépôt/substrat de l'échantillon CNC 1 avec présence de fissuration

Une analyse EBSD de la zone concernée est présentée sur la figure 3.34.

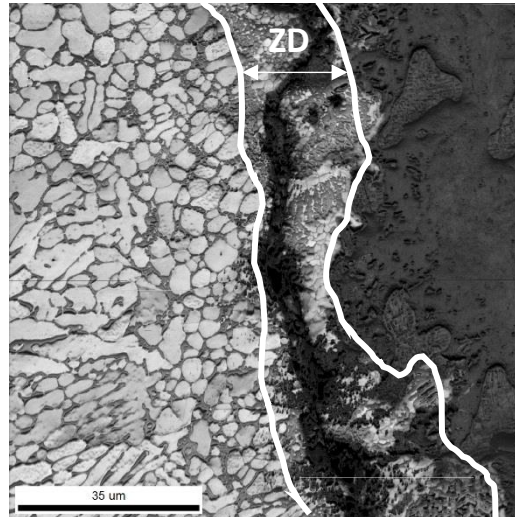


Figure 3.34 : Cartographie EBSD (IQ) de la zone fissurée sur l'échantillon CNC1

La fissure traverse la ZD qui présente les deux phases A et B décrites sur la figure 3.32. Pour expliquer son apparition, l'énergie volumique  $E$  [ $\frac{J}{mm^3}$ ] subie par la poudre et le substrat a été calculée (Eq. 3.7).

$$E = \frac{P}{vS} \quad (3.7)$$

avec  $P$  la puissance en W,  $v$  la vitesse en mm/s et  $S$  la surface d'interaction entre le laser et le substrat en  $mm^2$ . L'énergie volumique pour l'échantillon CNC 1 est de  $303 J/mm^3$  tandis qu'elle n'est que de  $5 J/mm^3$  pour l'échantillon CNC 24 qui n'a pas fissuré. La très grande valeur d'énergie volumique subie par le substrat et la poudre fondue dans cette zone de l'échantillon CNC 1 peut expliquer l'amorçage de la fissuration à l'interface dépôt/substrat notamment en présence d'une phase fragile.

### III. Prédiction par ANOVA de l'accroche et de la géométrie du cordon final

L'une des grandes lignes de ce travail de thèse a été d'utiliser une méthode de calcul par la variance (ANOVA) pour prédire l'influence des paramètres de rechargement sur l'accroche, la hauteur et la largeur du dépôt. Le plan d'expérience Taguchi (chapitre 2, § III.1) a permis de limiter le nombre d'expériences tout en s'assurant d'avoir des données explorant un éventail très large de combinaisons de paramètres.

#### III.1. Influence des paramètres de rechargement sur l'accroche

Le tableau 3.2 présente les résultats de l'analyse ANOVA pour l'accroche (à partir des données du chapitre 2, tableau 2.9) confirmant que le modèle mathématique est significatif avec un p-value inférieure à 0,05. F-value (décrit dans l'annexe A), égale à 77,2 confirme que le modèle est significatif. A partir de ce tableau, on peut discuter la somme des carrés (*Sum of squares*), définie mathématiquement dans l'annexe A. Elle permet d'analyser la différence d'impact entre les paramètres. On peut ainsi remarquer que les sommes des carrés des trois

paramètres P, v et D sont plus ou moins équivalentes (même ordre de grandeur), même si elle est un peu plus élevée pour la vitesse. Cela veut dire que les paramètres de rechargement ont une influence plus ou moins équivalente sur l'accroche.

Concernant les couples liés à la vitesse, on observe que leur impact est plus important car il existe un rapport d'environ dix entre la somme des carrés de ces couples et le premier (PD).

Tableau 3.2 : Analyse ANOVA de l'accroche

Source	Sum of Squares	F Value	P -value Prob > F	
Model	3,700	77,230	< 0,0001	Significatif
P-Puissance	0,690			
D- Débit de poudre	0,430			
v-Vitesse d'avance laser	0,830			
PD	0,025			
Pv	0,440			
Dv	0,330			
P <sup>2</sup>	0,030			
D <sup>2</sup>	5,162E-003			
v <sup>2</sup>	0,028			
Residual	0,053			
Lack of Fit	0,053			
Pure Error	0			
Cor Total	3,750			

À partir du modèle ANOVA construit, on peut tracer la courbe des valeurs prédites en fonction des valeurs mesurées (Figure 3.35). Le coefficient de régression linéaire  $R^2$  est égal à 0,9858, ce qui est acceptable au regard des valeurs de la littérature. En effet, des valeurs de  $R^2$  autour de 0,85 ont été considérées comme représentatives par Sun et Hao (Sun and Hao, 2012).

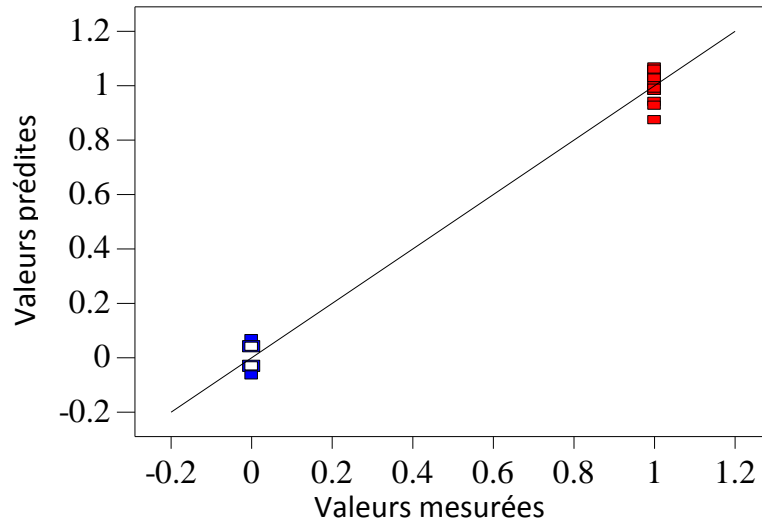


Figure 3.35 : Valeurs d'accroche prédites en fonction des valeurs mesurées

Sur la base de ces différentes considérations, le modèle est considéré comme satisfaisant.

Les courbes de perturbation (Figure 3.36) permettent de visualiser l'influence individuelle de chaque facteur sur l'accroche.

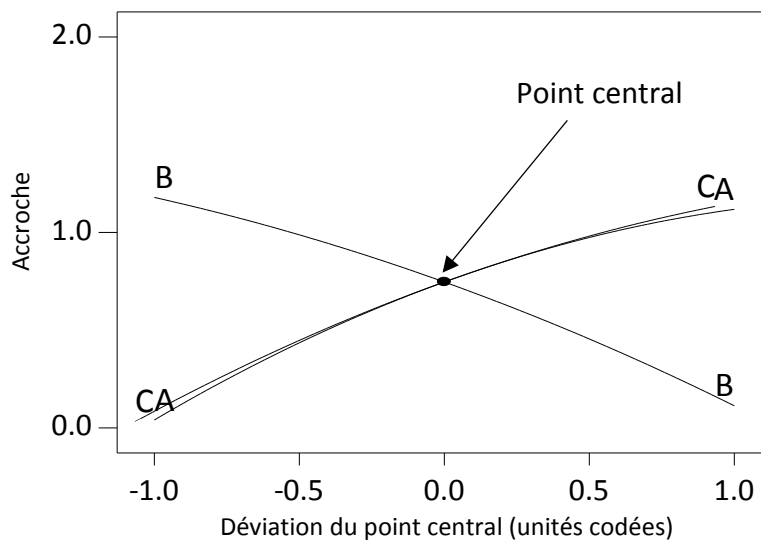


Figure 3.36 : Courbes de perturbation montrant les effets de tous les facteurs sur l'accroche avec A : code de la puissance P, B : code du débit de poudre D et C : code de la vitesse v

Le principe est le suivant : un point est choisi (point central 0), il s'agit des paramètres centraux CHPOLANSKY (P=2800 W, D=28,5 g/min et v=6,5 mm/s). Sur l'axe des abscisses, la représentation est codée de -1 à +1, représentant l'amplitude de variation de chaque paramètre. Par exemple, pour la puissance, la valeur correspondant au code zéro est 2800 W. On fait varier ensuite cette valeur entre 2400 et 3200 W (avec 2400 codé à -1 et 3200 codé à 1). L'intervalle est de 200 W et la puissance de 3000 W est donc codée à 0,5.

Sur la figure 3.36, on peut observer que les trois paramètres ont une influence non négligeable sur l'accroche car aucune évolution n'est représentée par une droite avec une pente égale à zéro. En effet, dans ce dernier cas, le paramètre correspondant n'aurait aucun



effet sur la réponse considérée quelle que soit sa valeur. On voit notamment que diminuer la vitesse entraîne la diminution de la valeur d'accroche. C'est aussi le cas pour la puissance. Au contraire, la diminution du débit de poudre améliore l'accroche. Ce graphique ne prend pas en compte l'influence des couples de paramètres mais donne une indication sur l'impact individuel de chacun d'eux.

En utilisant le modèle ANOVA, nous pouvons aussi définir l'accroche en fonction des paramètres de rechargement à l'aide de deux équations du second ordre. La première est une équation d'influence (Eq. 3.8) permettant, uniquement à partir des coefficients d'impact relatifs, de savoir quel paramètre (codé) a le plus d'influence sur la réponse considérée (A est le terme codé pour la puissance, B celui pour le débit de poudre et C celui pour la vitesse). Cette équation montre notamment si un paramètre a une influence négative ou positive sur la réponse. La seconde équation (Eq. 3.9) permet de calculer l'accroche finale que l'on obtiendra en fonction des paramètres de rechargement considérés. Dans cette équation, les vraies valeurs des paramètres sont donc prises en compte.

$$A_C = 0,71 + 0,59A - 0,59B + 0,55C + 0,36AB - 0,80AC + 0,83BC - 0,17A^2 - 0,10B^2 - 0,13C^2 \quad (3.8)$$

$$A'_C = 4,57 + 4,29 \cdot 10^{-3}P - 0,76D + 0,17v + 2,23 \cdot 10^{-4}P \cdot D - 5,32 \cdot 10^{-4}P \cdot v + 0,055D \cdot v - 1,04 \cdot 10^{-6}P^2 - 6,27 \cdot 10^{-3}D^2 - 9,1 \cdot 10^{-3}v^2 \quad (3.9)$$

L'Eq. 3.8 permet d'observer que les trois paramètres ont une influence individuelle équivalente avec des coefficients qui varient entre 0,55 et 0,59. Elle montre aussi que le débit de poudre a une influence négative sur l'accroche tandis que la puissance et la vitesse ont une influence positive. L'augmentation du débit de poudre entraîne la diminution de l'accroche tandis que l'augmentation de la vitesse et de la puissance l'améliore. Ces évolutions sont bien sûr en adéquation avec les courbes de perturbation tracées sur la figure 3.36. Nous pouvons encore une fois remarquer que les couples ayant le plus d'influence sont ceux liés à la vitesse de rechargement. En effet le couple puissance/vitesse a un coefficient de 0,83 et le couple débit de poudre/vitesse de 0,80, tandis que le couple puissance/débit de poudre a un coefficient de 0,36. Une autre information intéressante que l'on peut noter grâce à cette équation, est que le couple puissance/vitesse a une influence négative sur l'accroche tandis que le couple débit de poudre/vitesse présente un impact positif. Les termes du second degré  $P^2$ ,  $D^2$  et  $v^2$  ont des impacts globalement plus faibles que ceux des termes individuels et des couplages. Ils ont donc moins d'influence sur l'accroche.

La figure 3.37 présente l'influence des paramètres de rechargement sur l'accroche. Il s'agit de la *Response Surface Methodology* (RSM) définie dans le chapitre 1 (§III.3.1). Pour chaque représentation 2D, un paramètre sur les trois est fixé selon les valeurs standard CHPOLANSKY ( $P=2800$  W ;  $D=28,5$  g/min et  $v=6,5$  mm/s). Rappelons que la valeur 1 correspond à une accroche parfaite et la valeur 0, à une mauvaise accroche.

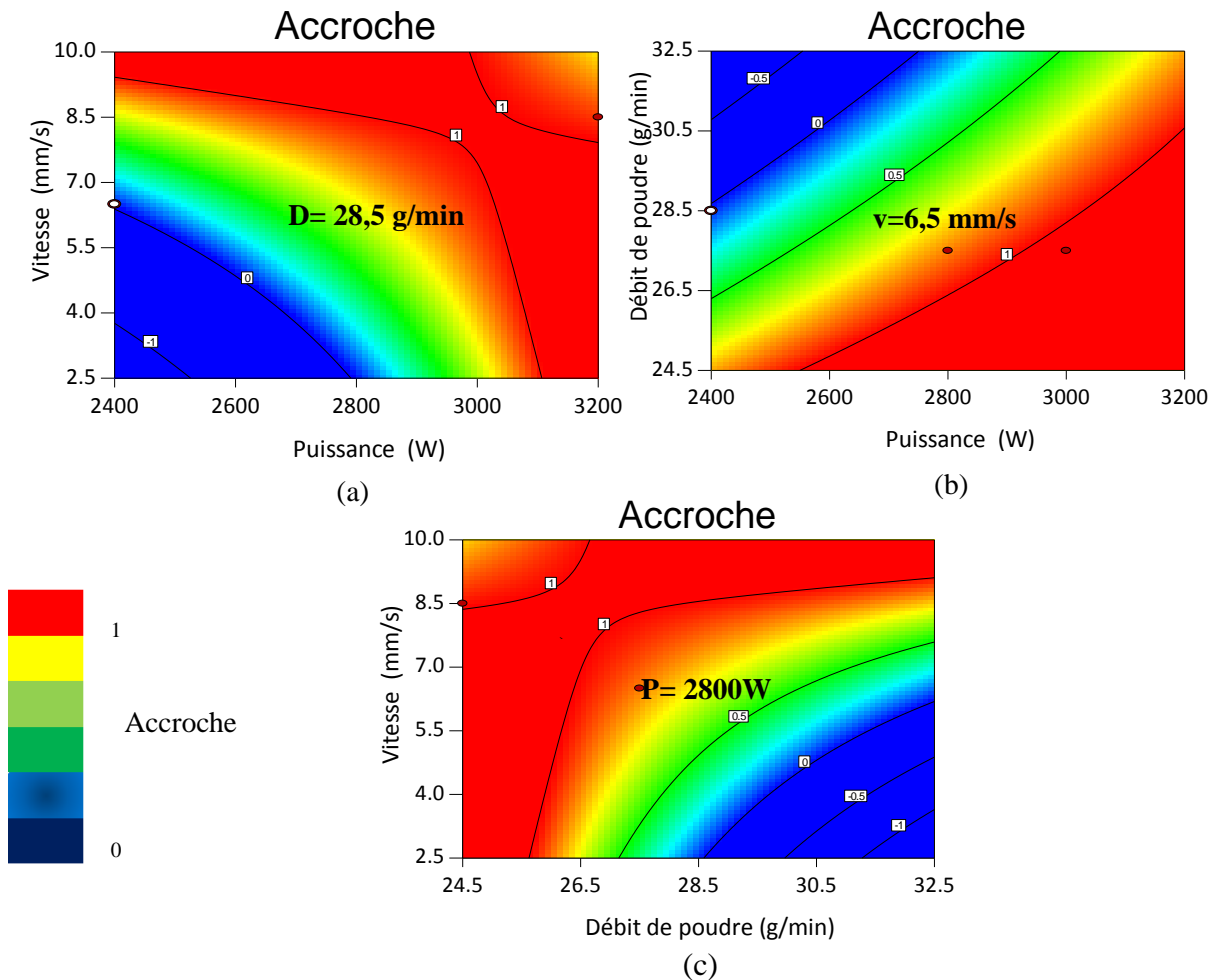


Figure 3.37 : Influence des paramètres de rechargement sur l'accroche - (a) Couple vitesse/puissance à débit de poudre fixé (valeur CHPOLANSKY de 28,5 g/min), (b) couple débit de poudre/puissance à vitesse fixée (valeur CHPOLANSKY de 6,5 mm/s) et (c) couple vitesse/débit de poudre à puissance fixée (valeur CHPOLANSKY de 2800 W)

On peut observer à partir des figures 3.37a et b que l'accroche semble possible quels que soient la vitesse et le débit à partir d'une puissance de 3100 W. Cela montre qu'à partir de cette puissance, la fusion des deux matériaux est suffisante pour obtenir une parfaite adhésion dépôt/substrat. Pour des puissances plus faibles, il est possible d'obtenir l'accroche en faisant varier la vitesse et/ou le débit de poudre. Par exemple, augmenter la vitesse au-delà de 8,5 mm/s permet d'obtenir cette accroche pour toutes les puissances avec le même débit de poudre de 28,5 g/min (Figure 3.37a). D'après les figures 3.37b et c, pour une puissance donnée et une vitesse donnée, l'augmentation du débit de poudre entraîne la diminution de cette accroche.

### III.2. Influence des paramètres de rechargement sur la géométrie du cordon

Grâce à la méthode ANOVA, l'influence des paramètres de rechargement sur la géométrie des cordons (L et H) peut être calculée et présentée sous forme de graphes-



### III.2.1. La largeur

La même démarche que pour l'accroche a été suivie pour la largeur. On trouvera en annexe C2 le tableau montrant que l'analyse ANOVA est significative.

L'analyse ANOVA permet d'obtenir les courbes de perturbation des paramètres sur la largeur (Figure 3.38).

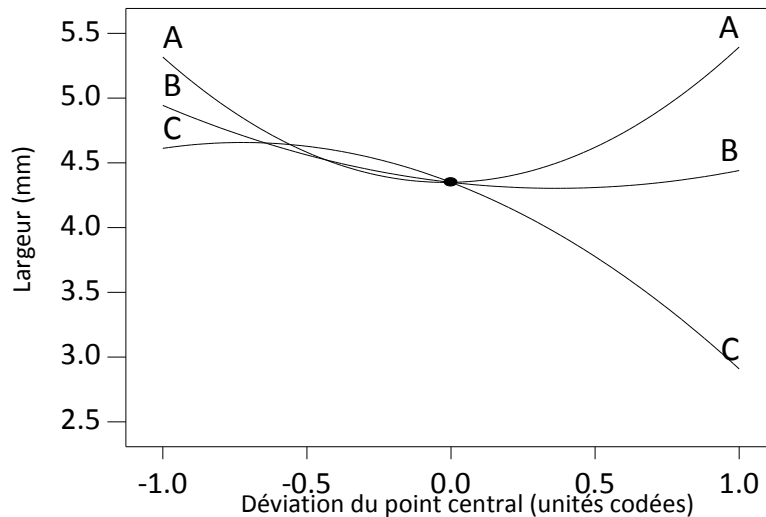


Figure 3.38 : Courbes de perturbation montrant les effets de tous les facteurs sur la largeur avec A : code de la puissance P, B : code du débit de poudre D et C : code de la vitesse v

On peut remarquer à partir de la figure 3.38 que les trois paramètres ont une influence sur la largeur. On peut notamment observer que l'augmentation de la vitesse diminue la largeur. À forte vitesse, comme la quantité de poudre disponible pour la fusion est plus faible à débit constant, la largeur finale du cordon est réduite.

L'évolution de la largeur en fonction de la puissance est complexe. La largeur est maximale pour les très faibles et très fortes puissances et passe par un minimum au niveau du point central. Cette évolution particulière de la largeur en fonction de la puissance peut s'expliquer de la façon suivante : pour une faible puissance de 2400 W, on peut supposer qu'il y a une très faible pénétration (et donc une faible dilution) qui permet à la poudre fondue de s'étendre dans la largeur. Cette hypothèse est confortée par le mode de convection de « Marangoni » de type centrifuge entraînant un bain de fusion très étendu (et donc un cordon large) avec une faible pénétration (Peyre et Vignal, 2012). Par ailleurs, ce phénomène pourrait être accentué par une faible tension de surface du substrat à base de cuivre à l'état liquide,  $\sigma_{Cu}=1,29 \text{ N.m}^{-1}$ . Nous pouvons ensuite imaginer que l'augmentation de la puissance augmente la profondeur de cette pénétration, diminuant ainsi la largeur du cordon final jusqu'à 2800 W (point central). A partir de 2800 W, on peut penser que la profondeur maximale de pénétration est atteinte à cause du mouvement centrifuge. L'augmentation de la puissance entraînerait alors uniquement un élargissement de la zone de fusion dans le substrat, augmentant par conséquent la largeur finale du cordon (Figure 3.39).

- 1 : Très faible pénétration → Largeur élevée
- 2 : Augmentation pénétration → Largeur diminuée
- 3 : Saturation pénétration → Largeur augmentée

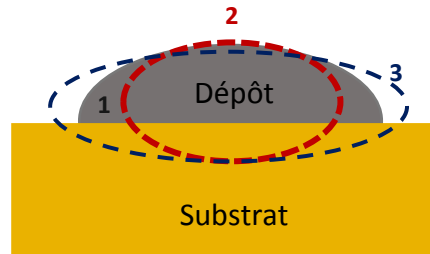


Figure 3.39 : Évolution de la largeur du cordon en fonction de la puissance

En ce qui concerne l'effet individuel du débit de poudre, il semble faible.

En utilisant le modèle ANOVA, nous pouvons écrire les équations d'influence (Eq. 3.10) et prédictive (Eq. 3.11), tenant compte des influences individuelles et combinées des facteurs.

$$L = 4,35 + 0,039A - 0,25B - 0,85C + 0,22AB + 0,07AC + 0,70BC + 1,01A^2 + 0,34B^2 - 0,59C^2 \quad (3.10)$$

$$L' = 92,56 - 0,04P - 1,96D - 1,17v + 1,38 \cdot 10^{-4} P \cdot D + 4,67 \cdot 10^{-5} P \cdot v + 0,05D \cdot v + 6,29 \cdot 10^{-6} P^2 + 0,02D^2 - 0,04v^2 \quad (3.11)$$

L'Eq. 3.10 permet d'observer que la puissance a le moins d'influence sur la largeur avec un coefficient de 0,039. Il est important de noter que le débit de poudre et la vitesse ont une influence négative sur la largeur avec des coefficients d'impact relatifs respectivement de 0,25 et de 0,85. De plus, la vitesse est le paramètre qui a le plus d'influence sur l'évolution de la largeur. Comme pour l'accroche, le couple débit/vitesse a le plus d'influence avec un coefficient de 0,7 bien supérieur aux deux autres (0,07 et 0,22). Notons que le terme du second degré ayant la plus forte influence est  $P^2$  avec un coefficient de 1,01.

La figure 3.40 montre les RSM pour la largeur.

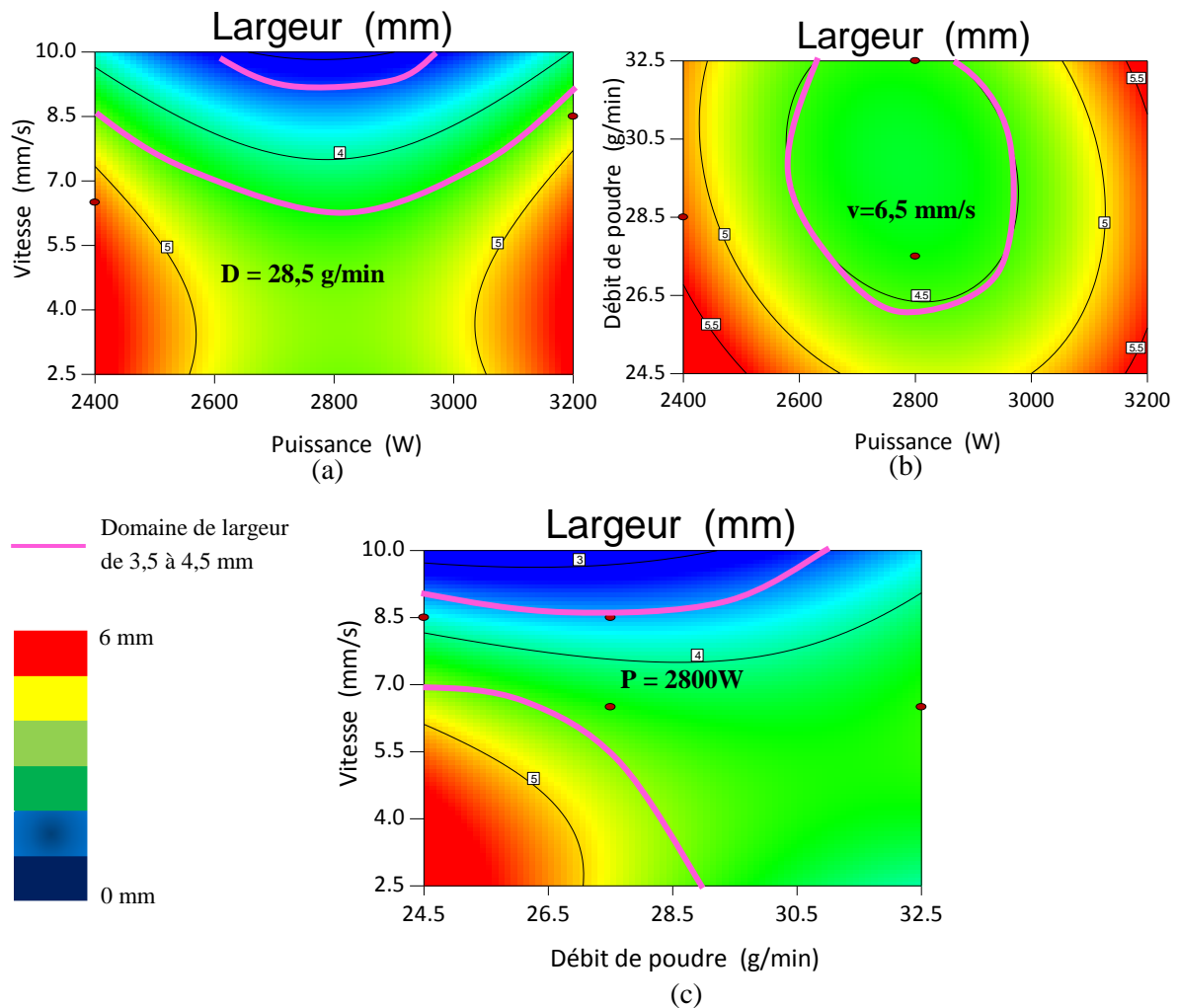


Figure 3.40 : Influence des paramètres de rechargement sur la largeur – (a) Couple vitesse/puissance à débit de poudre fixé (valeur CHPOLANSKY de 28,5 g/min), (b) couple débit de poudre/puissance à vitesse fixée (valeur CHPOLANSKY de 6,5 mm/s) et (c) couple vitesse/débit de poudre à puissance fixée (valeur CHPOLANSKY de 2800 W)

Pour obtenir les largeurs souhaitées (délimitées par les lignes roses sur la figure 3.40), il est nécessaire de réaliser des rechargements avec des puissances comprises entre 2600 et 3000 W (Figure 3.40b) en respectant les contraintes en termes de débit de poudre et de vitesse. En effet, cela ne sera vrai qu'avec une vitesse de rechargement supérieure à 6,5 mm/s (Figure 3.40a) et un débit de poudre supérieur à 26,5 g/min (Figure 3.40b). La figure 3.40c montre que des vitesses variant entre 7 et 8,5 mm/s permettent d'obtenir les largeurs voulues quel que soit le débit de poudre.

L'Eq. 3.11 a été utilisée pour vérifier la correspondance entre la prédiction ANOVA et nos données expérimentales, les calculs d'erreur relative  $\varepsilon_r$  ont été réalisés à partir de l'Eq. 3.12.

$$\varepsilon_r = \frac{|F_A - F_B|}{F_B} \quad (3.12)$$

avec  $F_A$  la valeur calculée par la méthode ANOVA et  $F_B$  la valeur mesurée.

Le tableau 3.3 donne les erreurs relatives pour 4 échantillons.

Tableau 3.3 : Comparaison des largeurs mesurées et calculées à l'aide de la méthode ANOVA

	Puissance (W)	Vitesse (mm/s)	Débit de poudre (g/min)	Largeur calculée (mm)	Largeur mesurée (mm)	$\epsilon_r$ (%)
CNC 3	2400	6,5	28,5	5,3	5,6	5,4
CNC 13	2800	6,5	32,5	4,4	4,5	2,2
CNC24	3200	8,5	28,5	4,7	4,8	2,1
CNC 25	3200	10	30,5	4,4	4,4	0

Le tableau 3.3 permet d'observer que, globalement, les erreurs relatives entre les valeurs calculées et mesurées varient entre 0 et 5,4 %. L'équation de prédiction obtenue après application de la méthode ANOVA est donc assez représentative des mesures réelles.

### III.2.2. La hauteur

On trouvera en annexe C2 le tableau de résultats montrant que le modèle d'analyse ANOVA pour la hauteur est significatif avec un p-value en dessous de 0,05 (0,0004).

La figure 3.41 montre l'effet de chaque facteur sur la hauteur.

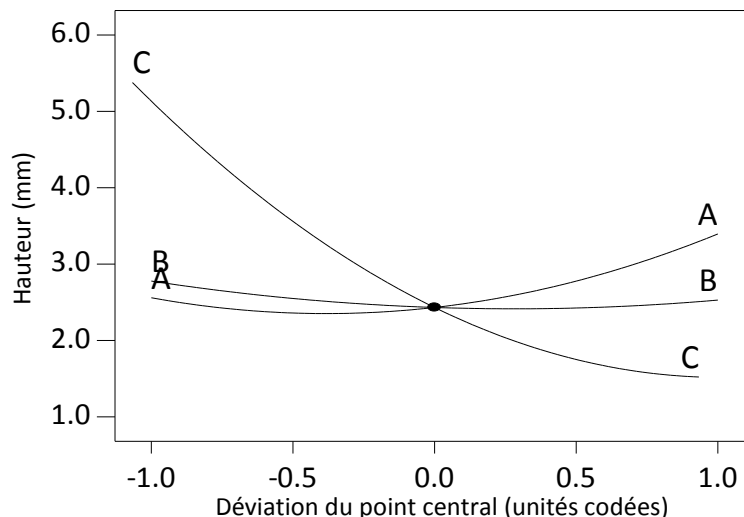


Figure 3.41 : Courbes de perturbation montrant les effets de tous les facteurs sur la hauteur avec A : code de la puissance P, B : code du débit de poudre D et C : code de la vitesse v

A partir de cette figure, il est possible d'affirmer que le débit de poudre et la puissance n'ont pas d'influence notable sur la hauteur. En revanche, la vitesse a une influence très nette sur la hauteur : lorsqu'elle augmente, la hauteur diminue. En effet, à débit constant, la quantité de poudre diminue lorsque la vitesse augmente.

En utilisant le modèle ANOVA, nous pouvons déterminer les équations d'influence (Eq. 3.13) et prédictive (Eq 3.14).

$$H = 2,56 + 0,45A - 0,16B - 1,93C - 0,48AB - 0,50AC + 0,59BC + 0,54A^2 + 0,22B^2 + 0,89C^2 \quad (3.13)$$

$$H' = 21,65 - 7,39 \cdot 10^{-3} P - 0,24D - 1,49v - 2,97 \cdot 10^{-4} P \cdot D - 3,33 \cdot 10^{-4} P \cdot v + 0,04D \cdot v + 3,40 \cdot 10^{-6} P^2 + 0,01D^2 + 0,06v^2 \quad (3.14)$$

L'Eq. 3.13 montre qu'effectivement la vitesse a un impact très significatif sur la hauteur avec un coefficient négatif de 1,93. Il y'a un facteur 10 par rapport aux deux autres paramètres.

La figure 3.42 montre les RSM pour la hauteur.

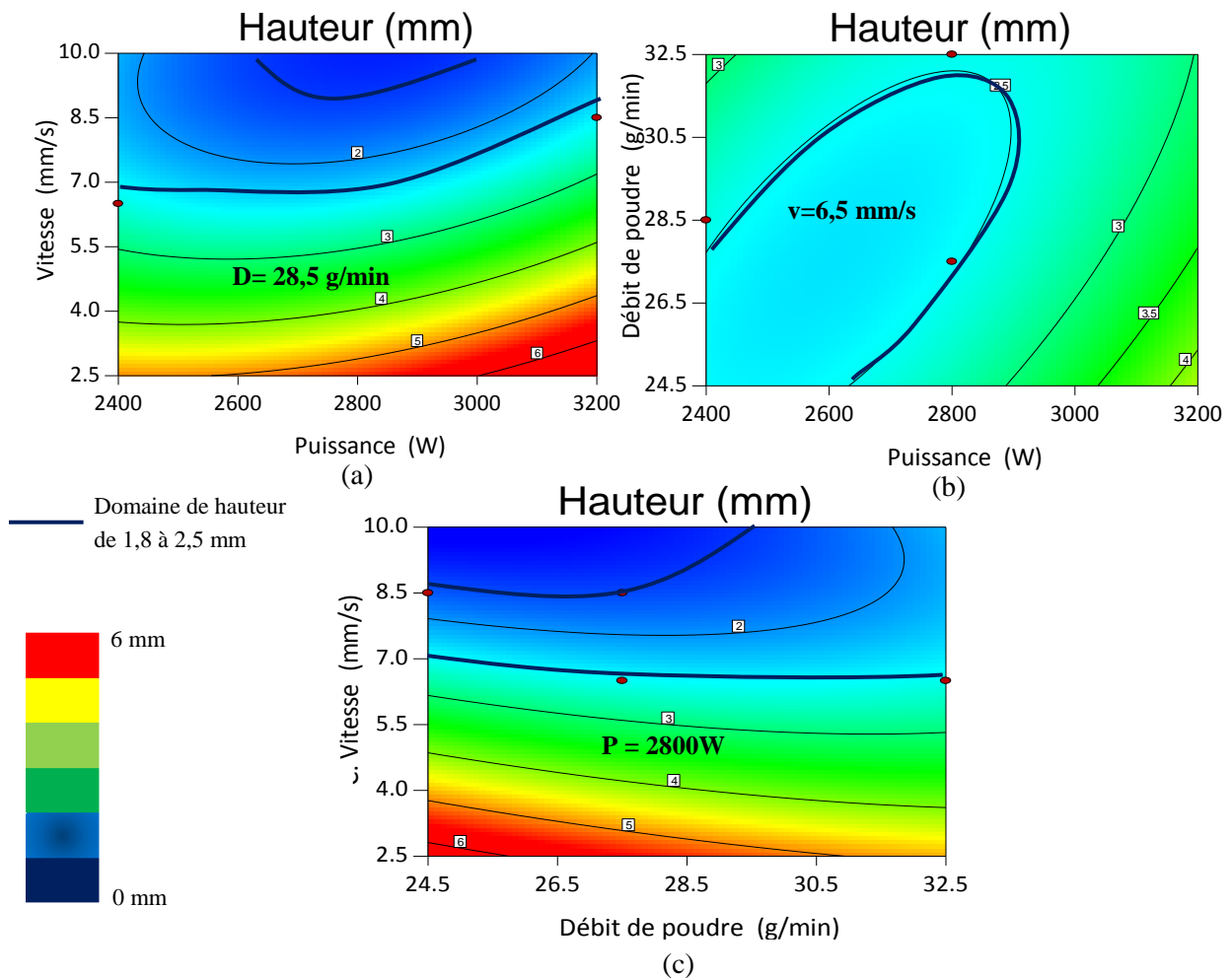


Figure 3.42 : Influence des paramètres de rechargement sur la hauteur – (a) Couple vitesse/puissance à débit de poudre fixé (valeur CHPOLANSKY de 28,5 g/min), (b) couple débit de poudre/puissance à vitesse fixée (valeur CHPOLANSKY de 6,5 mm/s) et (c) couple vitesse/débit de poudre à puissance fixée (valeur CHPOLANSKY de 2800 W)

Sur la figure 3.42a, nous pouvons remarquer que la vitesse est un paramètre prépondérant pour obtenir les hauteurs préconisées par CHPOLANSKY. En effet, augmenter la vitesse au-delà de 7 mm/s permet de diminuer la hauteur de telle sorte à obtenir la géométrie souhaitée. Il est confirmé ici que la puissance et le débit de poudre sont des paramètres moins influents (Figures 3.42 b et c).

L'Eq. 3.14 a été utilisée pour vérifier la correspondance entre la prédiction ANOVA et les données expérimentales. De plus, des calculs d'erreurs  $\epsilon_r$  ont été réalisés à partir de l'Eq. 3.12 (Tableau 3.4).

Tableau 3.4 : Comparaison des hauteurs mesurées et calculées à l'aide de la méthode ANOVA

	Puissance (W)	Vitesse (mm/s)	Débit de poudre (g/min)	Hauteur calculée (mm)	Hauteur mesurée (mm)	$\epsilon_r$ (%)
CNC 3	2400	6,5	28,5	2,5	2,5	0
CNC 13	2800	6,5	32,5	2,5	2,6	3,8
CNC24	3200	8,5	28,5	2,4	2,8	14,3
CNC 25	3200	10	30,5	2	1,8	11,1

A partir du tableau 3.4, on peut conclure que l'équation de prédiction obtenue à l'aide de la méthode ANOVA est assez représentative des mesures réelles. Pour les jeux de paramètres considérés, l'erreur relative varie entre 0 et 14,3 %. Pour prouver la pertinence de cette équation du second degré, nous avons comparé nos résultats avec ceux donnés par le calcul analytique développé par Peyre et al. (Peyre et al., 2008) :

$$H = \frac{D_m^*}{\rho} \cdot \frac{D_s}{v} \quad (3.15)$$

avec  $v$  la vitesse d'avance laser [ $\frac{mm}{s}$ ],  $H$  la hauteur du dépôt [mm],  $D_m^*$  le débit massique surfacique [ $\frac{kg}{mm^2s}$ ] correspondant à  $D$  divisé par la surface du spot laser,  $D_s$ , le diamètre de spot [mm] et  $\rho$  la masse volumique du Ni [ $\frac{kg}{mm^3}$ ]. Par souci de simplification, nous considérons une zone fondue équivalente à la surface du rayonnement laser (diamètre de spot laser). La figure 3.43 permet de comparer les résultats obtenus avec les Eq. 3.14 et 3.15.

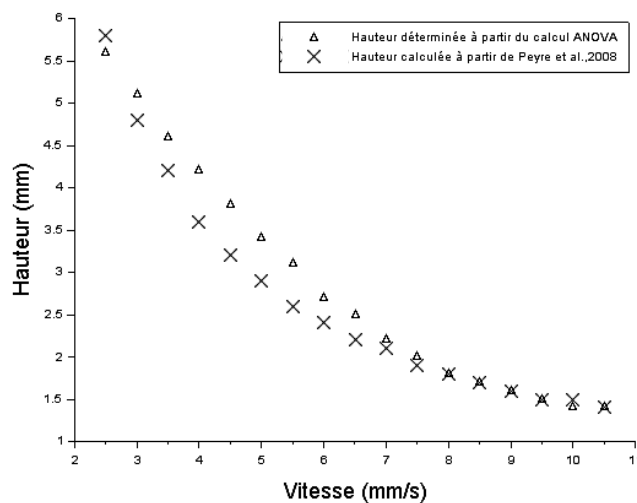


Figure 3.43 : Influence de la vitesse sur l'évolution de la hauteur ; Méthodes ANOVA et de Peyre et al. (Peyre et al., 2008)

La figure 3.43 montre que les méthodes ANOVA et de Peyre et al. (Peyre et al., 2008) donnent des résultats très proches. Cela démontre bien la pertinence du modèle développé et conforte la confiance que nous pouvons accorder à une telle approche statistique pour la prédiction de résultats comme l'accroche et la largeur, paramètres pour lesquels aucun calcul analytique n'a été trouvé dans la littérature.

### III.3. Optimisation des paramètres de rechargement

L'un des objectifs de la thèse était d'optimiser le rechargement de telle sorte à obtenir une accroche parfaite tout en respectant les préconisations en termes de largeur et de hauteur. Les domaines optimisés sont donc extraits du modèle ANOVA en reprenant la RSM de l'évolution de l'accroche et en y associant les limites en largeur et en hauteur. Les domaines optimisés sont décrits par les lignes discontinues bleues sur la figure 3.44.

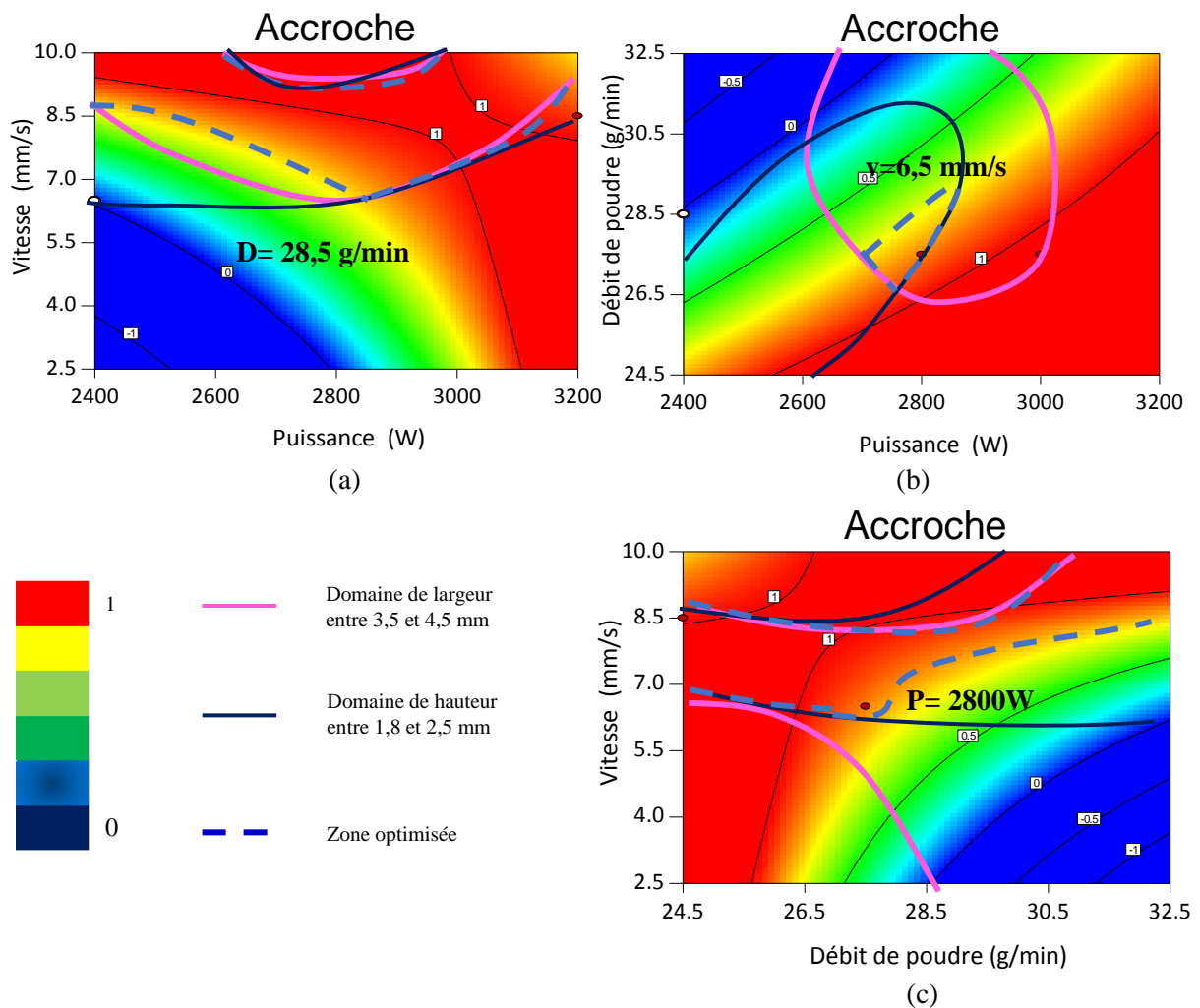


Figure 3.44 : Optimisation des paramètres de rechargement laser. Évolution de l'accroche en fonction (a) de la vitesse d'avance laser  $v$  et de la puissance  $P$  pour un débit de poudre  $D$  fixé à 28,5 g/min, (b) du débit de poudre  $D$  et de la puissance  $P$  pour une vitesse  $v$  fixée à 6,5 mm/s et (c) de la vitesse  $v$  et du débit de poudre  $D$  pour une valeur de puissance  $P$  fixée à 2800 W. Les paramètres optimisés se trouvent dans la zone délimitée par les lignes discontinues bleues.

À partir de cette figure, plusieurs jeux de paramètres peuvent être choisis pour vérification (et réintégration dans le modèle). Le tableau 3.5 présente les résultats obtenus sur des échantillons élaborés à partir de paramètres optimisés et de paramètres choisis à la limite du domaine optimisé. Les valeurs de L et H expérimentales ont été comparées avec celles prédites par le modèle.

Tableau 3.5 : Paramètres optimisés

Échantillon	Puissance (W)	Vitesse (mm/s)	Débit de poudre (g/min)	Diamètre de spot (mm)	L Calculé (mm)	L Mesuré (mm)	H Calculé (mm)	H Mesuré (mm)	$\epsilon_r$ (L) (%)	$\epsilon_r$ (H) (%)
P1	2700	8,5	27,5	4	3,7	3,6	1,6	1,6	2,8	0
P2	2800	8,5	27,5	4	3,6	3,6	1,7	1,7	0	0
P3	2900	8,5	27,5	4	3,7	3,9	1,8	1,9	5,1	5,6
P4	2900	7,5	27,5	4	4,1	3,7	2,1	1,9	10,8	9,5
P5	3000	8,5	27,5	4	3,9	3,8	1,9	1,9	2,6	0

Le tableau 3.5 montre que les largeurs et hauteurs calculées par ANOVA sont très proches des valeurs mesurées avec des erreurs relatives variant entre 0 et 10,8 %. Les échantillons P1 et P2 ont une hauteur calculée inférieure à celle préconisée, ce que l'on retrouve expérimentalement. La géométrie du cordon des échantillons P3 à P5 est conforme aux paramètres optimisés choisis.

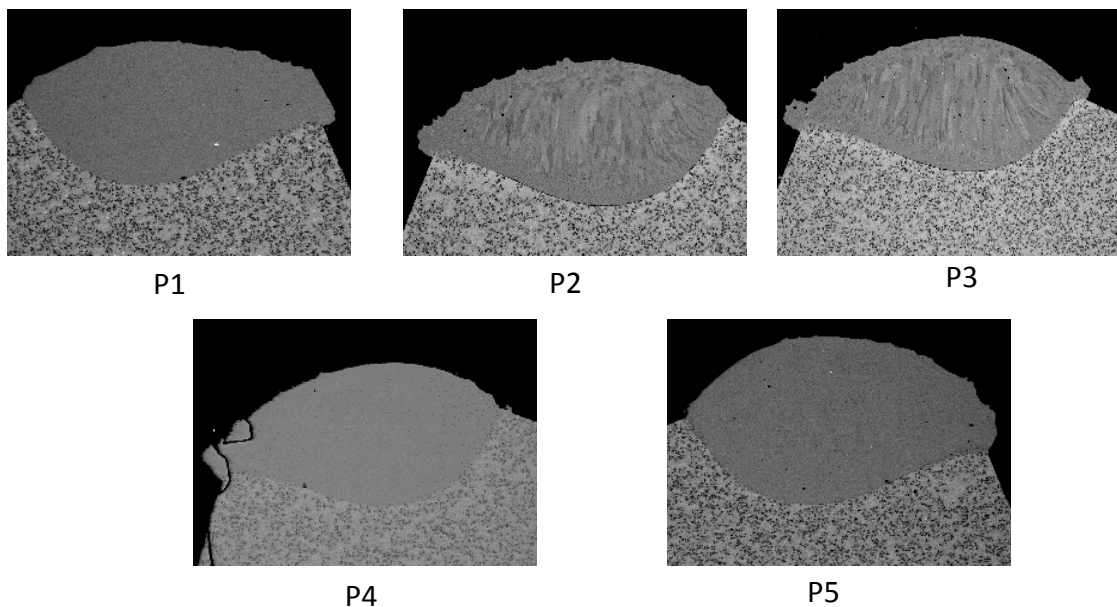


Figure 3.45 : Observations MEB-BSE de l'accroche pour les 5 échantillons

La figure 3.45 montre un léger manque d'accroche au centre de la courbure pour les échantillons P2 et P3. Cela montre que le modèle ANOVA concernant l'accroche n'est pas fiable à 100%. Cela peut s'expliquer par le choix du mode binaire de qualification de l'accroche. Finalement, les deux échantillons optimisés P4 et P5 répondent bien aux trois conditions qui sont une accroche parfaite avec L et H dans les domaines de préconisations de CHPOLANSKY.



### III.4. Bilan des résultats obtenus

Le modèle statistique ANOVA a permis de comprendre et de prédire (Eq. 3.9, 3.11 et 3.14) l'influence des paramètres de rechargement sur le comportement du dépôt en termes d'accroche, de largeur et de hauteur. Nous avons ainsi pu mettre en évidence les observations suivantes :

- 1) L'augmentation de la vitesse, ou la diminution du débit de poudre permet une amélioration de l'accroche.
- 2) L'augmentation de la vitesse entraîne une diminution de la hauteur et de la largeur du dépôt.

## IV. Interaction laser/matière et atténuation de la puissance

Pour mieux comprendre l'effet de la vitesse (point 1 de §III.4), nous nous intéressons à l'interaction laser/matière, à son influence sur l'atténuation de la puissance, et, *a fortiori*, sur la qualité de l'accroche.

### IV.1. Influence de l'interaction laser/matière sur l'accroche

Il a été facile d'expliquer l'impact de la vitesse de rechargement sur la géométrie du cordon. En revanche, il est plus difficile de comprendre pourquoi l'augmentation de la vitesse lors du rechargement peut améliorer l'accroche. Pour répondre à cette question, nous nous sommes intéressés à l'atténuation de la puissance durant l'interaction laser/matière (voir figure 1.19). Wirth et al. (Wirth et al., 2016) ont décrit les diverses sources d'atténuation de la puissance incidente (voir chapitre 1, § III.1.1). Une part est absorbée par la poudre, une autre est réfléchiée par celle-ci. Une part allant vers le substrat est réfléchiée puis interagit avec les particules de poudre et une dernière est absorbée par ce même substrat. Dans cette discussion, nous nous attardons sur la puissance atténuée par les particules de poudre avant fusion. À cette fin, nous utilisons les travaux de Tabernero et al. (Tabernero et al., 2012) pour étudier l'influence du débit de poudre et de la vitesse sur l'atténuation de la puissance, et, *a fortiori*, sur la puissance disponible pour le substrat nécessaire pour avoir une bonne accroche.

La figure 3.46 présente la puissance atténuée  $P_{att}$  calculée en fonction de  $D$  (Eq. 3.4) pour une puissance initiale de 2800 W. On peut noter que le facteur  $K_{att}$  varie entre environ 20 et 25% dans l'intervalle de débit considéré.

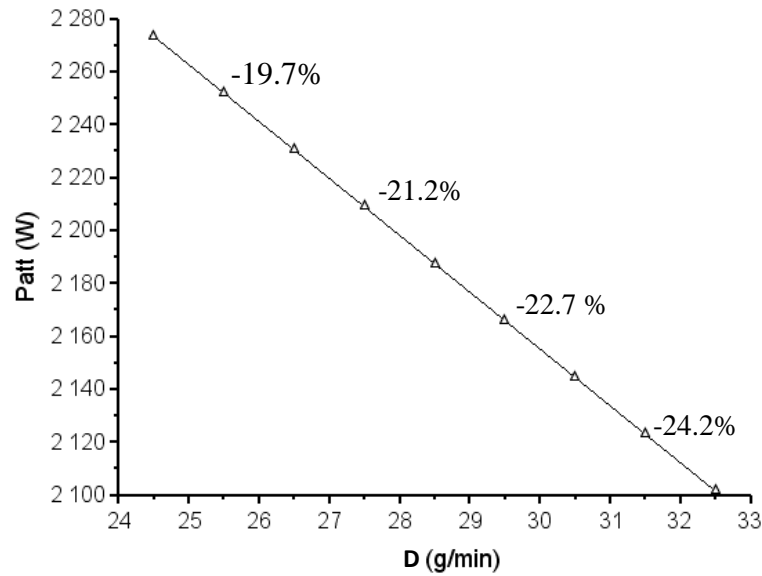


Figure 3.46 :  $P_{att}$  en fonction de  $D$  pour une puissance incidente de 2800 W et le pourcentage  $K_{att}$  associé

Il est important de noter que dans les 25% de puissance perdue ( $P_{shad}$ , Eq. 3.3), une partie a été absorbée par les particules de poudre ( $P_{abs}$ ) (Wirth et al., 2016) et a entraîné son échauffement (Peyre et al., 2008). L'absorptivité du nickel (souvent utilisée pour un rayonnement Nd : YAG) étant  $A_p=0,3$  (Peyre, 2014), alors la puissance absorbée par la poudre s'exprime de la façon suivante :

$$P_{abs}=A_p.P_{shad} \quad (3.16)$$

L'élévation de température correspondante est alors :

$$\Delta T=T_{shad}-T_0=\frac{P_{abs} \cdot \frac{\Delta z}{u_{z\_particle}}}{N \cdot m_p \cdot C_p} \quad (3.17)$$

avec  $T_0$  [K], la température ambiante et  $T_{shad}$  [K], la température atteinte par les particules de poudre durant l'interaction laser/matière.  $\Delta z$  [m] et  $u_{z\_particle}$  [m/s] sont définis dans l'Eq. 3.2.  $m_p$  [kg] est la masse des particules,  $N$  [m<sup>-3</sup>] est le nombre de particules par unité de volume défini par l'Eq. 3.5.

À titre d'exemple,  $T_{shad}$  est égal à environ 695 K pour l'échantillon P4 pour lequel les paramètres sont optimisés (Tableau 3.5). Cette température est très basse comparée à la température de fusion du Ni ( $T_m=1728$  K). Cela signifie que la puissance restante après interaction avec la poudre est partiellement utilisée pour la fusion des particules. La puissance  $P_m$  nécessaire à la fusion du nickel est :

$$P_m=E.v \quad (3.18)$$

avec  $E$  [ $\frac{J}{mm}$ ], l'énergie linéique nécessaire à la fusion de la poudre et  $v$  [ $\frac{mm}{s}$ ] la vitesse d'avance du laser.

L'énergie linéique est fonction de la quantité de poudre à faire fondre. La section du dépôt dépend fortement de la vitesse de rechargement. Sa diminution entraîne celle de la section finale car la quantité de poudre à fondre est réduite. À partir de la modélisation ANOVA, il a été possible de calculer une section  $A=0,66 \cdot H \cdot W$  du dépôt pour plusieurs vitesses de rechargement. Le coefficient 0,66 a été déterminé après comparaison entre les valeurs de largeur et de hauteur collectées à partir d'ANOVA et les surfaces réelles mesurées (voir chapitre 2, § II.9).

Pour une puissance et un débit de poudre donnés, l'équation de transfert de la chaleur avec changement d'état est la suivante (Peyre, 2014) :

$$E = \rho A (C_p \Delta T + L_f) \quad (3.19)$$

avec  $\Delta T = (T_m - T_{shad})$ .  $T_m$  est la température de fusion du nickel,  $T_{shad}$  est la température initiale après la traversée du nuage de particules et  $L_f$  est la chaleur latente de fusion du nickel. Le calcul de  $P_m$  mène à des valeurs comprises entre 200W et 400W en fonction de la surface déposée. En effet, plus la vitesse est élevée, plus la quantité de poudre à fondre sera faible.

Connaissant  $P_m$ , on peut donc calculer  $P_{sub}$ , la puissance réelle disponible pour le substrat après fusion de la poudre.

$$P_{sub} = P_{att} - P_m \quad (3.20)$$

La figure 3.47 montre l'évolution de  $P_{sub}$  en fonction du débit de poudre et de la vitesse de rechargement.

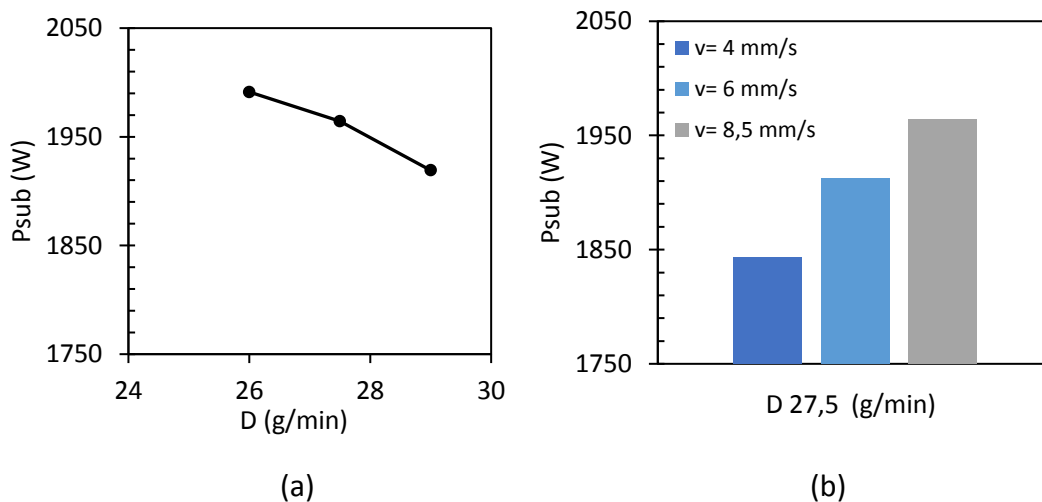


Figure 3.47 : Puissance disponible pour la fusion du substrat pour une puissance incidente de 2800 W (a) en fonction de  $D$  pour une vitesse de 8,5 mm/s et (b) pour trois vitesses d'avance laser avec  $D=27,5$  g/min.

La figure 3.47a montre que  $P_{sub}$  diminue avec l'augmentation du débit de poudre entre 26 et 29 g/min. En effet, l'augmentation du débit de poudre entraîne une augmentation de la quantité de poudre dans le nuage de particules qui conduit à une plus grande quantité de puissance absorbée par la poudre (effet d'ombrage et fusion) donc moins de puissance disponible pour le substrat.

La figure 3.47b montre que pour un débit donné ( $D=27,5$  g/min),  $P_{sub}$  augmente avec la vitesse. La quantité de poudre est plus faible à forte vitesse ce qui laisse plus de puissance disponible pour la fusion du substrat. Cette constatation rejoint l'observation de Ming et al. (Ming et al., 1998) qui avaient mis en évidence un fort taux de dilution à grande vitesse pour un rechargement sur un acier faiblement allié AISI 1020. Nos conclusions rejoignent aussi celles de Riveiro et al. (Riveiro et al., 2013).

#### IV.2. Estimation de $P_{sub}$ nécessaire à l'accroche

Dans cette partie, nous couplons les calculs réalisés précédemment aux résultats obtenus grâce à la modélisation ANOVA pour estimer la puissance nécessaire à l'accroche  $P_{sub}^a$ . En effet, le modèle ANOVA de l'accroche permet de connaître la puissance initiale nécessaire à l'accroche  $P_i^a$ , pour différentes valeurs de  $D$  et de  $v$  (niveau d'accroche à 1 sur la figure 3.37). La puissance atténuée  $P_{att}^a$ , peut ensuite être calculée à partir de l'Eq. 3.4 ainsi que  $P_m^a$  la puissance nécessaire à la fusion des particules de poudre (Eq. 3.18). L'évolution des quatre puissances peut alors être tracée en fonction de  $D$  pour trois vitesses : 4, 6 et 8,5 mm/s (Figure 3.48).

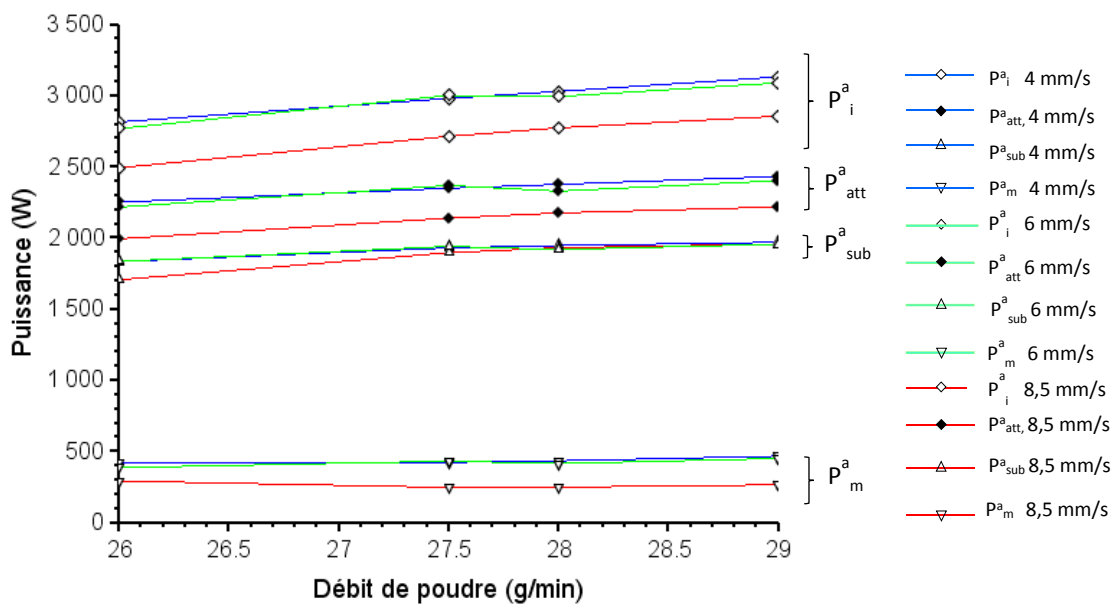


Figure 3.48 : Puissances nécessaires à l'accroche (niveau=1) en fonction du débit de poudre ( $D$ ).  $P_i^a$ ,  $P_{att}^a$ ,  $P_m^a$ ,  $P_{sub}^a$  sont respectivement les puissances initiale, atténuée, de fusion et disponible pour le substrat pour trois vitesses d'avance laser de 4, 6 et 8,5 mm/s

La figure 3.48 montre que si le débit de poudre augmente, la puissance incidente doit aussi augmenter pour assurer une bonne accroche. Cela est dû à l'augmentation de la puissance atténuée par les particules de poudre et à celle de la puissance utilisée pour la fusion de la poudre. Cependant, cette dernière n'évolue pas de manière significative. A faible vitesse, il est nécessaire d'augmenter la puissance incidente pour assurer l'accroche car il faut aussi plus de puissance pour la fusion des particules de nickel (autour de 400 W à 4 mm/s contre 300 W à 8,5 mm/s). Dans tous les cas, il est nécessaire de compenser la puissance absorbée par les particules de poudre à fort débit ou à faible vitesse.

Il est intéressant de remarquer que la puissance  $P_{sub}^a$  qui arrive sur le substrat (Eq. 3.20), nécessaire à l'accroche, est la même quelle que soit la vitesse de rechargement (aux erreurs de mesures près).  $P_{sub}^a$  se situe dans l'intervalle de puissance [1700-2000 W] pour D compris entre 26 et 29 g/min. Ces valeurs de puissance constituent une condition *sine qua non* pour avoir une accroche parfaite entre le dépôt de nickel et le substrat de Cu-Ni-Al.

Une zone de dilution de 38  $\mu\text{m}$  a été mise en évidence par MEB-EDS dans le cas présenté sur la figure 3.11. Cette fine couche, pourrait correspondre à la zone de fusion du substrat (Riveiro et al., 2013). Pour fondre cette zone, une puissance d'environ 10 W devrait suffire. Or,  $P_{sub}^a$  se situe entre 1700 et 2000W, valeurs largement plus importantes. Plusieurs pistes peuvent expliquer cet écart :

- Premièrement, dans le calcul de  $P_m$ , il a été supposé que la température maximale atteinte par la poudre ( $T_{max}$ ) ne dépasse pas la température de fusion du nickel. Cette hypothèse sous-estime  $P_m$  (Peyre et al., 2008). À ce stade de la thèse, aucune mesure de température, ni aucune modélisation n'ont été réalisées pour déterminer  $T_{max}$ .
- Deuxièmement, il est connu que la capacité calorifique des matériaux  $C_p$  évolue avec la température (Peyre et al., 2008), mais cette évolution n'a pas été prise en compte ( $C_p$  a été considéré constante jusqu'à  $T_m$ ). Cela contribue à la sous-estimation de  $P_m$ .

Comme le calcul de  $P_{sub}^a$  est surestimé, nous proposons d'affiner nos résultats en tenant compte de la température  $T_{max}$  obtenue par Peyre et al. (Peyre et al., 2008) lors d'un rechargement de TA6V sur du TA6V :  $T_{max} = 2200$  K et en prenant une capacité calorifique égale à  $1,5.C_p$ , valeur approximative de la capacité calorifique du titane à cette température. À partir de ces suppositions, on observe que  $P_m$  augmente jusqu'à 500 W au lieu de 300 W pour une vitesse de 8,5 mm/s, soit une différence de 200 W. Ceci ramène  $P_{sub}^a$  dans un intervalle de [1500-1800 W]. Par ailleurs, une large part de  $P_{sub}^a$  est réfléchiée par le substrat (Wirth et al., 2016) car l'absorptivité du Cu-Ni-Al est très faible. Effectivement, il s'agit d'un matériau à base de cuivre avec une absorptivité avoisinant 0,06. Par conséquent, seul 6% de  $P_{sub}^a$  sont utilisés pour la fusion du substrat et donc pour obtenir la dilution. Il arriverait donc sur le substrat environ 100 W pour une puissance incidente de 2800 W. Cette valeur est plus élevée que les 10 W nécessaires à former la ZD car une partie de la chaleur est dissipée du fait de la forte conductivité thermique.

En conclusion, pour des matériaux présentant de faibles absorptivités, des puissances incidentes élevées sont incontournables pour garantir l'adhésion dépôt/substrat. Comme le montre la figure 3.49, on observe que 21 % de  $P_i$  sont absorbés par les particules et 12 % sont utilisés pour la fusion de la poudre. Il reste donc 67% de  $P_i$  au niveau du substrat, dont seulement 6% vont effectivement servir à sa fusion locale nécessaire à la création de la zone de dilution (et à celle de l'accroche).

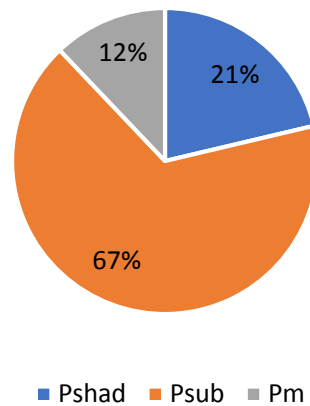


Figure 3.49 : Répartition moyenne de la puissance lors d'un rechargement par laser

## V. Résumé du chapitre

L'objectif de ce chapitre était de faire un inventaire des défauts rencontrés après un rechargement par laser de poudre à base de nickel sur un substrat de Cu-Ni-Al, et de donner des pistes pour s'en affranchir.

Nous avons pu mettre en évidence deux principaux défauts : la porosité et le manque d'adhésion dépôt/substrat au centre de la courbure de la section entraînant une accroche hétérogène. On a observé que la porosité est relativement faible et que ce défaut n'est donc pas majeur pour l'application verrière. Nous nous sommes donc particulièrement intéressés au second défaut car celui-ci peut entraîner un décrochage du cordon lors de l'usinage après rechargement.

L'hétérogénéité de l'accroche du dépôt sur le substrat a été expliquée en partie par l'ombrage que font les particules de poudre au faisceau laser. Cet ombrage atténue la puissance laser essentiellement au centre de la courbure, là où la distribution gaussienne de poudre passe par son maximum.

De plus, nous avons voulu comprendre l'influence des paramètres de rechargement sur cette accroche et sur la géométrie globale du cordon grâce à la méthode de calcul par la variance (ANOVA). Un paramètre a retenu notre attention : la vitesse d'avance laser. Celle-ci a une influence considérable sur les trois réponses. Son augmentation permet notamment d'améliorer l'accroche car alors moins de poudre doit être fondue, ce qui laisse plus de puissance disponible au niveau du substrat pour fondre localement la surface et permettre la création d'une zone de dilution (mélange chimique Ni/Cu).

Pour calculer la puissance effective arrivant sur le substrat, nous nous sommes intéressés à l'atténuation globale de la puissance durant le rechargement. Pour ce faire, quatre puissances ont été considérées :  $P_i$ , la puissance initiale,  $P_{att}$ , la puissance atténuée par le nuage de poudre,  $P_m$ , la puissance nécessaire à la fusion de la poudre à base de nickel et  $P_{sub}$ , la puissance finale disponible au niveau du substrat. Il a été montré qu'environ 21% de  $P_i$  étaient absorbés par les particules, 12 % par la fusion de la poudre et qu'il restait environ 67%

de  $P_i$  au niveau du substrat, sachant que seuls 6% sont utilisés pour le fondre localement. De plus, une puissance d'accroche  $P_{sub}^a$  comprise entre 1700 et 2000 W a été calculée et cela, indépendamment de la vitesse d'avance du laser. En conclusion, de fortes puissances laser initiales sont nécessaires pour garantir l'accroche dans de tels matériaux de faible absorptivité.

Pour finir, une optimisation des paramètres de rechargement pour assurer l'accroche tout en respectant les préconisations géométriques CHPOLANSKY a été proposée. Un point de fonctionnement optimal a été déterminé en fonction des contraintes industrielles avec le triplet de paramètres :  $P=2900$  W,  $v=7,5$  mm/s et  $D=27,5$  g/min.

CHAPITRE 4 : RECHARGEMENT DE POUDRE À  
BASE DE NI SUR UN SUBSTRAT EN FONTE GL





## **Chapitre 4 : Rechargement de poudre à base de Ni sur un substrat en Fonte GL**

Le but de ce chapitre est d'observer les défauts que l'on peut rencontrer après rechargement par laser de poudre à base de nickel sur un substrat en fonte GL en utilisant différentes méthodes de caractérisation. Des pistes d'explication des mécanismes entraînant ces défauts seront considérées pour pouvoir limiter leur impact sur l'homogénéité de la bouteille. Une optimisation des paramètres de rechargement permettant de respecter les géométries préconisées par la société CHPOLANSKY, sera ensuite proposée.

Dans le cas du rechargement d'un substrat à base de fer comme la fonte GL, l'absorptivité du rayonnement Nd : YAG est plus élevée ( $A=0,3$  (Peyre, 2014)) que sur un substrat à base de cuivre comme celui étudié dans le chapitre 3. L'adhésion dépôt/substrat est alors améliorée.

### I. Caractérisations macro et microstructurale

Dans un premier temps, pour la caractérisation macrostructurale par radiographie neutronique, deux catégories d'échantillons ont été considérées : un échantillon présentant des paramètres de rechargement utilisés par la société CHPOLANSKY et un autre, avec une condition extrême de puissance. Le but est d'observer leur impact sur les défauts qu'il nous est possible de constater. Les échantillons suivants ont été réalisés :  $P=1900$  W,  $v=6,5$  mm/s et  $D=28,5$  g/min (FNC 11) et  $P=3100$  W,  $v=6,5$  mm/s et  $D=28,5$  g/min (FNC 12). Le protocole expérimental est similaire à celui appliqué au rechargement Ni/Cu-Ni-Al présenté dans le chapitre 2 (§ II.4).

### I.1. Description macroscopique du cordon

Les résultats obtenus après radiographie neutronique (Figure 4.1) ont permis d'observer en 2D et en 3D le dépôt et l'interface entre les deux matériaux (Ni/Fonte).

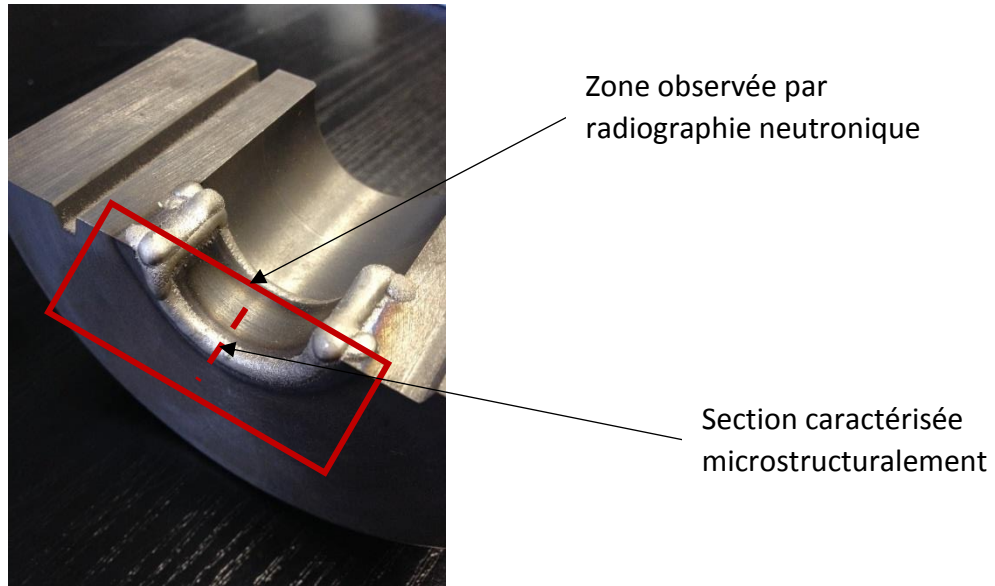
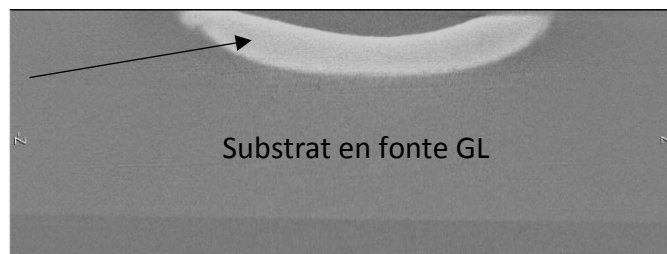


Figure 4.1 : Demi moule en fonte GL avec les différentes zones observées

La figure 4.2 permet d'observer les différentes zones du cordon de l'échantillon FNC 11. On observe notamment un dépôt sans défaut apparent. Aucune bavure, ni rugosité n'est mise en évidence, aucune porosité, ni manque d'accroche à l'interface dépôt/substrat.

Dépôt à base de nickel



(a)



(b)

Figure 4.2 : Résultats obtenus après radiographie neutronique (a) image reconstituée par imageJ après rayonnement de neutrons (b) représentation 3D par VolView du cordon seul. Échantillon FNC 11.

Cependant, en observant la représentation macrographique du cordon de l'échantillon FNC 12 à différentes coupes (Figure 4.3), il est possible de mettre en évidence la présence de porosités dans le cordon. La forte puissance utilisée pour le rechargement, 3100 W, a donc entraîné l'apparition de ces défauts dans toute l'étendue du dépôt.

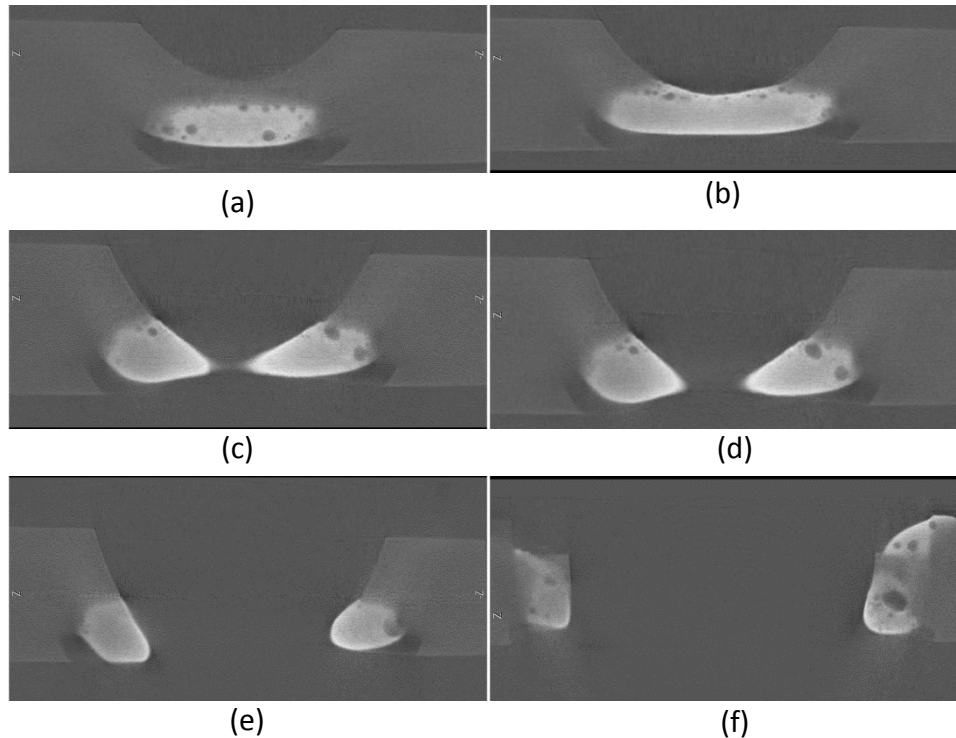


Figure 4.3 : Différentes coupes de reconstruction du cordon par imageJ de l'échantillon FNC 12. (a) Centre de la courbure analysée, (b) éloignement du centre du cordon, (c) rapprochement du bord du cordon, (d) proche du bord, (e) bord et (f) extrémités.

## 1.2. Microstructure du dépôt et du substrat

Par ailleurs, pour caractériser la section après rechargement, des analyses microstructurales ont permis d'observer l'adhésion dépôt/substrat et la microstructure de 10 échantillons du plan d'expériences de Taguchi présenté dans l'annexe B (Tableau B2.2). Pour compléter cette analyse, 4 échantillons supplémentaires (Tableau 4.1) ont aussi été analysés pour observer l'influence individuelle de chaque paramètre sur cette microstructure en fixant les deux autres (Courteaux, 2018).

Tableau 4.1 : Jeux de paramètres supplémentaires considérés

Échantillon	Puissance (W)	Vitesse (mm/s)	Débit de poudre (g/min)
FNCS 1	1700	4,5	25
FNCS 2	1900	6,5	28,5
FNCS 3	2100	10	25
FNCS 4	3000	6,5	28,5

1.2.1. Microstructure du substrat en fonte GL au dépôt de Ni

La structure de la fonte à graphite lamellaire (Figure 4.4) est composée d'une matrice ferritique ( $\alpha$ ) et de lamelles de graphite.

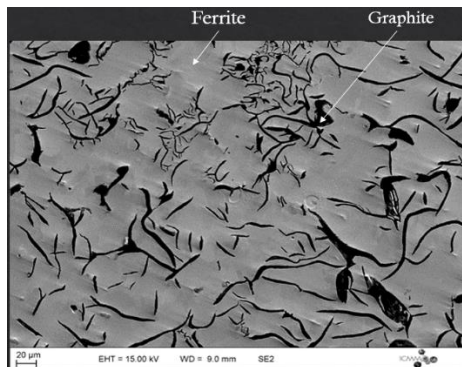


Figure 4.4 : Structure de la fonte GL avant rechargement

La figure 4.5 montre les microstructures rencontrées (EBSD) de part et d'autre de l'interface sur l'échantillon FNC 4 après rechargement. Les microstructures sont très variables du substrat au dépôt.

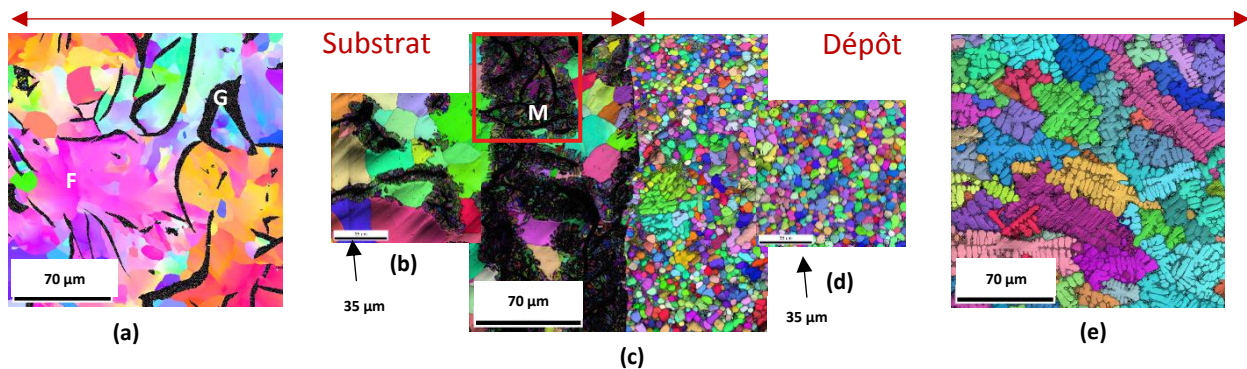


Figure 4.5 : Cartographies IPF-EBSD en fonction de la position par rapport à l'interface : (a) loin de l'interface dans le substrat, (b) proche de l'interface, (c) au niveau de l'interface, (d) proche du dépôt et (e) loin dans le dépôt

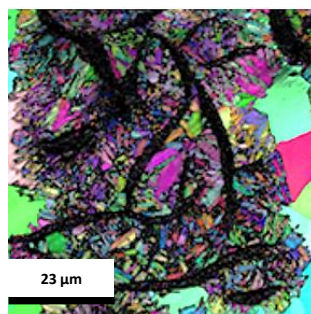


Figure 4.6 : Aiguilles de martensite

Loin de l'interface (Figure 4.5a), dans le substrat, on retrouve la microstructure initiale de la fonte à graphite lamellaire, à savoir des grains de ferrite (F) et des lamelles de graphite (G). Loin dans le dépôt (Figure 4.5e), on retrouve aussi une microstructure classique de solidification rapide avec des dendrites. Cependant, au niveau de l'interface, on observe une germination hétérogène côté dépôt (Figures 4.5c et d). Du côté du substrat, une structure

ferritique (zones colorées) associée à des graphites entourés de fines lamelles (zones sombres) s'observe. Une zone a été zoomée (encadré rouge sur la figure 4.5c) et est présentée sur la figure 4.6. Cette zone autour des graphites est la martensite (M), qui se forme par diffusion du carbone des graphites dans la matrice austénitique, lors du passage du laser, suivi d'un refroidissement rapide comme l'ont décrit Liu et al. (Liu et al., 2016).



1.2.2. Adhésion dépôt/substrat et caractérisation de la ZD

Après analyse par MEB des échantillons FNC 1 à 10 (annexe B2) de la section présentée figure 4.1, on observe les résultats sur la figure 4.7.

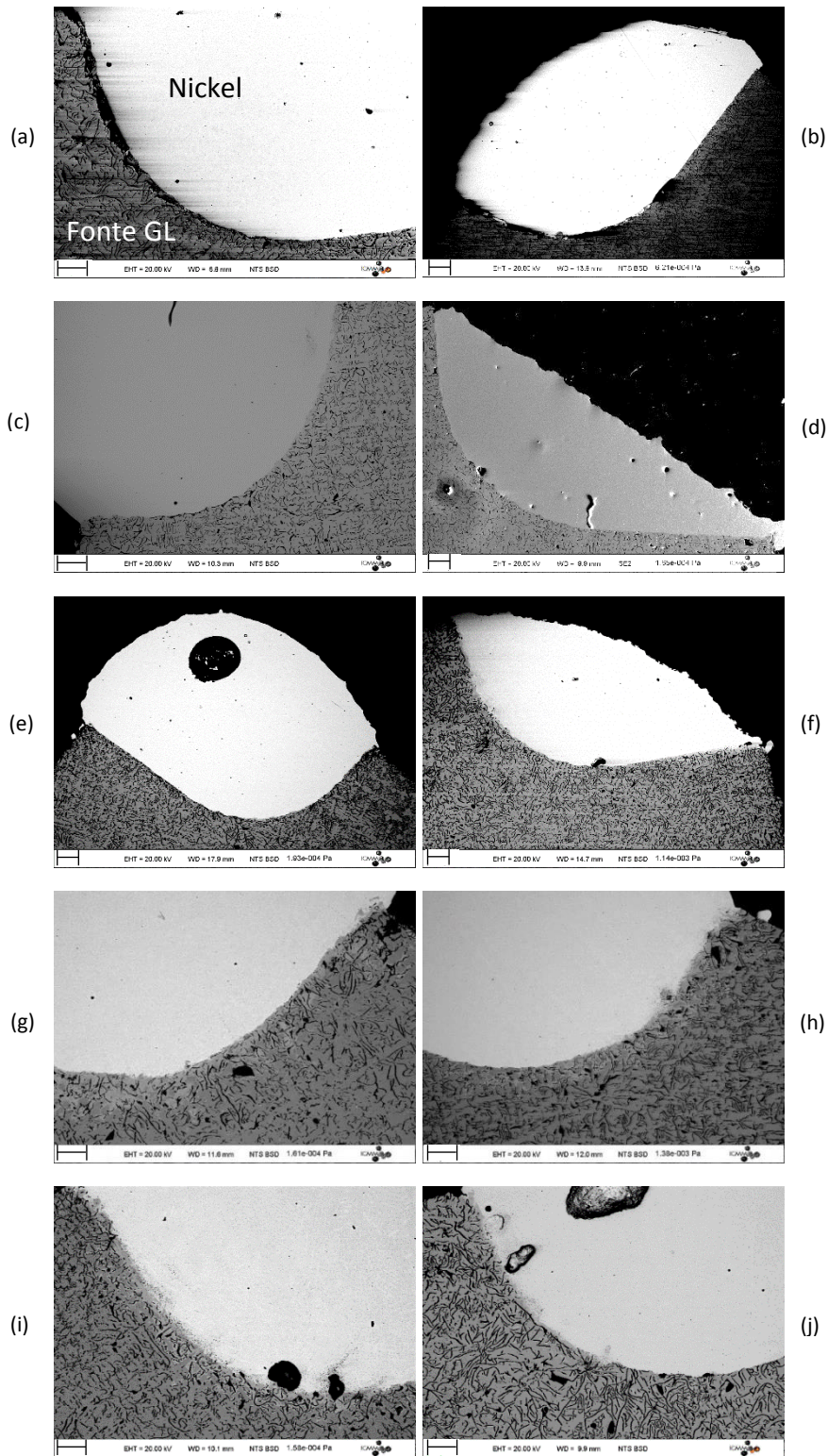


Figure 4.7 : Images MEB-BSE des 10 échantillons retenus du plan d'expériences de Taguchi (barre d'échelle à 200  $\mu\text{m}$ )  
 (a) FNC 1 (b) FNC 2 (c) FNC 3 (d) FNC 4 (e) FNC 5 (f) FNC 6 (g) FNC 7 (h) FNC 8 (i) FNC 9 et (j) FNC 10

Il est possible d’observer à partir de la figure 4.7, qu’exceptés les échantillons FNC 1 et FNC 2 (Figures 4.7a et b), les échantillons présentent une parfaite adhésion dépôt/substrat. Le point commun des deux premiers échantillons est leur faible puissance de rechargement (1500 W). Une trop faible puissance entraîne donc un manque d’adhésion dépôt/substrat. Cela peut s’expliquer par un manque de fusion du substrat, ne permettant pas une accroche parfaite. Cela permet de conclure qu’un matériau avec une absorptivité plus élevée que le Cu-Ni-Al permet une meilleure absorption du rayonnement laser incident et donc, a fortiori, une meilleure accroche. Puisqu’il a été montré dans le chapitre 3 que l’accroche était fortement liée à la dilution, une caractérisation de la composition chimique de part et d’autre de l’interface a été réalisée afin d’estimer l’épaisseur de la zone de dilution. La méthode utilisée est celle présentée dans le chapitre 3. La figure 4.8 montre l’évolution de la composition chimique en Fe, Ni, C et Si de part et d’autre de l’interface dans la zone a de l’échantillon FNCS 3 sur une distance de 284  $\mu\text{m}$  (avec un pas de 0,44  $\mu\text{m}$ ). On peut observer que la teneur en fer diminue progressivement du substrat vers l’interface jusqu’à être nulle dans le dépôt. À contrario, la teneur en nickel est nulle dans le substrat et augmente progressivement jusqu’à se stabiliser dans le dépôt. La ZD est identifiée à partir de l’endroit où le fer diminue dans le substrat jusqu’à l’endroit où le nickel est maximum dans le dépôt.

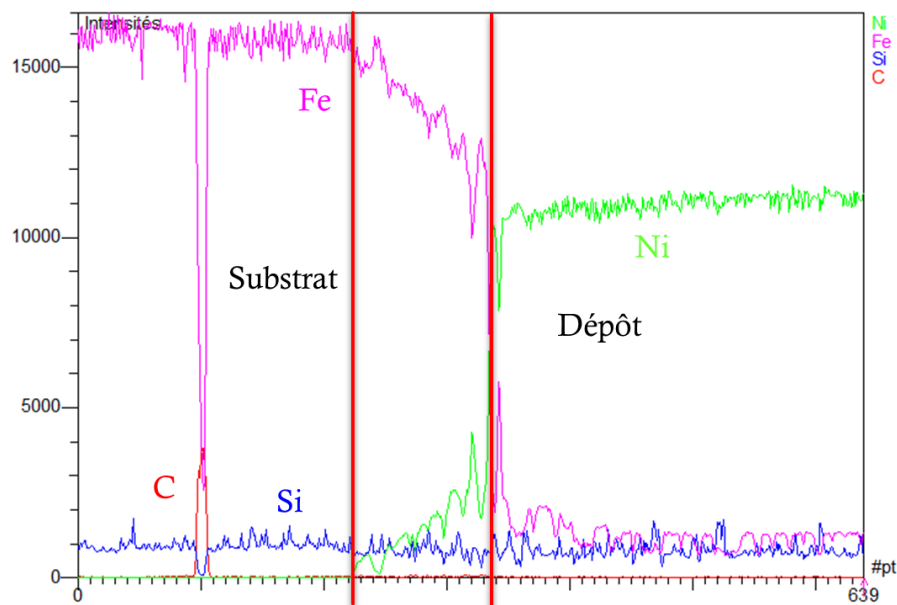


Figure 4.8 : Évolution chimique de Ni, Fe, C et Si de part et d’autre de l’interface pour la zone a de l’échantillon FNCS 3

Il est alors possible de mesurer la zone de dilution pour tous les échantillons issus du plan de Taguchi (Figure 4.9).



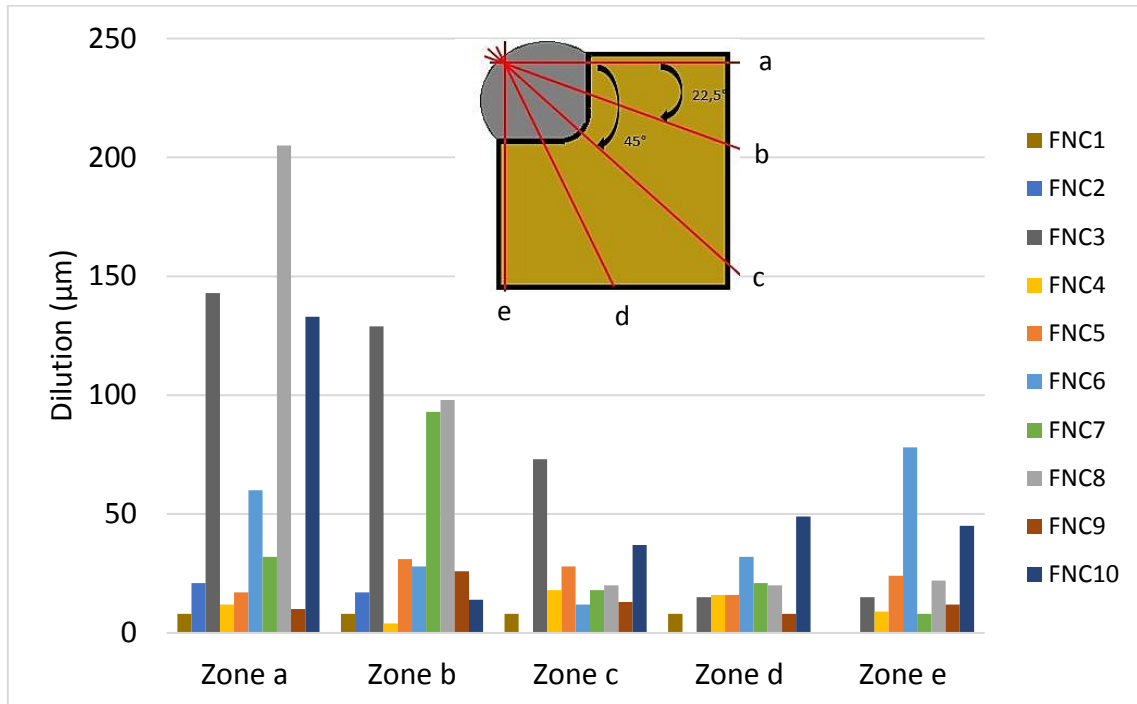


Figure 4.9 : Évolution de la dilution dans la section

La figure 4.9 montre que la dilution est globalement hétérogène dans la section. Elle met notamment en évidence une dilution plus faible lorsque l'on se rapproche du centre de la courbure (zone c). Ceci est en accord avec les résultats obtenus sur le substrat de Cu-Ni-Al ainsi qu'avec l'analyse qui a été proposée quant à l'effet d'ombrage par les particules de poudre ayant une distribution gaussienne centrée sur la zone c (chapitre 3 § 1.3). Toutefois, en comparant les deux substrats (Figures 3.15 et 4.9), il apparaît que la dilution est meilleure, notamment au centre de la courbure pour le substrat de fonte. En effet, l'épaisseur moyenne de dilution en zone c, est de 7 µm et 23µm respectivement pour le Cu-Ni-Al et la fonte. Il semblerait que l'amélioration de l'absorptivité d'un moule à base de fer permette une meilleure dilution et donc une meilleure adhésion dépôt/substrat.

#### 1.2.3. Identification de la ZAT et influence de la ZD

L'analyse au MEB-BSE présentée sur la figure 4.10 permet d'observer une zone en gris clair proche de l'interface dépôt/substrat. Un grandissement de cette zone a été fait sur l'échantillon FNC 6 pour observer l'étendue (délimitée par la ligne blanche).

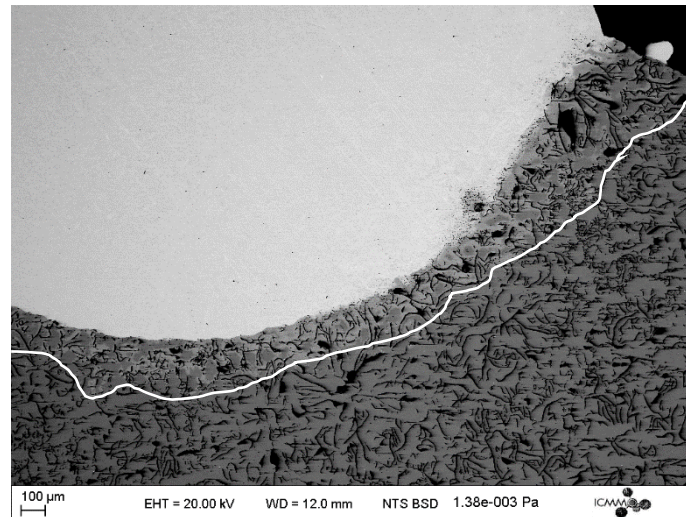


Figure 4.10 : Analyse MEB-BSE de l'interface dépôt/substrat pour l'échantillon FNC 6 ( $P=1900$  W,  $v=8,5$  mm/s et  $D=24,5$  g/min)

Sur la figure 4.10, la zone en gris clair est toujours placée proche de l'interface et s'étend entre 200 et 400  $\mu\text{m}$  (selon la position dans la section).

Une observation structurale par EBSD (Figure 4.11) de l'échantillon FNC 6 montre une zone près de l'interface qui correspond à de la martensitique constituée de fines lamelles mal indexées compte tenu du trop grand pas d'exploration. Au contraire, lorsque l'on s'éloigne de l'interface, de gros grains de ferrite, de l'ordre de 80  $\mu\text{m}$ , sont observés.

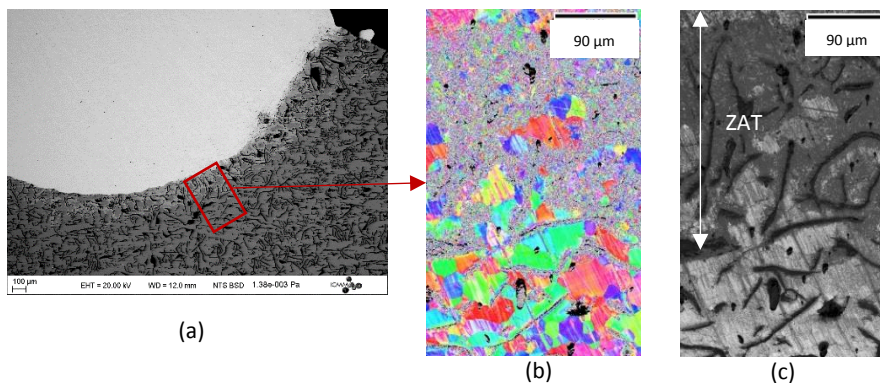


Figure 4.11 : Section de l'échantillon FNC 6 (a) MEB-BSE de la section (b) IPF et (c) IQ du substrat à l'interface de la zone b

Cette zone de modification microstructurale du substrat s'étend jusqu'à environ 200  $\mu\text{m}$  et correspond à la zone affectée thermiquement (ZAT) où la martensite est présente. Il est intéressant de noter que l'échantillon FNC 6 présente une dilution élevée (28  $\mu\text{m}$  dans la zone b). À titre de comparaison, une analyse d'un échantillon à faible dilution (FNC 4) (4  $\mu\text{m}$  sur la zone b) est proposée sur la figure 4.12 pour observer l'influence de la ZD sur la ZAT.

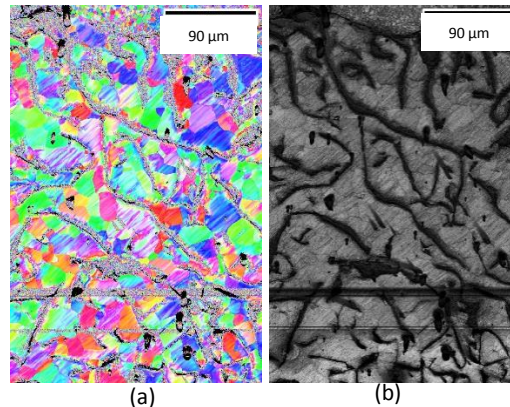


Figure 4.12 : (a) IPF et (b) IQ du substrat de l'échantillon FNC 4 ( $P=1700$  W,  $v=10$  mm/s et  $D=24,5$  g/min) proche de l'interface de la zone b

La figure 4.12 permet d'observer qu'à faible dilution, la ZAT n'est pas identifiable et les grains de ferrite sont visibles sur la plupart de la microstructure. Une relation directe est donc mise en évidence entre l'augmentation de la dilution et l'étendue de la ZAT. Plus la dilution est grande, plus la ZAT est présente. Une quantification de cette dépendance sera présentée dans la discussion.

### 1.3. Influence des paramètres de rechargement sur la solidification du dépôt et sur l'évolution de la microstructure du substrat (ZAT)

Pour observer l'influence de la puissance du laser sur la microstructure du dépôt et du substrat, nous nous proposons de comparer les échantillons FNC 4 et FNCS 3 (Figure 4.13) pour lesquels la vitesse et le débit sont fixés tandis que la puissance de rechargement change, 1700 W et 2100 W respectivement pour les échantillons FNC 4 et FNCS 3.

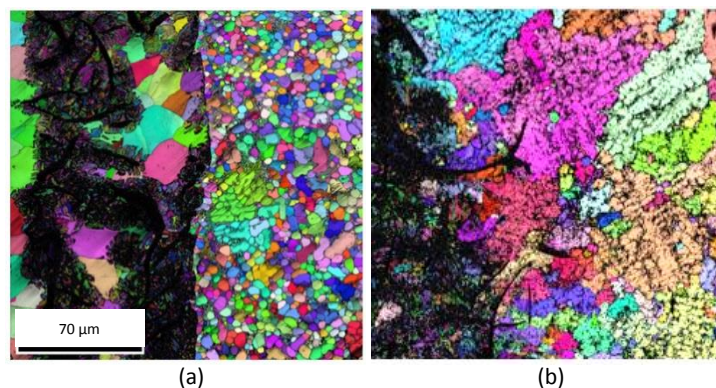


Figure 4.13 : Influence de la puissance sur la microstructure à l'interface dépôt/substrat IPF de (a) FNC 4 ( $P=1700$  W,  $v=10$  mm/s et  $D=24,5$  g/min) et (b) FNCS 3 ( $P=2100$  W,  $v=10$  mm/s et  $D=25$  g/min)

On note que l'effet de la puissance est notable sur la microstructure à l'interface. Avec une faible puissance, l'interface est franche entre le substrat et le dépôt (Figure 4.13a). Dans ces conditions, le substrat est moins chauffé par le laser avant le contact avec la poudre en fusion. Le gradient thermique entre le dépôt de nickel liquide et le substrat est donc élevé, ce qui entraîne un refroidissement rapide et l'apparition d'une germination hétérogène. À forte puissance (2100 W), l'interface est diffuse et la fonte et le nickel sont interpénétrés, signe qu'une montée en température significative a eu lieu au niveau du substrat, entraînant un

bain de fusion entre les deux alliages. De plus, on observe une structure dendritique au niveau de l'interface dans le dépôt et non une germination hétérogène à petits grains (Figure 4.13b). Lorsque la puissance du laser est augmentée, la température du substrat est plus importante et le gradient thermique entre le substrat et le dépôt est donc plus faible. Cela induit un refroidissement plus lent dans cette zone conduisant à une croissance dendritique dans le dépôt. Une conséquence de la forte puissance est l'augmentation de l'étendue de la structure martensitique dans le substrat. Notons que la martensite proche de l'interface, à forte puissance, peut être issue de la solidification rapide à partir de l'austénite.

Nous avons voulu aussi observer la structure de solidification en fonction de la puissance à plus faible vitesse, 6,5 mm/s au travers de l'analyse des échantillons FNCS 2 (P=1900 W, v=6,5 mm/s et D=28,5 g/min) et FNCS 4 (P=3000 W, v=6,5 mm/s et D=28,5 g/min).

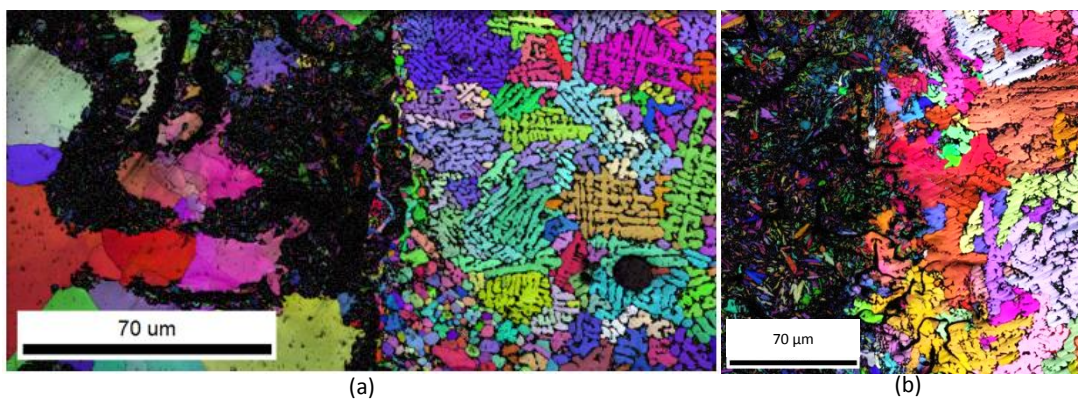


Figure 4.14 : Influence de la puissance sur la microstructure à l'interface dépôt/substrat : IPF de (a) FNCS 2 et (b) FNCS 4

La figure 4.14a permet de voir qu'à faible vitesse (6,5 mm/s) et avec une puissance moyenne (P=1900 W), une structure intermédiaire apparaît. On y observe une interface franche entre les deux alliages et une petite zone de germination hétérogène est encore visible. Mais la croissance dendritique reste dominante. Par ailleurs, dès lors que la puissance est suffisante (Figure 4.14b), même à faible vitesse, on retrouve une interface diffuse déjà décrite sur la figure 4.13b. Notons cependant qu'ici, le débit de poudre a été augmenté. L'influence du débit de poudre n'a pas été prise en compte car elle est liée à l'évolution de la vitesse. Pour un débit donné, à forte vitesse, la quantité de poudre est diminuée tandis qu'à faible vitesse, elle est augmentée.

Concernant la vitesse de rechargement, la comparaison des échantillons FNCS 1 (P=1700 W, v=4,5 mm/s et D=25 g/min) et FNCS 4 (P=1700 W, v=10 mm/s et D=24,5 g/min) permet d'observer que celle-ci n'a pas d'influence sur la solidification du dépôt (Figure 4.15).



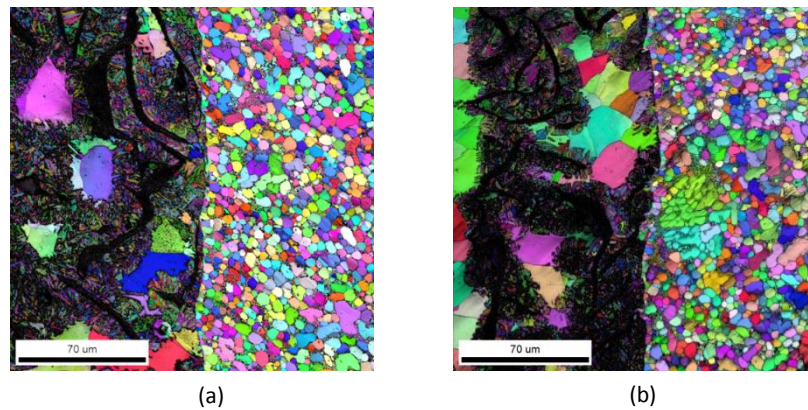


Figure 4.15 : Influence de la vitesse sur la microstructure à l'interface dépôt/substrat : IPF de (a) FNCS 1 et (b) FNC 4

Une structure de germination hétérogène est toujours observable. Cela signifie que la diminution de la vitesse (entraînant un temps de dépôt plus long), ne permet pas de diminuer le gradient thermique de telle sorte à permettre une croissance colonnaire au contact du moule en fonte GL. Cependant, la proportion de phase martensitique est plus grande à faible vitesse (Figure 4.15a). En effet, une diminution de la vitesse engendre une augmentation de l'énergie fournie ( $E \text{ (J/mm)} = P/v$ ) et permet donc au carbone de diffuser plus largement lors du rechargement, ce qui se traduit par une forte quantité de martensite (large ZAT). Cependant, cela n'a aucune influence ni sur la solidification du dépôt, ni sur l'aspect de l'interface dépôt/substrat.

À partir de ces analyses, la figure 4.16 fait un bilan qualitatif des domaines de microstructures rencontrées au voisinage de l'interface dans un diagramme Vitesse-Puissance.

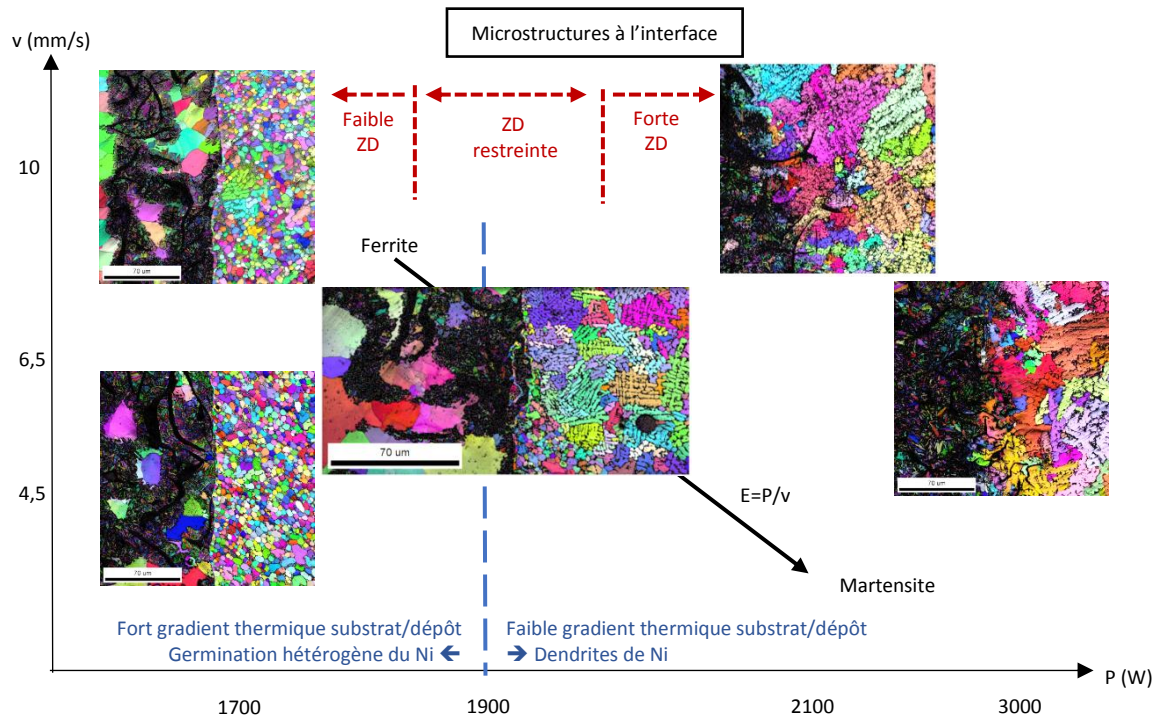


Figure 4.16 : Domaines de microstructures rencontrées à l'interface dans un diagramme Vitesse-Puissance

Nous concluons dans cette partie que la puissance semble être le paramètre le plus influent sur la solidification du dépôt. De plus, lorsque l'énergie ( $P/v$ ) augmente, le substrat se trouve amplement affecté thermiquement, ce qui se traduit par une forte présence de martensite pouvant être une martensite de solidification si le bain de fusion est important et/ou une martensite de diffusion du carbone contenu dans les lamelles de graphite vers la matrice avoisinante.

#### 1.4. Discussion sur les évolutions microstructurales en fonction des paramètres process

##### 1.4.1. Caractérisation quantitative des microstructures

Pour décrire quantitativement les microstructures et ainsi les comparer, différentes grandeurs ont été caractérisées : la distance interdendritique,  $d$ , dans le dépôt loin de l'interface et la distance de diffusion du carbone  $X$  (largeur de la zone martensitique autour des graphites) dans le substrat. La figure 4.17 illustre ces grandeurs sur un schéma simplifié de l'interface dépôt/substrat. De plus, on mesurera la profondeur  $L$  de la zone martensitique (ZAT) par rapport à l'interface.

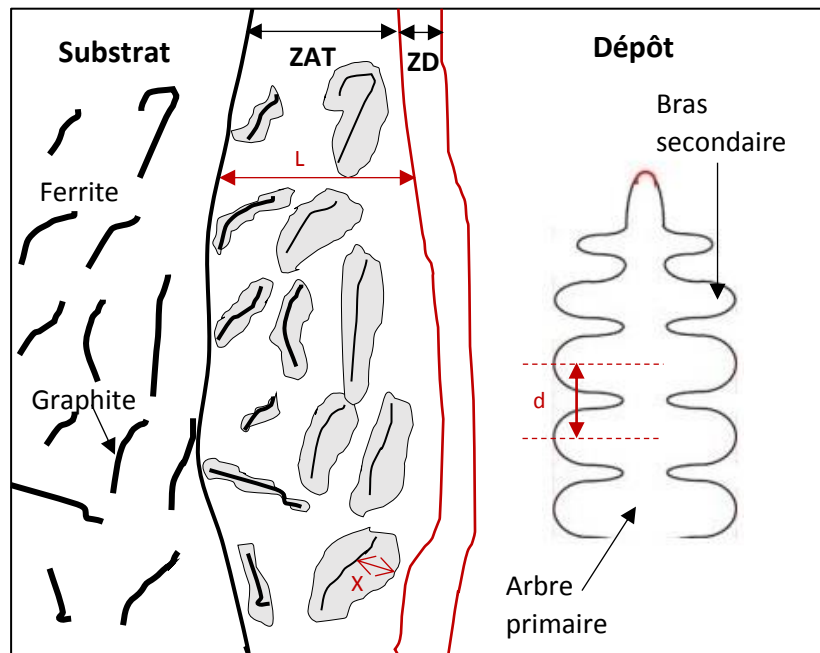


Figure 4.17 : Schéma simplifié de l'interface dépôt/substrat

#### Distance interdendritique $d$

La distance interdendritique est inversement proportionnelle à la vitesse de refroidissement (Philibert et al., 1998a) (Zheng et al., 2008). Or, cette dernière est étroitement liée à l'énergie linéique apportée par le laser ( $E \text{ (J/mm)} = P/v$ ). L'évolution de  $d$  en fonction de  $P/v$  est donnée sur la figure 4.18 pour 5 échantillons.

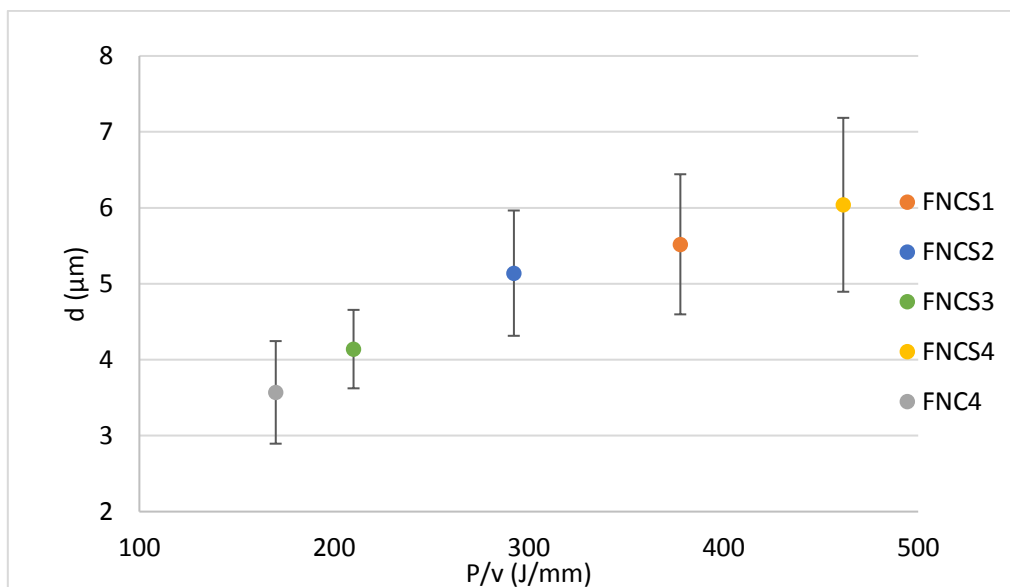


Figure 4.18 : Distance interdendritique  $d$  dans le dépôt en fonction de  $P/v$

La figure 4.18 montre que la distance interdendritique augmente avec l'énergie linéique apportée par le laser. Cette évolution est logique puisque plus  $P/v$  est grand, plus la température du moule va augmenter. Cela conduira donc à une diminution de la vitesse de refroidissement et donc une augmentation de  $d$ .

Notons que l'échantillon FNCS 4 a présenté de la fissuration au niveau du cordon. Nous supposons qu'une énergie linéique trop élevée a pu entraîner la fissuration, en générant de fortes contraintes résiduelles d'origine thermique.

Étendue de la zone martensitique X autour de chaque graphite

On sait que l'apparition de la martensite est la conséquence de la diffusion du carbone dans la matrice austénitique et d'un refroidissement rapide. Or, la longueur de diffusion, X, est proportionnelle à  $\sqrt{Dt}$ , avec D le coefficient de diffusion et t le temps (Philibert et al., 1998b). Le coefficient de diffusion suit une loi de type Arrhenius :

$$D = D_0 \exp\left(\frac{-Q}{kT}\right) \quad (4.1)$$

avec  $D_0$  une constante, Q l'énergie d'activation, k la constante des gaz parfaits (égale à  $8,314 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ) et T la température en kelvin. En prenant en compte un coefficient de diffusion du carbone  $D_0$  dans fer de  $10^{-2} \text{ cm}^2/\text{s}$  (à la température de transformation allotropique de  $912^\circ\text{C}$ ) il a été possible d'estimer l'énergie d'activation du phénomène de sorte à ce que le calcul de X soit fidèle aux valeurs expérimentales (Figure 4.19). Rappelons que le temps de diffusion a été calculé grâce à la relation  $t = D_s/v$ , avec  $D_s = 4 \text{ mm}$ , le diamètre du spot. On trouve alors une énergie d'activation de  $84000 \text{ J.mol}^{-1}$  très proche de celle proposée dans la littérature par Smithells :  $80332,8 \text{ J.mol}^{-1}$  (Smithells, 1976).

La figure 4.19 montre que la longueur de diffusion, X, augmente avec P/v comme la distance interdendritique. Cette figure permet également de comparer les valeurs expérimentales de X aux valeurs calculées pour différentes vitesses (indépendantes de la puissance). On observe une diffusion théorique X proche des valeurs expérimentales. Pour les faibles valeurs de P/v, le calcul surestime légèrement X car le substrat n'a sans doute pas atteint  $912^\circ\text{C}$ . Notons que les calculs de X ont été réalisés pour une température unique de  $912^\circ\text{C}$  quelle que soit l'énergie linéique incidente P/v. Pour les fortes valeurs de P/v, le calcul sous-estime X car la martensite formée est probablement issue de l'austénite à plus haute température. D'ailleurs, pour le dernier point de la courbe, une parfaite estimation de X par le calcul est obtenue lorsque la température est fixée à  $1020^\circ\text{C}$ .



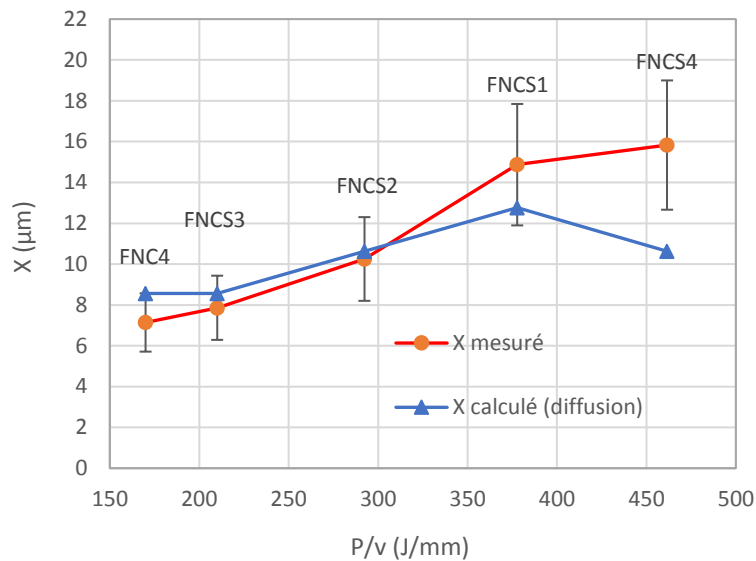


Figure 4.19 : Longueur de diffusion  $X$  à l'interface en fonction de  $P/v$ . Comparaison avec le calcul de diffusion (Eq. 4.1).

Cette représentation en  $P/v$ , largement employée avec le procédé de LMD, semble satisfaisante. Cependant, les évolutions de  $d$  et de  $X$  en fonction de la puissance et de la vitesse prises séparément l'une de l'autre (annexe D) montrent clairement que le paramètre ayant le plus d'influence est la vitesse du laser.

Au bilan, lorsque l'on apporte beaucoup d'énergie via le laser, on favorise une zone martensitique et une distance interdendritique plus grandes. Il faut tout de même veiller à ne pas apporter trop d'énergie car sinon on provoque une fissuration du moule, comme avec l'échantillon FNCS 4. Dans ce cas, c'est probablement la forte puissance (3000 W) associée à une grande énergie linéique incidente qui est la cause de cette fissuration en introduisant de fortes contraintes thermiques.

#### 1.4.2. Évolution de la ZAT dans la section

Une mesure de  $L$  (décrite sur la figure 4.17), longueur sur laquelle on trouve de la martensite à partir de l'interface est réalisée pour l'échantillon FNC 4 (Figure 4.21), à différents endroits de la section (protocole présenté sur la figure 4.20) afin de quantifier l'hétérogénéité de cette ZAT déjà observée sur la figure 4.10. Une mesure de l'évolution de  $X$  (diffusion de carbone) dans la section sera aussi discutée (Figure 4.21).

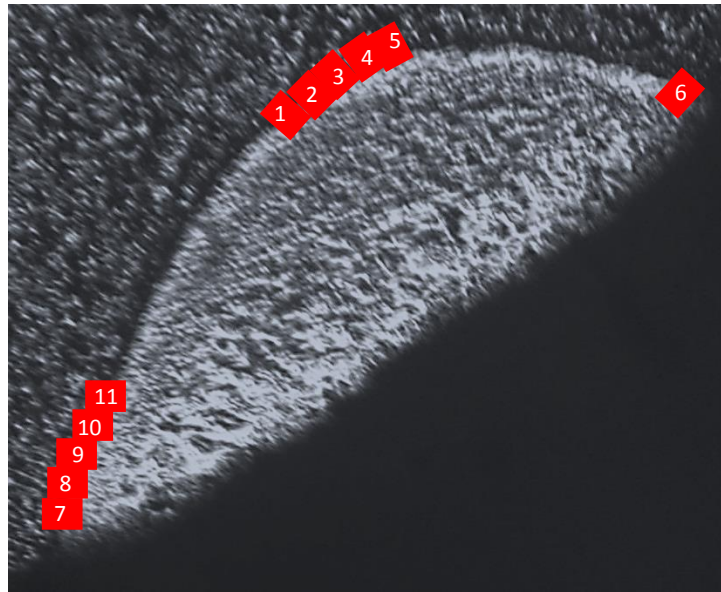


Figure 4.20 : Schéma de la position des différentes zones de l'échantillon FNC 4 analysées au microscope optique

La figure 4.21 présente l'évolution de L pour les différentes positions étudiées : les zones 1 à 5 sont caractéristiques du centre de la courbure tandis que les zones 6 à 11 représentent les bords.

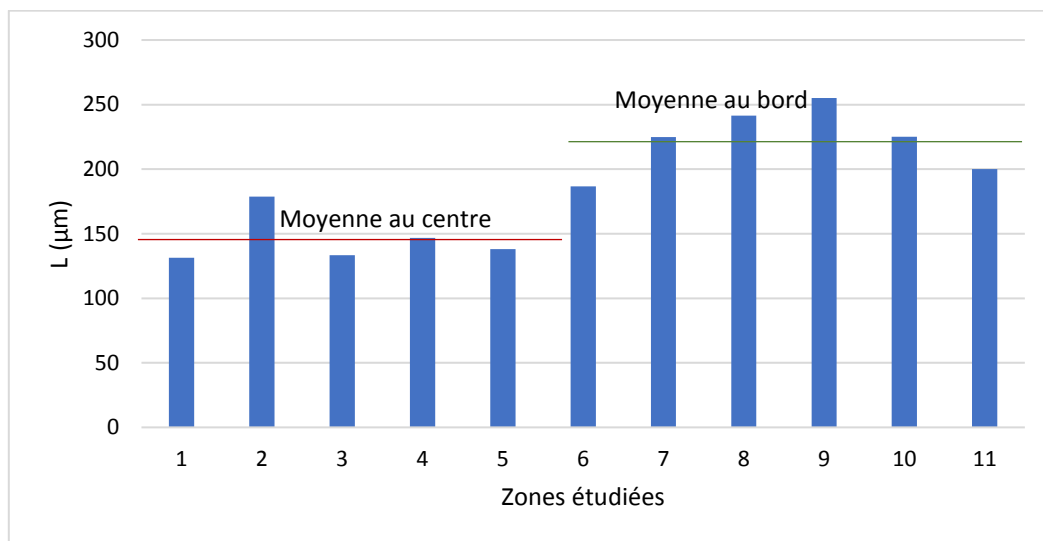


Figure 4.21: Largeur L de la zone martensitique du centre à la périphérie du dépôt

La figure 4.21 montre que L est plus élevé au niveau des bords qu'au centre de la courbure. L prend une valeur moyenne de 145 μm au centre de la courbure tandis qu'elle est de 220 μm environ en bordure. Cette analyse a été appliquée à d'autres échantillons et les résultats confirment cette tendance. Il est donc possible de conclure qu'une hétérogénéité de la ZAT existe entre le bord et le centre de la courbure.

Pour aller plus loin dans la caractérisation de la ZAT, l'évolution de la longueur de diffusion X au centre et au bord du dépôt est décrite, pour l'échantillon FNC 4, en fonction de la distance par rapport à l'interface dépôt/substrat (Figure 4.22).

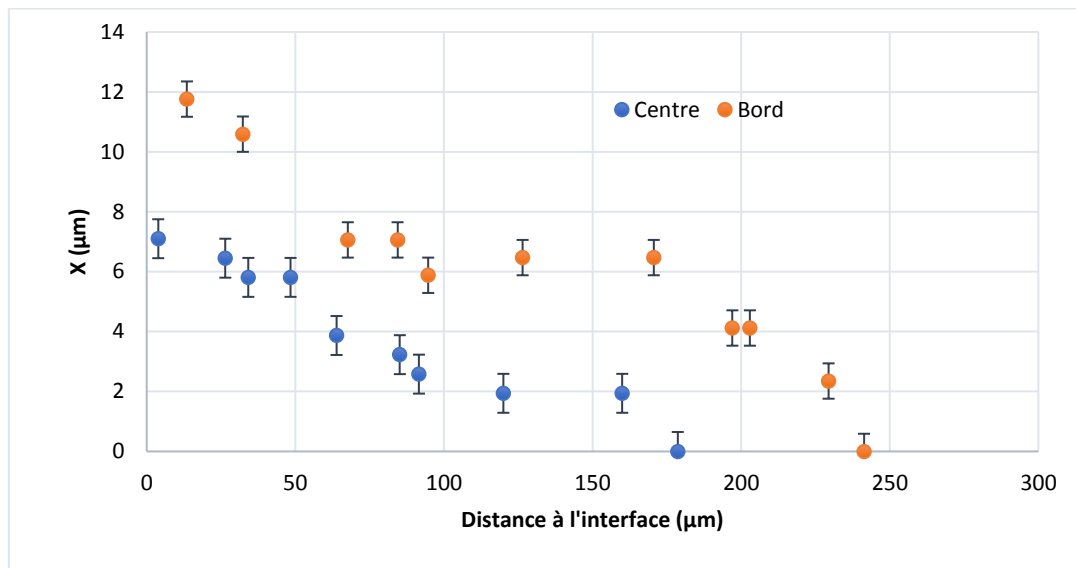


Figure 4.22 : Longueur de diffusion X (martensite) en fonction de la distance à l'interface pour l'échantillon FNC 4

La figure 4.22 montre tout d'abord que X diminue lorsque la distance à l'interface augmente. Plus on s'éloigne de l'interface, plus la température est faible et donc plus la diffusion du carbone devient difficile. Il apparaît aussi clairement que cette diffusion se fait sur une profondeur beaucoup plus importante au bord qu'au centre de la section. Ce résultat a été observé sur tous les échantillons caractérisés.

Les valeurs de L et de X, plus importantes sur les bords qu'au centre de la courbure, peuvent s'expliquer par la distribution gaussienne de la poudre décrite dans le chapitre 3. En effet, comme il y a plus de poudre qui est déposée au centre de la courbure qu'au niveau des bords, celle-ci absorbe plus d'énergie incidente qu'aux extrémités de la section. Moins d'énergie est donc apportée au substrat au centre de la courbure. En conséquence, la température au centre du substrat est moins élevée et la taille de la ZAT est plus faible.

## II. Caractérisation mécanique

Une caractérisation mécanique a été réalisée pour observer l'influence du rechargement et de l'hétérogénéité des microstructures sur la dureté et les contraintes résiduelles.

### II.1. Évolution de la dureté en fonction de la microstructure

Des mesures de dureté ont été réalisées sur les échantillons FNC 4 et FNCS 3 dans différentes zones du dépôt et du substrat avec une charge de 0,01 kgf pour une moyenne de 9 valeurs par zone. Ces deux échantillons ont été choisis car ils présentent toutes les microstructures observées après un rechargement par laser sur la fonte GL. La dureté est mesurée dans la martensite autour des graphites (zone X), dans les zones de germination hétérogène, dans les zones dendritiques (que ce soit proche de l'interface ou loin dans le

dépôt) ainsi que dans les grains de ferrite du substrat loin de l'interface dépôt/substrat (Figure 4.23). Remarquons que la taille d'empreinte (de l'ordre de 5  $\mu\text{m}$ ) est inférieure à la taille de la zone X étudiée ( $>10 \mu\text{m}$ ).

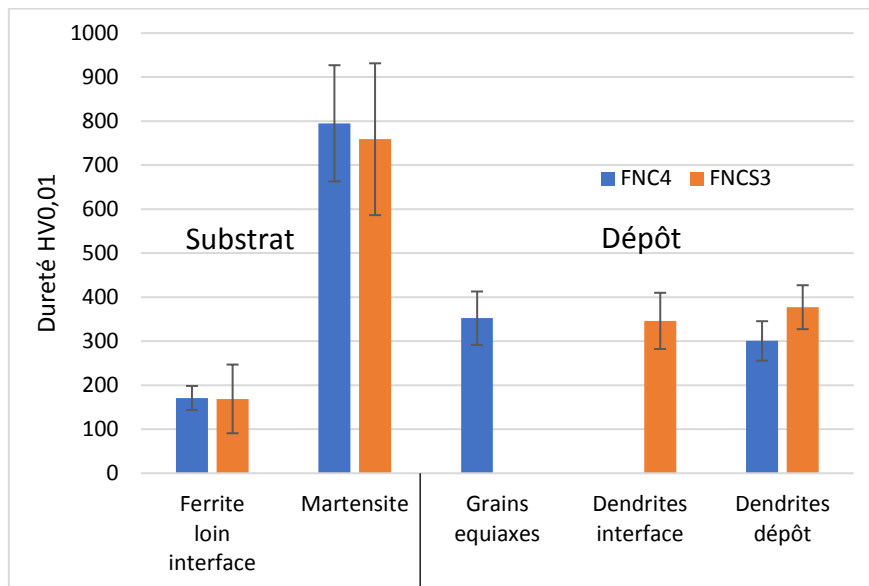


Figure 4.23 : Dureté des différentes phases en présence après le rechargement par laser des échantillons FNC 4 ( $P=1700 \text{ W}$ ,  $v=10 \text{ mm/s}$  et  $D=24,5 \text{ g/min}$ ) et FNCS 3 ( $P=2100 \text{ W}$ ,  $v=10 \text{ mm/s}$  et  $D=25 \text{ g/min}$ )

Sur la figure 4.23, on observe que pour les deux échantillons, la dureté de la zone ferritique ne dépasse pas 180 HV. Concernant la phase martensitique, sa dureté est de l'ordre de 780 HV. Il s'agit bien d'une phase à très forte dureté pouvant conduire à de la fissuration. La zone de germination hétérogène pour l'échantillon FNC 4 présente une dureté autour de 350 HV, similaire à celle de la structure dendritique observée à l'interface dans le dépôt pour l'échantillon FNCS 3, elle-même égale à la dureté des dendrites loin dans le dépôt. Nous observons donc que quelle que soit la structure développée au contact de l'interface, la dureté du dépôt de Ni n'est pas impactée. L'effet de la nature chimique est prépondérant sur l'effet de la taille de grains.

## II.2. Étude des contraintes résiduelles

Dans cette partie, on s'intéresse à l'état des contraintes résiduelles en surface du cordon des deux échantillons : un avec les paramètres usuels utilisés par la société CHPOLANSKY (FNCS2) et un échantillon ayant présenté une fissuration (FNCS4). La figure 4.24 donne la position des mesures de contraintes longitudinales ( $\sigma_L$ ) et transversale ( $\sigma_T$ ) pour les deux échantillons. La fissure a été trouvée dans le cordon à proximité de la zone Z3-C de l'échantillon FNCS4 et perpendiculairement à la direction longitudinale (Figure 4.24b).

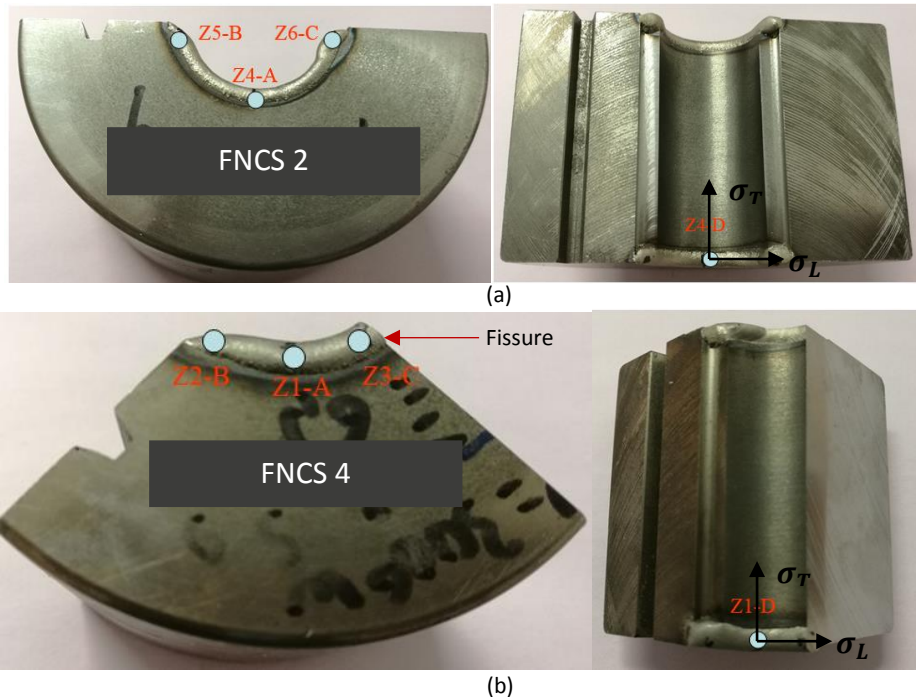


Figure 4.24 : Position des mesures par rapport au cordon pour l'analyse des contraintes résiduelles (a) FNCS 2 ( $P=1900$  W,  $v=6,5$  mm/s et  $D=28,5$  g/min) et (b) FNCS 4 ( $P=3000$  W,  $v=6,5$  mm/s et  $D=28,5$  g/min)

Pour l'échantillon FNCS2 (Figure 4.25), une symétrie des valeurs de contraintes s'observe sur les zones A à C (exemple : 80 MPa maximum en compression et 65MPa en traction (zone B)). Notons que des contraintes résiduelles en compression permettent un retard à l'amorçage et un ralentissement de la propagation de fissures lors du cycle de fonctionnement des moules.

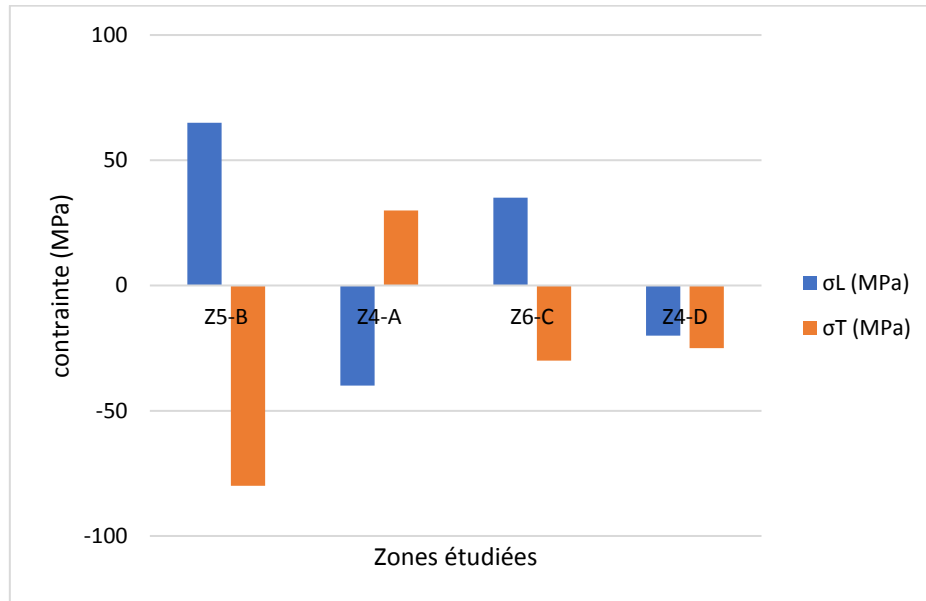


Figure 4.25: Contraintes résiduelles à la surface de l'échantillon FNCS 2

En effet, si l'on se réfère à la courbe d'endurance cyclique ou de Wöhler (Philibert et al., 1998c), le nombre de cycles à rupture sera augmenté si la contrainte appliquée diminue (cas lors de la présence de contraintes résiduelles de compression en surface des cordons).

Dans le cas de l'échantillon FNCS 2, des contraintes de compression comme celles observées sur la zone D (Figure 4.25) sont bénéfiques pour la durée de vie des moules lors du cycle de fabrication de bouteilles.

Concernant l'échantillon FNCS 4 (Figure 4.26), on remarque de fortes valeurs de contraintes en traction (environ 120 MPa) suivant  $\sigma_T$  sur le bord du cordon. Ensuite, une diminution significative des contraintes est observée lorsque l'on se rapproche de la fissure (Zone Z3-C) jusqu'à environ 25 MPa environ. Cette diminution est le signe d'une relaxation des contraintes de traction en conséquence de la fissuration. On peut supposer qu'il existait aussi de fortes contraintes de traction selon la direction longitudinale qui se sont relaxées entièrement puisque la fissure est perpendiculaire à cette direction. Ces contraintes résiduelles de traction sont probablement à l'origine de la fissuration.

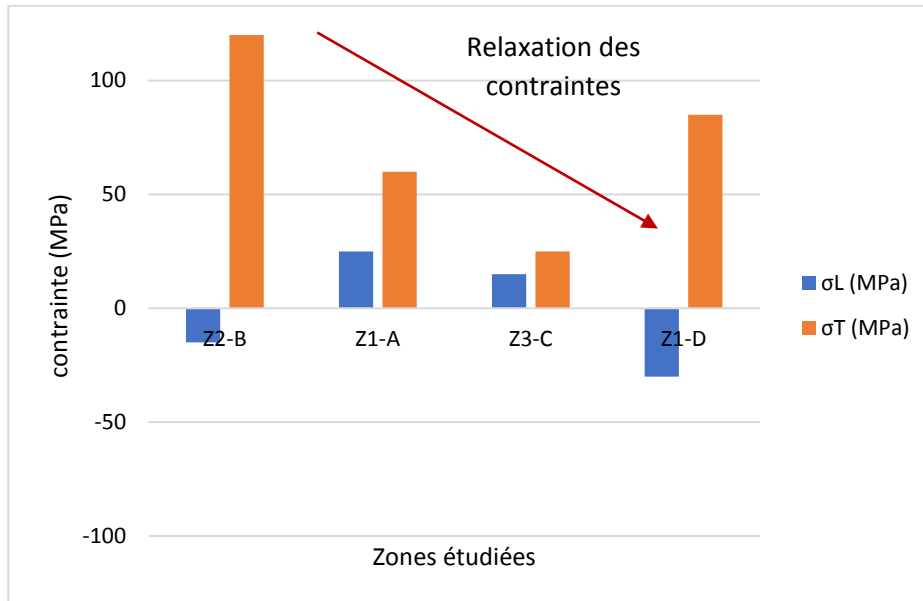


Figure 4.26 : Contraintes résiduelles à la surface de l'échantillon FNCS 4 ayant fissuré

Plusieurs pistes peuvent expliquer la fissuration :

- Explication mécanique/thermique :** La différence de dilatation thermique des matériaux composant le dépôt et le substrat peut entraîner une opposition des signes de contraintes résiduelles. En effet, le coefficient de dilatation thermique de la fonte  $\alpha_{Fe}$  est de  $9.10^{-6} K^{-1}$  tandis que celui du dépôt  $\alpha_{Ni}$  est de  $13.10^{-6} K^{-1}$ . Dans ces conditions, il s'en suit une distribution des contraintes résiduelles en traction dans le dépôt de nickel en opposition avec celui du substrat en fonte GL (en compression) lors du refroidissement. Cela peut favoriser l'apparition de fissures dans le dépôt.
- Explication structurelle :** Les changements de phases peuvent aussi influencer le signe et le niveau des contraintes résiduelles. Ainsi, la formation de martensite augmente le volume de maille de la fonte GL, générant ainsi des contraintes résiduelles en compression, contraignant le substrat à entrer en traction et donc à provoquer une fissuration.

### II.3. Relation entre la microstructure et la fissuration

La fissuration observée dans cette étude est de deux natures : dans le cordon, perpendiculaire à son axe longitudinale (Figure 4.27) et dans le substrat à quelques centaines de microns de l'interface et parallèle à l'interface, soit dans la ZAT (Figure 4.28), soit plus loin de l'interface (Figure 4.29).

La fissure dans le cordon est liée à la présence de fortes contraintes résiduelles thermiques de traction, décrites précédemment. Cette fissuration a déjà été observée par Zhao et al. (Zhao et al., 2009). Dans leur travail, les auteurs décrivent des contraintes de traction dans le sens longitudinal allant jusqu'à 978 MPa et des contraintes dans le sens transversal de 200 MPa.



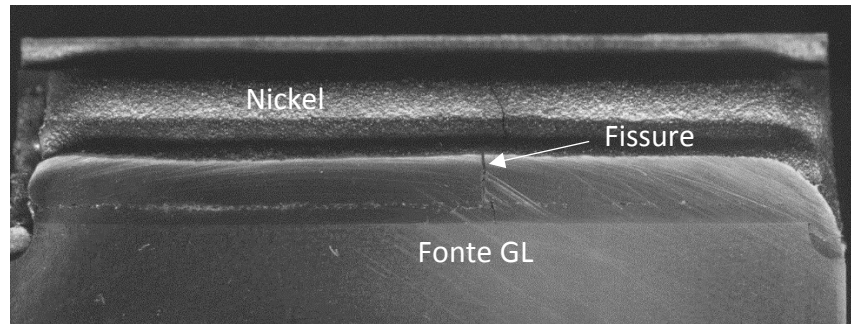


Figure 4.27 : Fissuration dans le sens perpendiculaire à la surface du substrat

La fissure dans le substrat, proche de l'interface (Figure 4.28) est liée à la présence de la martensite (ZAT), phase de forte dureté à l'origine de contraintes résiduelles structurales. Ce résultat est en accord avec celui de Liu et al. (Liu et al., 2016).

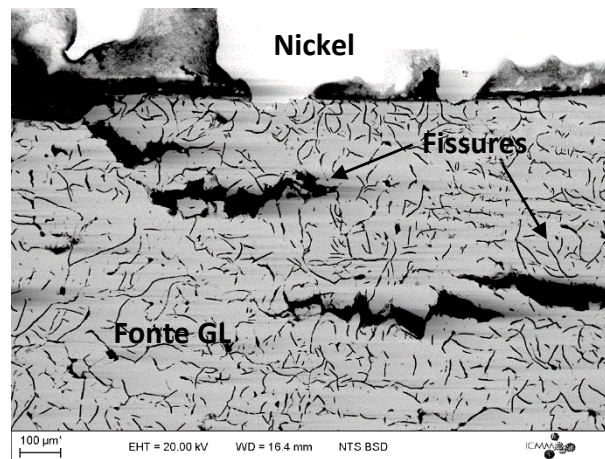
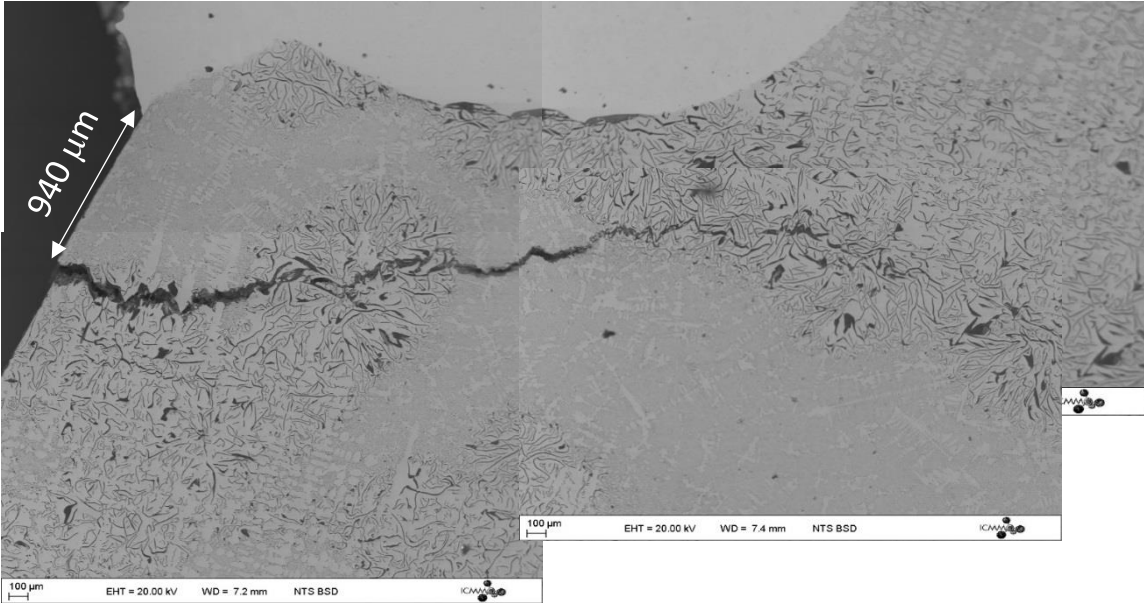


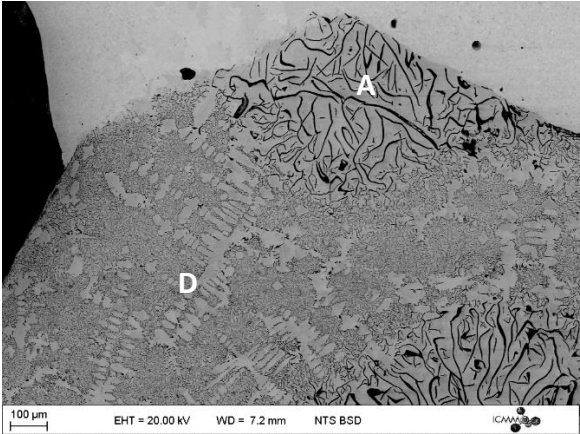
Figure 4.28 : Fissures dans le substrat

La fissure loin de l'interface présentée sur la figure 4.29a, semble s'initier entre deux zones microstructurales très différentes au sein de la fonte : une zone possédant des graphites lamellaires de type A et l'autre où il n'y a pas de graphites lamellaires mais des graphites qui semblent être de type D (graphites de surfusion) (Rémy, 2014) (Figures 4.29b et c). C'est donc l'hétérogénéité microstructurale du substrat qui est à l'origine de ce type de fissuration. Cette hétérogénéité provient de l'élaboration du moule en fonte et il a été vérifié qu'elle était présente dans toute sa structure, même loin de la zone rechargée. Des contraintes structurales à l'interface entre ces deux types de graphites engendrent la fissure.

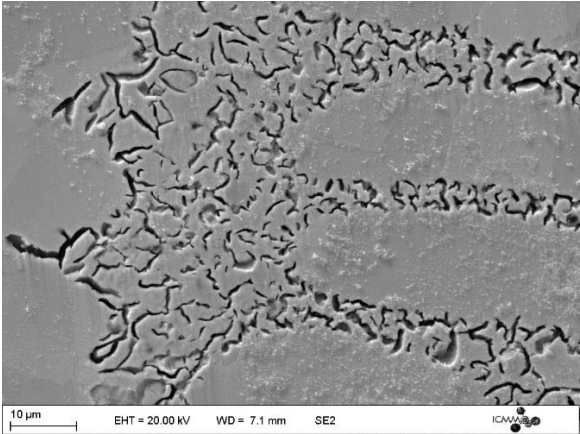




(a)



(b)



(c)

Figure 4.29 : (a) Apparition et propagation d'une fissuration dans le substrat, (b) zone avec hétérogénéité de la structure (graphites types A et D) et (c) zoom de la structure dendritique

### III. Prédiction par ANOVA de la géométrie du cordon final

Un calcul ANOVA a été réalisé dans le but de prédire l'influence des paramètres de rechargement sur la hauteur ainsi que sur la largeur du dépôt comme défini dans le chapitre 2 (§ III.4). Le travail qui va être présenté s'intéressera au respect des géométries préconisées par les établissements CHPOLANSKY (Chapitre 2, figure 2.5).

#### III.1. Influence des paramètres de rechargement sur la géométrie du cordon

Grâce à la méthode ANOVA, la largeur (L) et la hauteur (H) des cordons peuvent être calculées et comparées aux valeurs mesurées.

##### III.1.1. La largeur

Pour la largeur, le modèle est significatif avec une valeur de p-value de 0,007 et un coefficient de régression  $R^2$  de 0,99 (Figure 4.30).

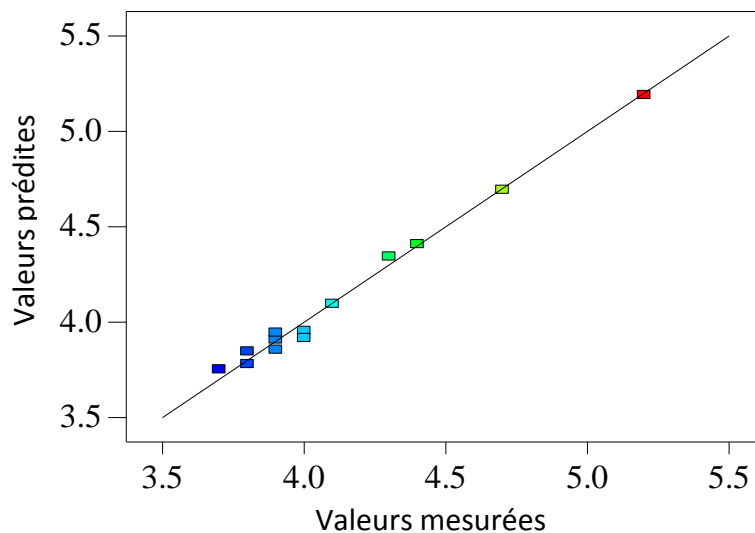


Figure 4.30 : Valeurs de largeur prédites en fonction des valeurs mesurées

La figure 4.31 montre les courbes de perturbation qui prouvent l'effet important de chaque paramètre process sur la largeur du cordon.

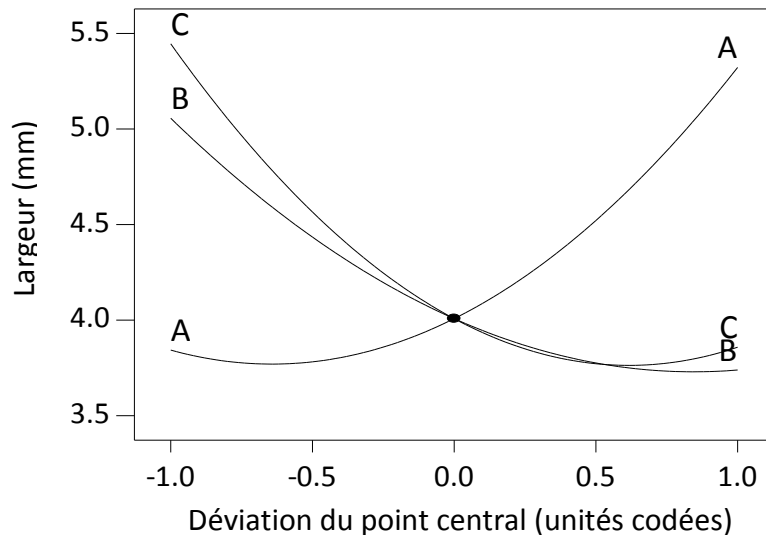


Figure 4.31 : Courbes de perturbation montrant l'effet de chaque facteur sur la largeur avec A le code de la puissance, B la vitesse et C le débit de poudre

On peut observer que la vitesse et le débit ont un effet négatif, qui peut s'expliquer par la quantité de poudre disponible. En effet, à forte vitesse ou à faible débit, la quantité de poudre disponible pour la fusion est plus faible, ce qui entraîne une largeur réduite du cordon. Quant à la puissance, on observe que son augmentation mène à l'augmentation de la largeur. Cela peut s'expliquer par le fait qu'augmenter la puissance provoque une fusion plus grande du substrat, entraînant un bain de fusion plus élargi et donc une largeur de cordon plus grande.

Les équations d'influence (Eq. 4.2) et prédictive (Eq. 4.3) sont :

$$L = 4,01 + 0,74A - 0,79C - 0,66B + 0,34A.C - 1,62A.B + 2,08C.B + 0,57A^2 + 0,64C^2 + 0,39B^2 \quad (4.2)$$

$$L' = 77,47 - 0,01P - 3,77D - 2,42v + 2,14 \cdot 10^{-4} P.D - 1,08 \cdot 10^{-3} P.v + 0,14D.v + 3,59 \cdot 10^{-6} P^2 + 0,04D^2 + 0,03v^2 \quad (4.3)$$

L'Eq. 4.2 montre que les trois paramètres ont une influence équivalente avec des coefficients de 0,74, 0,66 et 0,79 respectivement pour la puissance, la vitesse et le débit de poudre.

La figure 4.32 montre les cartographies (RSM) liées à la largeur.

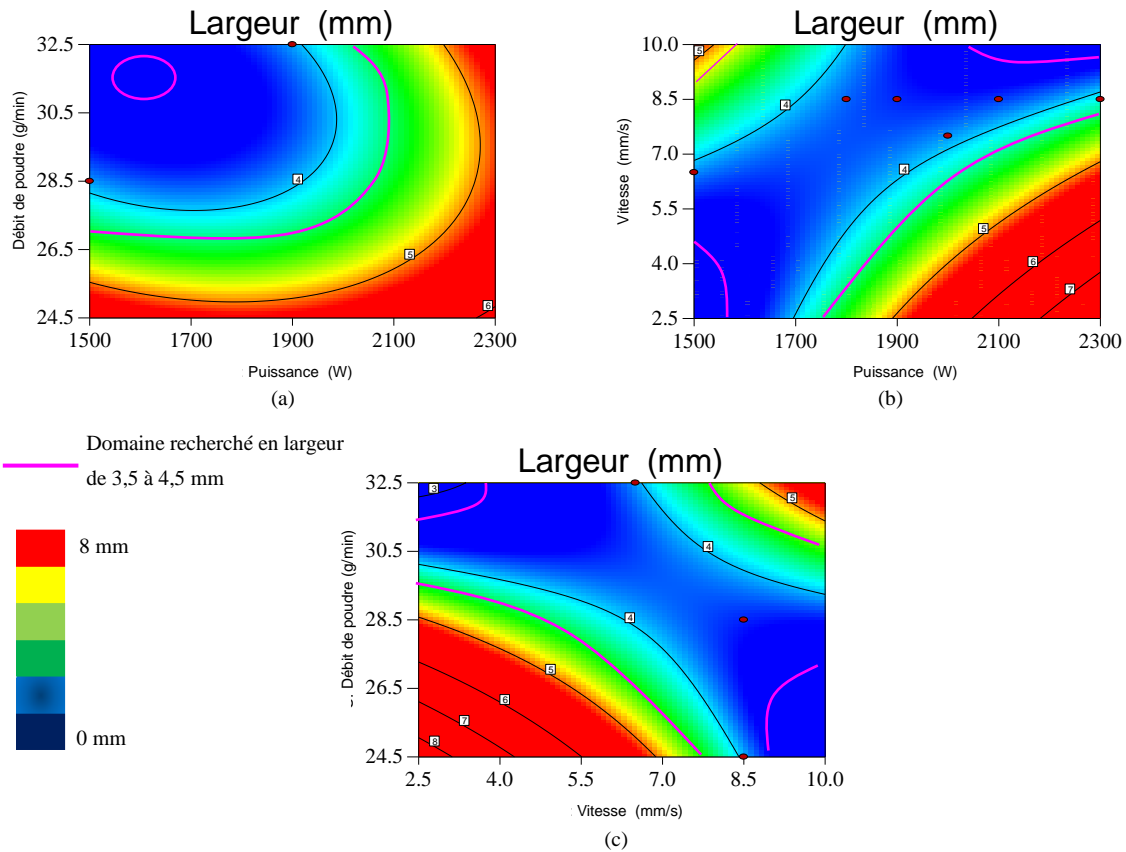


Figure 4.32 : Influence des paramètres de rechargement sur la largeur – (a) Couple débit de poudre/puissance à vitesse fixée (valeur CHPOLANSKY de 6,5 mm/s), (b) couple vitesse/puissance à débit de poudre fixé (valeur CHPOLANSKY de 28,5 g/min) et (c) couple vitesse/débit de poudre à puissance fixée (valeur CHPOLANSKY de 1900 W)

On peut observer sur la figure 4.32 que, pour obtenir les géométries voulues en largeur (délimitations via les lignes roses), il faut respecter des restrictions en termes de puissance, de débit de poudre et de vitesse. Par exemple, pour des débits de poudre supérieurs à 27 g/min (et une vitesse fixée à 6,5 mm/s), il faut réaliser le rechargement avec des puissances comprises entre 1500 et 2100W (Figure 4.32a). Il est possible d’augmenter la puissance mais avec des vitesses plus élevées, pour un débit fixé à 28,5 g/min (Figure 4.32b). La figure 4.32c montre qu’une vitesse de 8 mm/s permet d’obtenir les largeurs voulues quel que soit le débit de poudre avec une puissance de 1900 W.

L’Eq. 4.3 a été utilisée pour vérifier la correspondance entre la prédiction ANOVA et les données expérimentales. Des calculs d’erreur relative  $\epsilon_r$  ont été réalisés à partir de l’Eq. 3.12 (chapitre 3 § III.2.1). Le tableau 4.2 donne les erreurs relatives pour 4 échantillons.

Tableau 4.2 : Comparaison des largeurs mesurées et calculées à l’aide de la méthode ANOVA

Puissance (W)	Vitesse (mm/s)	Débit de poudre (g/min)	Largueur calculée (mm)	Largueur mesurée (mm)	$\epsilon_r$ (%)
1500	4,5	26,5	4,7	4,7	0,0
1900	6,5	32,5	4	4,2	4,8
1900	8,5	24,5	3,9	4	2,5
2300	8,5	28,5	4,1	4,1	0,0

Le tableau 4.2 permet d'observer que, globalement, les erreurs relatives entre les valeurs calculées et mesurées sont inférieures à 5 %. L'équation prédictive est donc représentative des mesures réelles.

### III.1.2. La hauteur

Le modèle d'analyse ANOVA pour la hauteur est également significatif avec une p-value de 0,002 et un coefficient de régression  $R^2$  de 0,99 (Figure 4.33).

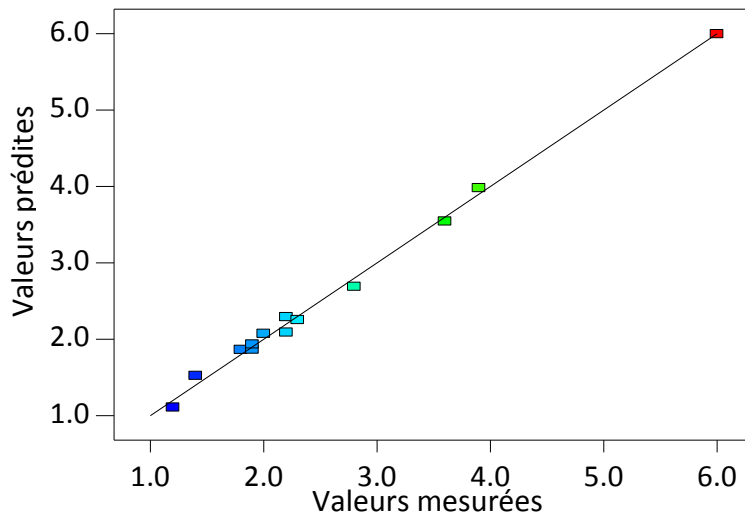


Figure 4.33 : valeurs de hauteur prédites en fonction des valeurs mesurées

La figure 4.34 montre les courbes de perturbation.

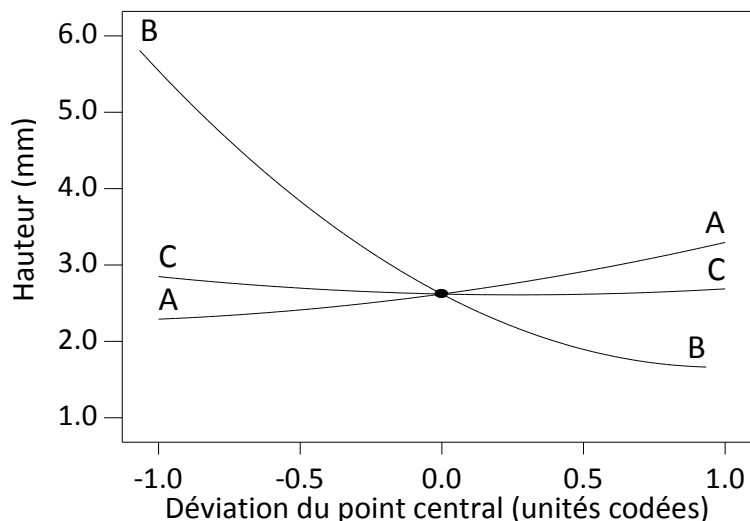


Figure 4.34 : Courbes de perturbation montrant les effets de tous les facteurs sur la hauteur avec A le code de la puissance, B la vitesse et C le débit de poudre

La vitesse a une influence très nette sur la hauteur : lorsqu'elle augmente, la hauteur diminue. Cela s'explique par la quantité de poudre qui diminue lorsque la vitesse augmente. En ce qui concerne la puissance, son augmentation entraîne une très légère augmentation de la hauteur car cela permet une fusion d'une plus grande quantité de poudre. Enfin, le débit de poudre n'a quasiment pas d'influence sur la hauteur.

Les équations d'influence (Eq. 4.4) et prédictive (Eq. 4.5) sont :

$$H = 2,75 + 0,56A - 0,15C - 2,07B + 0,05A.C - 0,85A.B + 1,07C.B + 0,17A^2 + 0,15C^2 + 0,98B^2 \quad (4.4)$$

$$H' = 26,57 - 1,34 \cdot 10^{-4} P - 1,07D - 2,39v + 3,31 \cdot 10^{-5} P.D + 5,64 \cdot 10^{-4} P.v + 0,07D.v + 1,08 \cdot 10^{-6} P^2 + 9,25 \cdot 10^{-3} D^2 + 0,07v^2 \quad (4.5)$$

Il est possible d'observer à partir de l'Eq 4.4, qu'effectivement la vitesse a un impact très significatif sur la hauteur avec un coefficient négatif de 2,07.

La figure 4.35 montre les cartographies (RSM) liées à la hauteur.

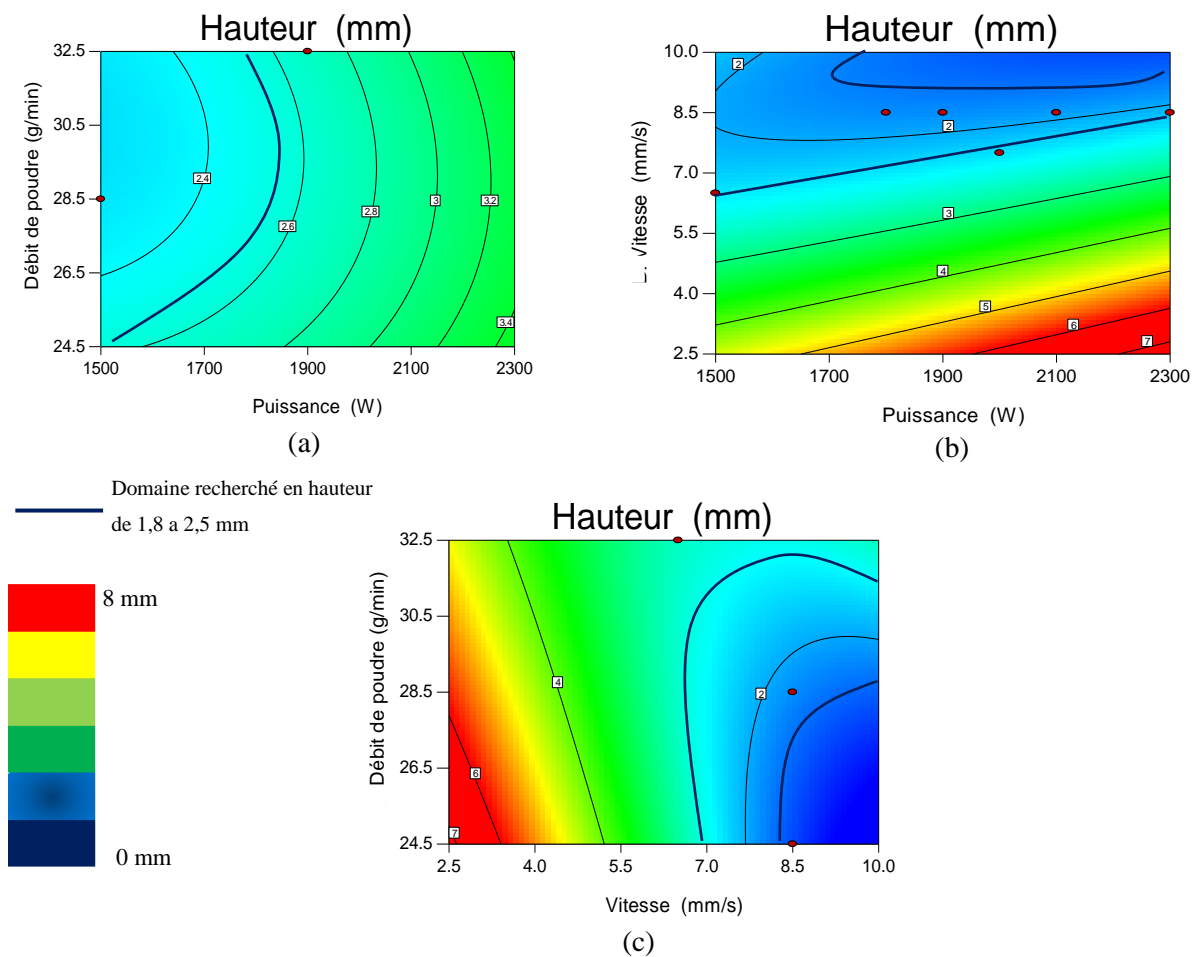


Figure 4.35 : Influence des paramètres de rechargement sur la hauteur – (a) Couple débit de poudre/puissance à vitesse fixée (valeur CHPOLANSKY de 6,5 mm/s), (b) couple vitesse/puissance à débit de poudre fixé (valeur CHPOLANSKY de 28,5 g/min) et (c) couple vitesse/débit de poudre à puissance fixée (valeur CHPOLANSKY de 1900 W)

L'augmentation de la vitesse au-delà de 7 mm/s permet de diminuer la hauteur de telle sorte à obtenir la géométrie souhaitée (Figure 4.35b). Idéalement, il faut des vitesses comprises entre 7 et 8,5 mm/s. Les deux autres paramètres sont peu influents.

L'Eq. 4.5 a été utilisée pour vérifier la correspondance entre la prédiction ANOVA et les données expérimentales. De plus, des calculs d'erreur relative  $\epsilon_r$  ont été réalisés à partir de l'Eq. 3.12 (chapitre 3 § III.2.1).

Tableau 4.3 : Comparaison des hauteurs mesurées et calculées à l'aide de la méthode ANOVA

Puissance (W)	Vitesse (mm/s)	Débit de poudre (g/min)	Hauteur calculée (mm)	Hauteur mesurée (mm)	$\epsilon_r$ (%)
1500	4,5	26,5	3,5	3,5	0,0
1900	6,5	32,5	2,7	3	10,0
1900	8,5	24,5	1,5	1,8	16,7
2300	8,5	28,5	2,1	2,2	4,5

On peut conclure à partir du tableau 4.3, que l'équation prédictive obtenue après application de la modélisation ANOVA est assez représentative des mesures réelles. Pour les jeux de paramètres considérés, l'erreur relative est inférieure à 17 %. L'Eq. 4.5 est donc représentative de la réalité.

### III.2. Optimisation des paramètres de rechargement

L'un des objectifs de ce chapitre était d'optimiser le rechargement de telle sorte à respecter les préconisations en termes de largeur et de hauteur. Les domaines optimisés sont donc extraits du modèle ANOVA en reprenant la RSM de l'évolution de la hauteur et en y incluant les limites de la largeur. La figure 4.36 décrit les domaines optimisés grâce aux lignes discontinues jaunes.

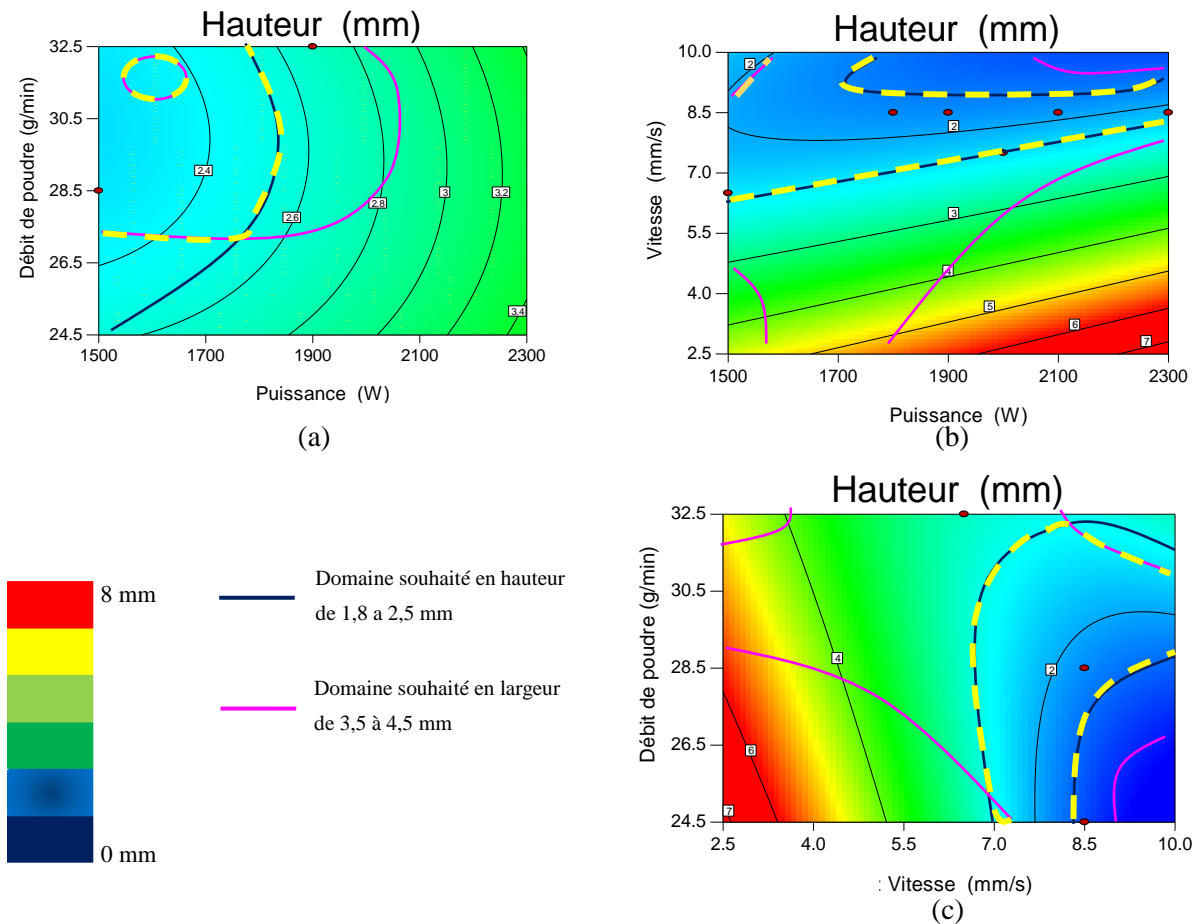


Figure 4.36 : Optimisation des paramètres de rechargement laser. Évolution de la hauteur en fonction (a) du débit de poudre  $D$  et de la puissance  $P$  pour une vitesse  $v$  fixée à 6,5 mm/s, (b) de la vitesse d'avance laser  $v$  et de la puissance  $P$  pour un débit de poudre  $D$  fixé à 28,5 g/min et (c) du débit de poudre  $D$  et de la vitesse  $v$  pour une valeur de puissance  $P$  fixée à 1900 W. Les paramètres optimisés se trouvent dans la zone délimitée par des lignes discontinues jaunes

À partir de la figure 4.36, il est possible de voir que plusieurs jeux de paramètres permettent de respecter les préconisations géométriques. Par exemple, nous pouvons proposer le jeu de paramètres suivant :  $P=1900$  W,  $v=7,5$  mm/s et  $D=28,5$  g/min. Cela revient à augmenter la vitesse par rapport à celle utilisée actuellement par CHPOLANSKY.

#### IV. Résumé du chapitre

Le but de ce chapitre était d'observer les défauts rencontrés après un rechargement par laser de poudre à base de Ni sur un substrat de fonte GL. Pour ce faire, une analyse des évolutions microstructurales en fonction des paramètres process a été réalisée. Il a été montré une forte dépendance de la structure du dépôt mais aussi de la taille de la zone martensitique en fonction de l'énergie linéique apportée par le laser.

Deux principaux paramètres influencent l'état métallurgique du substrat et du dépôt :

- La puissance : l'augmentation de la puissance conduit à celle de la profondeur de la ZAT martensitique qui a une forte dureté et donc un comportement mécanique



très différent de celui du substrat. Pour de faibles puissances, des grains équiaxes issus d'une germination hétérogène sont observés dans le dépôt alors qu'une structure dendritique est présente pour les fortes puissances avec un bain de fusion important et une interface dépôt/substrat diffuse. Cependant, ces différentes structures de solidification ne semblent pas avoir un impact majeur sur l'adhésion dépôt/substrat.

- La vitesse : l'augmentation de la vitesse de rechargement permet de limiter la propagation de la ZAT. Néanmoins, augmenter la vitesse (autour de 10 mm/s) entraîne une diminution de la hauteur de rechargement, conduisant à un non-respect des préconisations industrielles.

Par ailleurs, nous avons pu mettre en évidence une fissuration qui se manifeste de deux manières différentes. La première fissuration s'observe dans le dépôt et la seconde dans le substrat. Ces fissurations sont dues à une trop forte quantité d'énergie linéique ( $E$  (J/m)) lors du rechargement par laser. Toutefois, il est intéressant de remarquer qu'il est possible de limiter la fissuration dès lors qu'on travaille dans les domaines des paramètres process explorés lors de l'analyse ANOVA.

Pour conclure, en couplant les analyses microstructurales, mécaniques et statistiques (ANOVA), un domaine de paramètres process a été défini pour assurer une bonne adhésion dépôt/substrat tout en respectant la géométrie souhaitée.

CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES



## Conclusion générale et perspectives

Ce travail de thèse avait pour objectif d'observer l'impact du rechargement par laser sur l'apparition de défauts (accroche, porosité, fissures) lors d'un dépôt d'une poudre à base de nickel sur des substrats de Cu-Ni-Al et de fonte GL. En effet, ce procédé n'ayant pas encore été appliqué au domaine de la verrerie, de surcroît sur des surfaces courbes, le comportement microstructural de ces substrats reste encore inconnu. Nous nous sommes donc proposés de mieux comprendre l'interaction laser/matière grâce à une analyse des évolutions microstructurales du dépôt et du substrat (entre autres : zone de dilution et zone affectée thermiquement). Un lien a pu être établi entre les paramètres de laser cladding et ces évolutions de microstructure ainsi que les éventuels défauts associés, notamment des défauts d'adhésion du dépôt sur le substrat. Par ailleurs, afin d'optimiser les paramètres de rechargement de sorte à maîtriser la géométrie des cordons mais aussi leur adhésion au substrat en l'affectant thermiquement le moins possible, une analyse statistique (ANOVA) a été réalisée.

Quel que soit le substrat, d'une manière générale, la structure de solidification du dépôt est constituée d'une germination hétérogène au contact de la paroi froide, puis d'une croissance colonnaire qui se termine par une structure équiaxe dendritique. Toutefois, les paramètres process peuvent avoir une influence sur l'existence de la germination hétérogène. Cette structure est absente notamment pour le cas d'un dépôt sur un substrat de fonte, lorsque la puissance laser est suffisamment élevée. Dans ces conditions, l'élévation de température du substrat engendre une plus faible vitesse de refroidissement et permet le développement de la structure dendritique directement au contact du substrat.

Lors du rechargement, l'augmentation de la température du substrat peut conduire à la formation d'une zone affectée thermiquement (ZAT) selon les conditions de process. En effet dans le cas de la fonte, la ZAT se manifeste par l'existence d'une structure martensitique sur une certaine distance par rapport à l'interface, fonction notamment de la puissance et de la vitesse du laser. Cette martensite est liée aux phénomènes de diffusion autour des graphites favorisée par l'augmentation de la puissance et/ou la diminution de la vitesse. Cette ZAT est inexistante dans le substrat de Cu-Ni-Al du fait de la très faible absorptivité du cuivre comparativement à celle du fer.

Entre le dépôt et le substrat, une zone de dilution chimique peut apparaître. Elle est plus fine dans le Cu-Ni-Al que dans la fonte et reste toujours plus large sur les bords qu'au centre de la courbure. Dès lors que les paramètres process le permettent, la dilution se fait et l'accroche est alors assurée entre le dépôt et le substrat.

Durant l'interaction laser/matière, la distribution gaussienne de la poudre entraîne une atténuation de la puissance qui n'est pas homogène le long de l'interface curviligne et qui se manifeste par un manque de puissance au centre de la courbure à l'aplomb du pic de la gaussienne. Ceci explique l'hétérogénéité de la dilution et donc de l'accroche, souvent moins effective au centre de la courbure. Notons, que pour le substrat de fonte, la forte absorptivité

du matériau assure une large zone de dilution qui garantit une bonne accroche tout le long de l'interface malgré l'effet d'ombrage de la poudre sur la puissance incidente du laser.

Outre les défauts d'accroche, une fissuration peut apparaître dans certaines conditions et ceci pour les deux types de substrat. Même si le substrat de fonte n'est pas sujet au manque d'accroche, il peut être le siège de fissures qui naissent durant ou post rechargement. Ces fissures, lorsqu'elles apparaissent dans le cordon, ont été reliées à la présence de contraintes thermiques de traction et lorsqu'elles sont dans le substrat de fonte, elles sont associées à la forte hétérogénéité de la microstructure de la fonte GL. Bien que rares, des fissures peuvent être observées dans la zone de dilution du substrat de Cu-Ni-Al. Il a été montré que des composés Ni-Ni<sub>3</sub>B de forte dureté fragilisaient cette zone.

Par ailleurs, la modélisation ANOVA a rendu possible l'optimisation des paramètres de rechargement de telle sorte à assurer une zone de dilution dans le Cu-Ni-Al et à limiter la ZAT pour la fonte, tout en respectant les préconisations géométriques des Etablissements CHPOLANSKY. Cette optimisation a permis de mettre en évidence le rôle prépondérant de la vitesse d'avance du laser. On montre que dans les deux cas, il faut augmenter la vitesse pour améliorer les rechargements. En effet, dans le cas du Cu-Ni-Al, l'augmentation de la vitesse permet de limiter la quantité de poudre à fondre et donc de garder une grande partie de la puissance pour le substrat. Dans le cas de la fonte, il faut de même augmenter la vitesse pour limiter l'énergie linéique ( $P/v$ ) arrivant sur le substrat et ainsi limiter la ZAT.

Cette différence de comportement entre les substrats s'explique par leur différences de propriétés : l'absorptivité ( $A_{Cu}$  (Cu-Ni-Al) = 0,06 et  $A_{Fe}$  (fonte GL) = 0,3) et la conductivité thermique ( $K_{CuNiAl}$  = 125 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup> contre  $K_{Fonte}$  = 50 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>). Nous supposons que la faible absorptivité du cuivre et sa forte conductivité thermique limitent l'échauffement du substrat et la formation de la ZD. C'est pour cela qu'il est important d'augmenter la vitesse pour que le maximum de puissance atteigne le substrat en diminuant la quantité de poudre à fondre. Au contraire pour la fonte, comme l'absorptivité est forte et la conductivité thermique faible, la chaleur arrivant sur le substrat (diminution de la ZAT) est fortement dépendante de l'augmentation de vitesse. De fait, la variation de puissance nécessaire pour fondre la poudre en fonction de la vitesse devient un paramètre de second ordre.

À partir de ces différentes conclusions, quelques perspectives se dessinent.

**D'un point de vue scientifique**, dans le manuscrit, un calcul de perte de puissance laser a été effectué. Toutefois, certaines données ont dû être extraites de la bibliographie à défaut d'avoir des valeurs précises pour nos matériaux. Ainsi, une modélisation par éléments finis de l'augmentation de la température du dépôt et du substrat durant le rechargement pourrait être envisagée pour affiner l'étude (puissance exacte nécessaire à l'accroche, température de formation de la ZAT et de la structure de germination hétérogène/colonnaire à l'interface dépôt/substrat ...). Par ailleurs, durant le rechargement, il serait sûrement souhaitable d'éloigner le centre de la courbure du substrat du plan focal de la poudre afin de lisser les hétérogénéités de dilution le long de l'interface dépôt/substrat et donc d'améliorer la continuité de l'accroche. Un autre axe que nous n'avons pas exploré est l'influence de la taille

des grains de poudre, notamment sur l'atténuation de la puissance (plus elle est faible, plus la puissance peut être atténuée de par la densification de la zone de jet de poudre). Il serait donc intéressant d'observer l'impact de la granulométrie sur l'adhésion dépôt/substrat. De plus, dans certaines applications, la superposition de plusieurs cordons est parfois nécessaire. Il s'en suit très souvent une fissuration encore mal comprise et donc non maîtrisée. Une étude microstructurale et mécanique permettrait d'augmenter la robustesse du procédé.

Il a été montré dans la littérature, pour certains matériaux à recharger (aciers), que le préchauffage du substrat permettait de limiter la fissuration. Cette voie n'a pas été explorée dans le présent travail et mériterait sans doute que l'on s'y attarde pour mieux comprendre les effets des contraintes résiduelles thermiques sur les défauts.

**D'un point de vue plus technologique**, on peut se demander si la géométrie de la surface à recharger est optimisée. Le remplacement de la surface curviligne par une surface chanfreinée (partielle ou totale) présenterait-il un intérêt afin d'éviter les défauts d'accroche en fond de courbure ?

Pour des questions de coûts de fabrication, les Etablissements CHPOLANSKY tendent à remplacer leur source YAG par des diodes. Néanmoins, le manque d'accroche est d'autant plus flagrant. Pour aider à l'industrialisation de ce nouveau procédé, il serait intéressant de comparer les évolutions microstructurales (et notamment de dilution) obtenues avec celles de la présente étude.



Bibliographie





## Bibliographie

- Adak, B., Nash, P., Chen, D., Swiglo, A., 2005. Microstructural characterization of laser cladding of Cu-30Ni. *J. Mater. Sci.* 40, 2051–2054. <https://doi.org/10.1007/s10853-005-1231-5>
- Arabi Jeshvaghani, R., Jaberzadeh, M., Zohdi, H., Shamanian, M., 2014. Microstructural study and wear behavior of ductile iron surface alloyed by Inconel 617. *Mater. Des.* 54, 491–497. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.08.059>
- Arias-González, F., Del Val, J., Comesaña, R., Penide, J., Lusquiños, F., Quintero, F., Riveiro, A., Boutinguiza, M., Pou, J., 2016. Fiber laser cladding of nickel-based alloy on cast iron. *Appl. Surf. Sci.* 374, 197–205. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2015.11.023>
- Arnaud, D., Barbery, J., Biais, R., Fargette, B., Naudot, P., 2008. Propriétés du cuivre et de ses alliages. *Tech. l'ingénieur M4640*, 1–45.
- ASTM International, 2013. Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies, in: ASTM International (Ed.), Rapid Manufacturing Association. pp. 1–3. <https://doi.org/10.1520/F2792-12A.2>
- Baker, H., 1992. *ASM Handbook-Alloy Phase Diagrams.*, 10th ed. ASM International, Ohio.
- Balu, P., Rea, E., Deng, J., 2015. Laser cladding of nickel-based alloy coatings on copper substrates. *Proc. SPIE 9657*, 1–10. <https://doi.org/10.1117/12.2175966>
- Bartkowski, D., Młynarczak, A., Piasecki, A., Dudziak, B., Gościański, M., Bartkowska, A., 2015. Microstructure, microhardness and corrosion resistance of Stellite-6 coatings reinforced with WC particles using laser cladding. *Opt. Laser Technol.* 68, 191–201. <https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2014.12.005>
- Baudin, T., 2010. Analyse EBSD Principe et cartographies d'orientations. *Tech. l'ingénieur M4138*, 1–17.
- Bricard, A., Gobin, D., 2013. Transferts de chaleur avec changement d'état solide-liquide. *Tech. l'Ingenieur BE8240*, 1–14.
- CETIM, 2014. Techniques d'analyses des contraintes résiduelles et difficultés associées. Séminaire GT7 - Commission Fatigue - SF2M.
- Charlot, F., Jonnard, P., 2008. Les interactions électron-matière, in: Brisset, F., Repoux, M., Ruste, J., Grillon, F., Robaut, F. (Eds.), *Microscopie Électronique à Balayage et Microanalyses*. pp. 13–60.
- Courteaux, A., 2018. Etude de la fissuration d'un dépôt d'une poudre de nickel sur un substrat en fonte par laser cladding. Rapport de stage, Orsay.
- de Novion, C.H., Ott, F., 2012. Interêt des neutrons dans la caractérisation des

- matériaux, in: Lodini, A., Baudin, T. (Eds.), *Rayonnement Synchrotron, Rayons X et Neutrons Au Service Des Matériaux*. pp. 13–42.
- de Oliveira, U., Ocelík, V., De Hosson, J.T.M., 2005. Analysis of coaxial laser cladding processing conditions. *Surf. Coatings Technol.* 197, 127–136. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2004.06.029>
- DeRoy, T., Wei, H.L., Zuback, J.S., Mukherjee, T., Elmer, J.W., Milewski, J.O., Beese, A.M., Wilson-Heid, A., De, A., Zhang, W., 2018. Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties. *Prog. Mater. Sci.* 92, 112–224. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.10.001>
- Delplanque, L., 2011. Plan d'expériences - Design Of Experiments- Textuellement.
- El Cheikh, H., Courant, B., Branchu, S., Hascoët, J.Y., Guillén, R., 2012. Analysis and prediction of single laser tracks geometrical characteristics in coaxial laser cladding process. *Opt. Lasers Eng.* 50, 413–422. <https://doi.org/10.1016/j.optlaseng.2011.10.014>
- Falipou, M., 1998. Tribologie du contact verre-métal à haute température Application au formage du verre creux. Thèse, École centrale de Lyon, Lyon.
- Felberbaum, M., 2010. Porosity in Aluminum Alloys : Visualization, Characterization, and Modeling. Techniques. Thèse, École Polytechnique de Lausanne, Lausanne. <https://doi.org/10.5075/epfl-thesis-4639>
- François, M., 2012. Diffraction des rayons X de laboratoire, in: Lodini, A., Baudin, T. (Eds.), *Rayonnement Synchrotron, Rayons X et Neutrons Au Service Des Matériaux*. pp. 116–166.
- Habraken, L., 1979. Propriétés du cobalt et de ses alliages. *Tech. l'ingénieur M505*, 1–39. <https://doi.org/10.1051/jphyscol:19746132>
- Hemmati, I., Ocelík, V., De Hosson, J.T.M., 2013. Effects of the alloy composition on phase constitution and properties of laser deposited Ni-Cr-B-Si coatings. *Phys. Procedia* 41, 302–311. <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2013.03.082>
- Hemmati, I., Ocelík, V., De Hosson, J.T.M., 2011. Microstructural characterization of AISI 431 martensitic stainless steel laser-deposited coatings. *J. Mater. Sci.* 46, 3405–3414. <https://doi.org/10.1007/s10853-010-5229-2>
- Ji, V., 2003. Contribution à l'analyse par diffraction des rayons X de l'état microstructural et mécanique des matériaux hétérogènes, Habilitation à Diriger des Recherches. Lille 1.
- Lin, C.M., 2015. Parameter optimization of laser cladding process and resulting microstructure for the repair of tenon on steam turbine blade. *Vacuum* 115, 117–123. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2015.02.021>
- Lin, C.M., Kai, W.Y., Su, C.Y., Key, K.H., 2017. Empirical alloys-by-design theory

- calculations to the microstructure evolution mechanical properties of Mo-doped laser cladding NiAl composite coatings on medium carbon steel substrates. *J. Alloys Compd.* 702, 679–686. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.01.278>
- Lin, J., 2000. Numerical simulation of the focused powder streams in coaxial laser cladding. *J. Mater. Process. Technol.* 105, 17–23. [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(00\)00584-7](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(00)00584-7)
- Liptser, R.S., Shiryaev, A.N., 2001. *Statistics of Random Processes II: Applications*, Springer. ed. <https://doi.org/10.1007/978-3-662-10028-8>
- Liu, H., Hao, J., Han, Z., Yu, G., He, X., Yang, H., 2016. Microstructural evolution and bonding characteristic in multi-layer laser cladding of NiCoCr alloy on compacted graphite cast iron. *J. Mater. Process. Technol.* 232, 153–164. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2016.02.001>
- Liu, Y., Zhan, X., Yi, P., Liu, T., Liu, B., Wu, Q., 2018. Research on the transformation mechanism of graphite phase and microstructure in the heated region of gray cast iron by laser cladding. *Opt. Laser Technol.* 100, 79–86. <https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2017.09.051>
- Ming, Q., Lim, L.C., Chenc, Z.D., 1998. Laser cladding of nickel-based hardfacing alloys. *Surf. Coatings Technol.* 106, 174–182. [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(98\)00524-6](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(98)00524-6)
- Montealegre, M.Á., Pérez, A.T., Arias, J.L., Rey, P., Castro, G., González, M., 2010. Laser cladding of cobalt alloy with ceramic nanopowder on steel. *Appl. Lasers Electro-Optics, ICALEO 2010 - Congr. Proc.* 103, 298–303. <https://doi.org/10.2351/1.5062040>
- Moosa, A.A., Kadhim, M.J., Subhi, A.D., 2011. Dilution effect during laser cladding of inconel 617 with Ni-Al powders. *Mod. Appl. Sci.* 5, 50–55. <https://doi.org/10.5539/mas.v5n1p50>
- NF EN 15305, 2009. *Méthode d'essai pour l'analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X. Norme Européenne.*
- Niranatlumpong, P., Koiprasert, H., 2011. Phase transformation of NiCrBSi-WC and NiBSi-WC arc sprayed coatings. *Surf. Coatings Technol.* 206, 440–445. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2011.07.057>
- Ocelík, V., de Oliveira, U., de Boer, M., de Hosson, J.T.M., 2007. Thick Co-based coating on cast iron by side laser cladding: Analysis of processing conditions and coating properties. *Surf. Coatings Technol.* 201, 5875–5883. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2006.10.044>
- Ocelík, V., Nenadl, O., Palavra, A., De Hosson, J.T.M., 2014. On the geometry of coating layers formed by overlap. *Surf. Coatings Technol.* 242, 54–61. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2014.01.018>

- Pereira, J.C., Zambrano, J.C., Rayón, E., Yañez, A., Amigó, V., 2018. Mechanical and microstructural characterization of MCrAlY coatings produced by laser cladding: The influence of the Ni, Co and Al content. *Surf. Coatings Technol.* 338, 22–31. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.01.073>
- Pereira, J.C., Zambrano, J.C., Tobar, M.J., Yañez, A., Amigó, V., 2015. High temperature oxidation behavior of laser cladding MCrAlY coatings on austenitic stainless steel. *Surf. Coatings Technol.* 270, 243–248. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2015.02.050>
- Peyre, P., 2014. Les procédés laser. PIMM, Arts et Métiers Paris Tech.
- Peyre, P., Aubry, P., Fabbro, R., Neveu, R., Longuet, A., 2008. Analytical and numerical modelling of the direct metal deposition laser process. *J. Phys. D. Appl. Phys.* 41, 1–10. <https://doi.org/10.1088/0022-3727/41/2/025403>
- Peyre, P., Vignal, V., 2012. Traitements de surface par laser et tenue à la corrosion aqueuse. *Tech. l'ingénieur COR1580*, 1–12.
- Philibert, J., Vignes, A., Bréchet, Y., Combrade, P., 1998a. La solidification des métaux et des alliages, in: MASSON (Ed.), *Métallurgie Du Minerai Au Matériau*. pp. 555–573.
- Philibert, J., Vignes, A., Bréchet, Y., Combrade, P., 1998b. La diffusion, in: MASSON (Ed.), *Métallurgie Du Minerai Au Matériau*. pp. 399–411.
- Philibert, J., Vignes, A., Bréchet, Y., Combrade, P., 1998c. Mécanismes d'endommagement en fatigue, in: MASSON (Ed.), *Métallurgie Du Minerai Au Matériau*. pp. 863–890.
- Pouzet, S., 2016. Fabrication additive de composites à matrice titane par fusion laser de poudre projetée. Thèse, École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, Paris.
- Qi, H., Mazumder, J., Ki, H., 2006. Numerical simulation of heat transfer and fluid flow in coaxial laser cladding process for direct metal deposition. *J. Appl. Phys.* 100, 1–11. <https://doi.org/10.1063/1.2209807>
- Rege, M., Lafarge, C., Aboud, C., Bourahima, F., Veillot, Y., 2016. *CHPOLANSKY Processing training*. Marcoussis.
- Rege, M., Van Linden, S., 2016. Stage de formation aux techniques de rechargement dans l'industrie verrière. Marcoussis.
- Rémy, A., 2014. Fontes à graphite lamellaire - Caractéristiques métallurgiques et mécaniques. *Tech. l'Ingenieur M3614*, 1–29.
- Riveiro, A., Mejias, A., Lusquinos, F., Del Val, J., Comesana, R., Pardo, J., Pou, J., 2013. Optimization of laser cladding for Al coating production. *Phys. Procedia* 41, 327–334. <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2013.03.085>
- Rozot, J.M., 2005. Modèle prédictif de l'apparition de la microporosité de retrait durant

- la solidification d'un alliage Aluminium-Silicium. Université de Bordeaux 1, Bordeaux 1.
- Sabre, R., 2014. Plans d'expériences - Méthode de Taguchi. Tech. l'ingénieur F1006, 1–10.
- Saqib, S., Urbanic, R.J., Aggarwal, K., 2014. Analysis of laser cladding bead morphology for developing additive manufacturing travel paths. *Procedia CIRP* 17, 824–829. <https://doi.org/10.1016/j.procir.2014.01.098>
- Smithells, C.J., 1976. *Metals Reference Book*, 5th ed, Smithells Metals Reference Book. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/C2013-0-06300-1>
- State-Ease, 2014. *Design Expert Software Version 9 Tutorials*.
- Steen, W.M., Mazumder, J., 2010. *Laser Material Processing*, 4th ed. Springer.
- Sun, Y., Hao, M., 2012. Statistical analysis and optimization of process parameters in Ti6Al4V laser cladding using Nd:YAG laser. *Opt. Lasers Eng.* 50, 985–995. <https://doi.org/10.1016/j.optlaseng.2012.01.018>
- Taberero, I., Lamikiz, A., Martínez, S., Ukar, E., López De Lacalle, L.N., 2012. Modelling of energy attenuation due to powder flow-laser beam interaction during laser cladding process. *J. Mater. Process. Technol.* 212, 516–522. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2011.10.019>
- Tao, Y.F., Li, J., Lv, Y.H., Hu, L.F., 2017. Effect of heat treatment on residual stress and wear behaviors of the TiNi/Ti2Ni based laser cladding composite coatings. *Opt. Laser Technol.* 97, 379–389. <https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2017.07.029>
- Thiery, C., 2013. Tomographie à rayons X. Tech. l'ingénieur P950 V3, 1–30.
- Toyserkani, E., Amir, K., Stephen, C., 2006. *Laser Cladding*, CRC PRESS. ed.
- Villanova, J., 2012. Détermination des contraintes résiduelles dans les matériaux céramiques pour SOFC : Mesures multi-échelles et influence des cycles d'oxydo-réduction. École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne, Saint Etienne.
- Wang, A.H., Xie, C.S., Wang, W.Y., 2002. Cracking behavior in the transitional region of laser-clad coatings on Al-Si alloy under multiple impact loading. *Mater. Charact.* 49, 247–254. [https://doi.org/10.1016/S1044-5803\(03\)00014-7](https://doi.org/10.1016/S1044-5803(03)00014-7)
- Wang, Y., Liang, Z., Zhang, J., Ning, Z., Jin, H., 2016. Microstructure and antiwear property of laser cladding Ni–Co duplex coating on copper. *Materials (Basel)*. 9, 1–10. <https://doi.org/10.3390/ma9080634>
- Wirth, F., Eisenbarth, D., Wegener, K., 2016. Absorptivity measurements and heat source modeling to simulate laser cladding. *Phys. Procedia* 83, 1424–1434. <https://doi.org/10.1016/j.phpro.2016.08.148>
- Wohlers, T., Caffrey, T., 2017. 3D Printing and additive manufacturing state of the

- industry, in: Wohlers report 2017 (Ed.), Wohler Associates.
- Xu, G., Kutsuna, M., Liu, Z., Yamada, K., 2006. Comparison between diode laser and TIG cladding of Co-based alloys on the SUS403 stainless steel. *Surf. Coatings Technol.* 201, 1138–1144. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2006.01.040>
- Yan, H., Wang, A., Xu, K., Wang, W., Huang, Z., 2010. Microstructure and interfacial evaluation of Co-based alloy coating on copper by pulsed Nd:YAG multilayer laser cladding. *J. Alloys Compd.* 505, 645–653. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.06.099>
- Zeng, C., Tian, W., Liao, W.H., Hua, L., 2016. Microstructure and porosity evaluation in laser-cladding deposited Ni-based coatings. *Surf. Coatings Technol.* 294, 122–130. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.03.083>
- Zhang, Y., Tu, Y., Xi, M., Shi, L., 2008. Characterization on laser clad nickel based alloy coating on pure copper. *Surf. Coatings Technol.* 202, 5924–5928. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2008.06.163>
- Zhao, H.Y., Zhang, H.T., Xu, C.H., Yang, X.Q., 2009. Temperature and stress fields of multi-track laser cladding. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 19, 495–501. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(10\)60096-9](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(10)60096-9)
- Zheng, B., Zhou, Y., Smugeresky, J.E., Schoenung, J.M., Lavernia, E.J., 2008. Thermal behavior and microstructure evolution during laser deposition with laser-engineered net shaping: Part II. Experimental investigation and discussion. *Metall. Mater. Trans.* 39, 2237–2245. <https://doi.org/10.1007/s11661-008-9566-6>

ANNEXES





## Annexes

### Annexe A : Formalisme mathématique d'ANOVA

#### Hypothèses de calculs :

- Le plan factoriel ou plan d'expériences est considéré équilibré ;
- Les essais suivent une loi de distribution normale ;
- Les paramètres processus utilisés sont contrôlés par l'expérimentateur et aléatoirement indépendants les uns par rapport aux autres ;
- Les réponses ou paramètres non contrôlés sont des variables aléatoires de distribution normale gaussienne ;
- L'analyse est réalisée suivant le modèle linéaire gaussien à savoir : l'estimation ponctuelle, l'estimation par intervalles de confiance et les tests fishériens ;
- Les paramètres ANOVA utilisés représentent des effets particuliers du modèle pris en compte : effet général et effets principaux des niveaux des facteurs dans un plan à un seul facteur ; effet général et effets principaux des niveaux de chaque facteur et effets d'interactions dans un plan à deux facteurs ;
- L'ensemble des paramètres est modélisé suivant le principe du paramétrage centré.

#### Désignations pour le cas d'une analyse à deux facteurs :

- Le 1<sup>er</sup> facteur est noté F1 et son nombre de niveaux  $J$  ( $J \geq 2$ ), ces niveaux seront indicés par  $j$  ( $j$  étant le nombre d'individus du 1<sup>er</sup> facteur) ;
- Le 2<sup>nd</sup> facteur est noté F2 et son nombre de niveaux  $K$  ( $K \geq 2$ ), ces niveaux seront indicés par  $k$  ( $k$  étant le nombre d'individus du 2<sup>ème</sup> facteur) ;
- Les deux facteurs sont croisés, c'est-à-dire d'une part qu'ils sont symétriques, d'autre part qu'on réalise des observations pour chacun des croisements  $(j, k)$  ; on notera  $n_{jk}$  le nombre d'observations réalisées pour le croisement  $(j, k)$ , le nombre total d'observations noté  $n$  est défini par :

$$n = \sum_{j=1}^J \sum_{k=1}^K n_{jk} \quad (\text{A.1})$$

Lorsque  $n_{jk} = n_0 \forall (j, k)$ , on dit que le plan est équilibré sinon il est déséquilibré.

- Chaque croisement  $(j, k)$  est en général appelé une cellule du plan factoriel ;
- Les observations de la variable réponse  $Y$ , réalisées au sein de chaque cellule, sont supposées indépendantes sur l'ensemble des cellules et notées  $y_{ijk}$   $i = 1, \dots, n_{jk}$ .

### Écriture du modèle

Afin de comprendre l'impact d'un ou de plusieurs facteurs sur une réponse  $\mathbf{Y}$ , il est nécessaire de décrire son évolution en utilisant une transformation (ici : polynomiale).

Chaque v.a.r. (variable aléatoire réelle) s'écrit sous la forme :  $y_{ijk} = \beta_{jk} + U_{ijk}$  soit matriciellement

$$\vec{Y} = \mathbf{X}\beta + \vec{U} \quad (\text{A.2})$$

- $\vec{Y}$  est une variable aléatoire que l'on observe et que l'on souhaite expliquer et/ou prédire. C'est un vecteur de  $\mathbb{R}^{JK}$  et sa variance est supposée constante (hypothèse d'homoscédasticité). Ces éléments de matrice  $Y_{ijk}$  sont indépendants et suivent une loi gaussienne de paramètres  $\beta_{jk}$  et  $\sigma^2$  ( $Y_{ijk} \sim N(\beta_{jk}, \sigma^2)$ );
- $\vec{U}$  : vecteur de  $\mathbb{R}^{JK}$  c'est une distribution identiquement indépendante qui suit une loi gaussienne de paramètre  $\sigma^2$  (écart-type) ( $U_{ijk} \sim N(0, \sigma^2)$ );
- $\mathbf{X}$  : C'est une matrice d'incidence. C'est une matrice  $n \times JK$  ne comportant que des 0 et des 1. Ses colonnes ne sont constituées que des indicatrices  $Z^{jk}$  des cellules. Elle est de rang JK et ses colonnes sont deux à deux orthogonales. Les éléments  $\beta_{jk}$  du vecteur  $\beta$  sont les paramètres inconnus du modèle, à estimer.

### Paramétrage centré

On introduit d'abord ici les quantités suivantes :

- $\beta_{j*} = \frac{1}{K} \sum_{k=1}^K \beta_{jk}$  : valeur moyenne non pondérée des effets principaux des paramètres au niveau  $j$  de F1 (nombre d'individus du premier facteur noté  $F_1$ );
- $\beta_{*k} = \frac{1}{J} \sum_{j=1}^J \beta_{jk}$  : valeur moyenne non pondérée des effets principaux des paramètres au niveau  $k$  de F2 (nombre d'individus du deuxième facteur noté  $F_2$ );
- $\beta_{**} = \frac{1}{JK} \sum_{j=1}^J \sum_{k=1}^K \beta_{jk}$  : valeur moyenne générale non pondérée.

Les paramètres centrés sont alors définis de la façon suivante :

- $\mu = \beta_{**}$  : l'effet général, ou effet moyen général;
- $\alpha_j^1 = \beta_{j*} - \beta_{**}$  : effet principal ou effet différentiel du niveau  $j$  de  $F_1$ ;
- $\alpha_k^2 = \beta_{*k} - \beta_{**}$  : effet principal ou effet différentiel du niveau  $k$  de  $F_2$ ;
- $\gamma_{jk} = \beta_{jk} - \mu - \alpha_j^1 - \alpha_k^2$  : effet d'interaction des niveaux  $j$  de  $F_1$  et  $k$  de  $F_2$ .

On peut vérifier de façon immédiate, les relations de centrage suivantes :

$$\sum_{j=1}^J \alpha_j^1 = \sum_{k=1}^K \alpha_k^2 = \sum_{j=1}^J \gamma_{jk} = \sum_{k=1}^K \gamma_{jk} = 0 \quad (\text{A.3})$$

$$\forall k, j = 1, \dots, K, J$$

On peut ainsi réécrire le modèle sous la forme :

$$Y_{ijk} = \beta_{jk} + U_{ijk} = \mu + \alpha_j^1 + \alpha_k^2 + \gamma_{jk} + U_{ijk} \quad (\text{A.4})$$

### Estimation des paramètres

- **Paramétrage centré**

On a :

- $\hat{\mu} = \hat{\beta}_{**} = \frac{1}{JK} \sum_{j=1}^J \sum_{k=1}^K \bar{y}_{*jk}$  : moyenne générale des observations Y (plan équilibré) ;
- $\hat{\alpha}_j^1 = \hat{\beta}_{j*} - \hat{\beta}_{**} = \frac{1}{K} \sum_{k=1}^K \bar{y}_{*jk} - \hat{\mu}$  (centrés selon j) ;
- $\hat{\alpha}_k^2 = \hat{\beta}_{*k} - \hat{\beta}_{**} = \frac{1}{J} \sum_{j=1}^J \bar{y}_{*jk} - \hat{\mu}$  (centrés selon k) ;
- $\hat{\gamma}_{jk} = \hat{\beta}_{jk} - \hat{\alpha}_k^2 - \hat{\alpha}_j^1 - \hat{\mu} = \hat{\beta}_{jk} - \hat{\beta}_{j*} - \hat{\beta}_{*k} + \hat{\beta}_{**}$  (centrés selon j et selon k).

- **Valeurs prédites et résidus**

- Les valeurs prédites sont déduites par :  $\hat{y}_{ijk} = \hat{\beta}_{jk} = \bar{y}_{*jk}$  ;
- Les erreurs de mesure des réponses (erreurs expérimentales) sont quantifiées dans le modèle par le facteur résidus. Ils sont définis par :  $\hat{\mu}_{ijk} = y_{ijk} - \bar{y}_{*jk}$  ;
- L'erreur-type de  $\hat{y}_{ijk}$  vaut  $\frac{\hat{\sigma}}{\sqrt{n_{jk}}}$  et celle de  $\hat{\mu}_{ijk}$  vaut  $\hat{\sigma} \sqrt{\frac{n_{jk}-1}{n_{jk}}}$ .

- **La variance : l'estimation de la variance  $\hat{\sigma}^2$  est la suivante :**

$$\hat{\sigma}^2 = \frac{1}{n - JK} \sum_{j=1}^J \sum_{k=1}^K \sum_{i=1}^{n_{jk}} (\hat{\mu}_{ijk})^2 = \frac{1}{n - JK} \sum_{j=1}^J \sum_{k=1}^K \sum_{i=1}^{n_{jk}} (y_{ijk} - \bar{y}_{*jk})^2 \quad (\text{A.5})$$

### Test d'hypothèse statistique (test de Fisher)

Dans le modèle, nous considérons deux cas de figure pour définir l'hypothèse « nulle », cela dans le but de simplifier les calculs.

- 1<sup>er</sup> cas : L'hypothèse  $H_0$  : « absence d'effet des interactions »

$$H_0 \Leftrightarrow \gamma_{jk} = 0, \Leftrightarrow C_{jk} = 0, \forall (j, k)$$

D'où  $\beta_{jk} - \beta_{j'k}$  est indépendant de  $k, \forall (j, j')$  et  $\beta_{jk} - \beta_{jk'}$  est indépendant de  $j, \forall (k, k')$ .

Ainsi, avec le paramétrage centré,  $H_0$  conduit à réécrire le modèle sous la forme :

$$Y_{ijk} = \mu + \alpha_j^1 + \alpha_k^2 + U_{ijk}^0 \quad (\text{A.6})$$

La valeur statistique du test de  $H_0$  est :

$$f = \frac{1}{(J-1)(K-1)\sigma^2} \sum_{j=1}^J \sum_{k=1}^K \sum_{i=1}^{n_{jk}} (\hat{y}_{ijk} - \hat{y}_{ijk}^0)^2 \quad (\text{A.7})$$

Où  $\hat{y}_{ijk}^0$  est la valeur périodique de  $y_{ijk}$  dans le modèle additif. Cette statistique est à comparer avec le quantile  $f_{(J-1)(K-1);(n-JK)(1-\alpha)}$ .

### Cas particulier d'un plan équilibré

On dira que le plan est équilibré lorsque  $n_{jk} = n_0 \forall (j, k)$ . Dans ce cas,  $n = n_0JK$ . D'où :

$$\hat{\beta}_{jk} = \bar{y}_{*jk} = \frac{1}{n_0} \sum_{i=1}^{n_0} y_{ijk} \quad (\text{A.8})$$

$$\hat{\beta}_{j*} = \frac{1}{K} \sum_{k=1}^K \bar{y}_{*jk} = \frac{1}{n_0K} \sum_{k=1}^K \sum_{i=1}^{n_0} y_{ijk} = \bar{y}_{*j*}$$

(Moyenne générale de toutes les observations de Y au niveau de  $j$  du facteur  $F_1$ )

$$\hat{\beta}_{*k} = \frac{1}{J} \sum_{j=1}^J \bar{y}_{*jk} = \frac{1}{n_0J} \sum_{k=1}^K \sum_{i=1}^{n_0} y_{ijk} = \bar{y}_{**k} \quad (\text{A.9})$$

(Moyenne générale de toutes les observations de Y au niveau de  $k$  du facteur  $F_2$ )

$$\hat{\beta}_{**} = \frac{1}{JK} \sum_{j=1}^J \sum_{k=1}^K \bar{y}_{*jk} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^J \sum_{k=1}^K \sum_{i=1}^{n_0} y_{ijk} = \bar{y}_{***} \quad (\text{A.10})$$

(Moyenne générale de toutes les observations de Y)

Le tableau A.1 donne un aperçu des résultats d'un calcul ANOVA sur une réponse.

Tableau A.1 : Récapitulatif d'une analyse ANOVA d'un plan équilibré

Source de variance	Somme des carrés	Degré de liberté	Carrés moyens	Valeur de la statistique de Fisher (F)
$F_1$	$SSF_1$	$J - 1$	$MSF_1 = \frac{SSF_1}{J - 1}$	$\frac{MSF_1}{MSE}$
$F_2$	$SSF_2$	$K - 1$	$MSF_2 = \frac{SSF_2}{K - 1}$	$\frac{MSF_2}{MSE}$
$F_1 \times F_2$	$SSF_{12}$	$(J - 1)(K - 1)$	$MSF_{12} = \frac{SSF_{12}}{(K - 1)(J - 1)}$	$\frac{MSF_{12}}{MSE}$
Erreur	$SSE$	$n - J$	$MSE = \frac{SSE}{n - JK} = \sigma^2$	—
Total	$SST$	$n - 1$	—	—

$$SSF_1 = n_0K \sum_{j=1}^J (\bar{y}_{*j*} - \bar{y}_{***})^2 = n_0K \sum_{j=1}^J (\hat{\alpha}_j^1)^2 \quad (\text{A.11})$$

$$SSF_2 = n_0J \sum_{k=1}^K (\bar{y}_{**k} - \bar{y}_{***})^2 = n_0J \sum_{k=1}^K (\hat{\alpha}_k^2)^2 \quad (\text{A.12})$$

$$SSF_{12} = n_0 \sum_{j=1}^J \sum_{k=1}^K (\bar{y}_{*jk} - \bar{y}_{*j*} - \bar{y}_{**k} + \bar{y}_{***})^2 = n_0 \sum_{j=1}^J \sum_{k=1}^K (\gamma_{jk})^2 \quad (\text{A.13})$$

$$SSE = \sum_{j=1}^J \sum_{k=1}^K \sum_{i=1}^{n_0} (y_{ijk} - \bar{y}_{*jk})^2 \quad (\text{A.14})$$

$$SST = \sum_{j=1}^J \sum_{k=1}^K \sum_{i=1}^{n_0} (y_{ijk} - \bar{y}_{***})^2 \quad (\text{A.15})$$

Avec :

- $SSF_1$ , la somme des carrés corrigés de l'effet différentiel du premier facteur F1 ;
- $SSF_2$ , la somme des carrés corrigés de l'effet différentiel du second facteur F2 ;
- $SSF_{12}$ , la somme des carrés de l'effet d'interaction entre les deux facteurs F1 et F2 ;
- $SSE$ , l'écart-type ;
- $SST$ , la somme totale des carrés corrigés des effets différentiels et d'interactions entre les deux facteurs F1 et F2.

**Quelques définitions :**

- **Test de Fisher** : Le **test de Fisher** ou **test F** ou **F-value**, est une distribution de probabilités utilisée pour comparer les variances en examinant leur rapport. Si elles sont égales, la valeur F est égale à 1. La valeur F dans le tableau ANOVA est le rapport entre le carré moyen du modèle (MS) et le carré moyen d'erreur approprié (MSE). Plus le rapport est élevé, plus la valeur F est grande et plus la variance apportée par le modèle est susceptible d'être significativement plus grande que l'erreur aléatoire (Liptser and Shiryaev, 2001).
- **P-value** : En statistique, p-value est un indice de « confiance » qui est utilisé pour tester une hypothèse statistique. Avant le test, une valeur seuil (niveau de signification du test) est choisie. Elle vaut 0,05 dans la plupart des analyses de variances.
- **Hypothèse d'homoscédasticité** : C'est une hypothèse selon laquelle la variance des erreurs stochastiques de la régression est la même pour chaque observation  $i$  (de 1 à  $n$  observations).
- **d.d.l.** : Degré de liberté ou dimension de l'espace vectoriel. Il désigne le nombre de variables aléatoires qui ne peuvent être déterminées ou fixées par une équation. Il est égal au nombre d'observations moins le nombre de paramètres à estimer.

Annexe B1 : Méthode des  $\text{Sin}^2 \psi$  et principe de la méthode d'analyse des contraintes résiduelles

**Loi de Bragg et méthode des  $\sin^2 \psi$**  (NF EN 15305, 2009)

La différenciation de la relation de Bragg donne l'équation suivante :

$$\frac{\Delta d}{d} = -\frac{\Delta \theta}{\tan \theta} \quad (\text{B1.1})$$

En supposant que le matériau est soumis à des contraintes qui déforment le réseau cristallin de  $\Delta d$ , on peut relier la déformation relative à la variation de l'angle  $\theta$  à l'aide de l'équation :

$$\varepsilon = \frac{\Delta d}{d} = -\frac{\Delta \theta}{\tan \theta} \text{ avec } \Delta(2\theta) = 2\varepsilon \tan \theta \quad (\text{B1.2})$$

On voit ici que toute variation de  $d$  va introduire une variation de  $\varepsilon$  et, par conséquent, un déplacement angulaire de  $\Delta 2\theta$  du pic de diffraction. La déformation  $\varepsilon$  peut être définie à l'aide de ses trois composantes  $\varepsilon_1$ ;  $\varepsilon_2$ ;  $\varepsilon_3$  et sera notée  $\varepsilon_{\phi, \psi}$ . On peut alors écrire :

$$\varepsilon_{\phi, \psi} = \frac{d_{\psi} - d_0}{d_0} \quad (\text{B1.3})$$

Où  $d_0$  est la distance interréticulaire du cristal et  $d_{\psi}$  cette même distance après déformation.  $\psi$  est l'angle entre la normale à la surface de l'échantillon et la normale aux plans qui diffractent les rayons X.  $\phi$  est l'angle contenu dans le plan de diffraction (surface de l'échantillon) (Figure B1.2a). Lorsque les deux plans sont parallèles, on a  $\psi = 0$ , et on note  $d_{\perp}$  la distance interréticulaire de la famille de plans  $\{hkl\}$  déformés. La déformation s'écrit, dans ce cas :

$$\varepsilon_{\perp} = \frac{d_{\perp} - d_0}{d_0} \quad (\text{B1.4})$$

$$\text{D'où } \varepsilon_{\phi, \psi} - \varepsilon_{\perp} = \frac{d_{\psi} - d_0}{d_0} - \frac{d_{\perp} - d_0}{d_0} = \frac{d_{\psi} - d_{\perp}}{d_0} \quad (\text{B1.5})$$

Pour de faibles déformations  $d_0 \approx d_{\perp}$  et on a alors :

$$\varepsilon_{\phi, \psi} = \frac{d_{\psi} - d_{\perp}}{d_{\perp}} \quad (\text{B1.6})$$

En supposant que l'on se trouve dans le cas de contraintes planes (hypothèse justifiée étant donnée la faible profondeur analysée par diffraction des rayons X), la déformation  $\varepsilon_{\phi, \psi}$  peut s'exprimer à l'aide de la loi de Hooke :

$$\varepsilon_{\phi, \psi} = \frac{1 + \nu}{E} \sigma_{\phi} \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (\text{B1.7})$$

Où  $\nu$  est le coefficient de Poisson,  $E$  le module d'Young du matériau et  $\sigma_1$ ,  $\sigma_2$  et  $\sigma_{\phi}$  sont définis sur la figure B1.1.

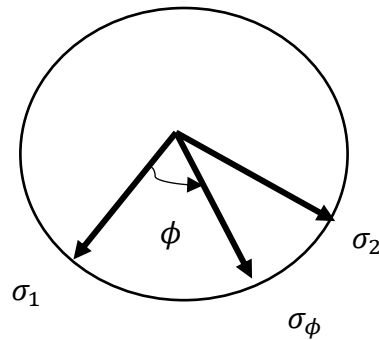


Figure B1.1 : Contrainte résiduelle  $\sigma_\phi$  sur le plan de l'échantillon

Si  $\psi = 0$ , on peut écrire :  $\varepsilon_{\phi,\psi} = -\frac{\nu}{E}(\sigma_1 + \sigma_2)$ . En combinant les équations, on a :

$$\sigma_\phi = \frac{d_\psi - d_\perp}{d_\perp} \times \frac{E}{1 + \nu} \times \frac{1}{\sin^2 \psi} \quad (B1.8)$$

Or, sachant que  $\varepsilon = \frac{\Delta d}{d} = -\frac{\Delta 2\theta}{2 \tan \theta'}$ , on peut alors réécrire :

$$\frac{\Delta d}{d} = \frac{d_\psi - d_\perp}{d_\perp} = -\frac{2\theta_\psi - 2\theta_\perp}{2 \tan \theta_\perp} \quad (B1.9)$$

Il vient donc que :

$$\sigma_\phi = \frac{2\theta_\psi - 2\theta_\perp}{2 \tan \theta_\perp} \times \frac{E}{1 + \nu} \times \frac{1}{\sin^2 \psi} \quad (B1.10)$$

Soit :

$$\Delta 2\theta = 2\theta_\psi - 2\theta_\perp = 2\sigma_\phi \tan \theta_\perp \frac{E}{1 + \nu} \sin^2 \psi \quad (B1.11)$$

Cette relation est connue sous le nom de « loi des  $\sin^2 \psi$  » ou méthode des  $\sin^2 \psi$ . Elle donne la variation de  $\Delta 2\theta$  en fonction de  $\sin^2 \psi$  sous la forme d'une droite dont la pente permet le calcul de la contrainte en surface  $\sigma_\phi$  (Figure B1.2b). Expérimentalement, pour accéder à  $\sigma_\phi$ , il suffit de mesurer  $\Delta 2\theta$  pour deux angles de  $\psi$  différents.

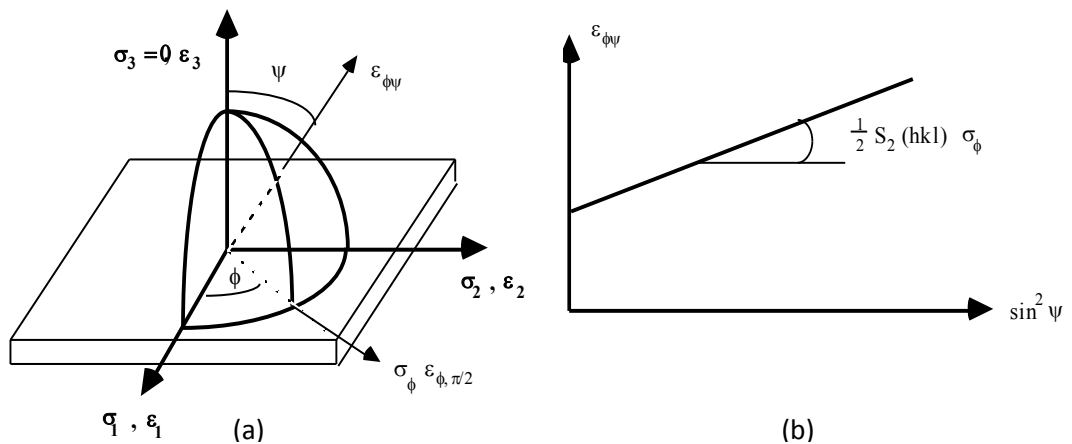


Figure B1.2 : (a) Définition du repère de mesure et (b) loi des  $\sin^2 \psi$



**Principe de la méthode de détermination des contraintes résiduelles** (Ji, 2003)

La méthode de détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X (DRX) est basée sur la mesure des variations de la distance interréticulaire d'une famille de plans cristallographiques ( $d_{hkl}$ ). Les variations de la distance interréticulaire (ou de la déformation) sont reliées au déplacement de la raie de diffraction (angle de Bragg  $\theta_{hkl}$ ) :

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \Delta d_{hkl} / d_{hkl} = - \cotg \theta_{hkl} \cdot (\Delta \theta_{hkl}) \quad (\text{B1.12})$$

Par les lois de la mécanique (Loi de Hook présentée plus haut), ces déformations peuvent être reliées à la contrainte  $\sigma_{\phi}$  dans la direction  $\phi$  par :

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1}{2} S_{2(hkl)} \cdot \sigma_{\phi} \cdot \sin^2 \psi + S_{1(hkl)} \cdot (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (\text{B1.13})$$

Cette relation entre les déformations  $\varepsilon_{\phi\psi}$  et le sinus carré de l'angle d'incidence  $\psi$  permet de déterminer la contrainte  $\sigma_{\phi}$  dans la direction considérée (Figure B1.2b), si l'on connaît les constantes élastiques radio-cristallographiques  $\frac{1}{2}S_{2(hkl)}$  et  $S_{1(hkl)}$  du matériau.

Lors de la mesure de déplacement des raies de diffraction (détermination de la contrainte  $\sigma_{\phi}$ ), leur largeur est calculée :

- Soit prise au 2/5 de la hauteur → largeur de corde ;
- Soit en calculant le rapport entre la surface et la hauteur de raie → largeur intégrale.

Ce paramètre est caractéristique de l'état de déformation plastique du volume irradié par les rayons X. Il permet de caractériser, de manière qualitative, l'état d'érouissage du matériau lorsque celui-ci a été déformé mécaniquement (usinage, polissage mécanique, laminage, etc...), et/ou l'état microstructural du matériau à la suite de traitements thermiques (il évolue dans ce cas de manière similaire à la microdureté).

Les valeurs absolues des largeurs n'ont pas de sens physique puisqu'elles dépendent de l'appareillage utilisé et leurs valeurs relatives ne peuvent être comparées qu'entre des séries de mesure réalisées dans les mêmes conditions. L'unité utilisée est le °(degré) ou le  $\mu\text{m}^{-1}$  selon qu'on l'exprime dans le réseau direct ou réciproque.

Cette méthode présente cependant des limites. En effet, il faut que le matériau soit homogène continu et isotrope. Il faut aussi que les contraintes soient de nature élastique afin que soit justifiée l'utilisation de la loi de Hooke. Les contraintes et les déformations doivent être homogènes dans le volume analysé. De plus, il faut que l'état des contraintes soit bi-axial, ce qui implique que la contrainte normale  $\sigma_3 = 0$ .

## Annexe B2 : Plan de Taguchi appliqué à la fonte GL

Le plan de Taguchi appliqué à la fonte GL est présenté sur le tableau B2.1. Seul 10 essais correspondant aux diamètres de spot 3 et 4 ont été sélectionnés ici pour la caractérisation dans la thèse.

Tableau B2.1 : Plan d'expérience de Taguchi appliqué à la fonte GL

Essais	Puissance (W)	Vitesse (mm/s)	Débit (g/min)	Diamètre de spot (mm)
1	1500	2,5	24,5	2
2	1500	4,5	26,5	3
3	1500	6,5	28,5	4
4	1500	8,5	30,5	5
5	1500	10	32,5	6
6	1700	2,5	26,5	4
7	1700	4,5	28,5	5
8	1700	6,5	30,5	6
9	1700	8,5	32,5	2
10	1700	10	24,5	3
11	1900	2,5	28,5	6
12	1900	4,5	30,5	2
13	1900	6,5	32,5	3
14	1900	8,5	24,5	4
15	1900	10	26,5	5
16	2100	2,5	30,5	3
17	2100	4,5	32,5	4
18	2100	6,5	24,5	5
19	2100	8,5	26,5	6
20	2100	10	28,5	2
21	2300	2,5	32,5	5
22	2300	4,5	24,5	6
23	2300	6,5	26,5	2
24	2300	8,5	28,5	3
25	2300	10	30,5	4

Le plan d'expérience issu de Taguchi et enrichi avec des essais supplémentaires est présenté sur le tableau B2.2. Les 10 premiers échantillons ont été caractérisé microstructuralement. Les 4 essais supplémentaires (FNC 11 à 14) ont permis de construire un modèle ANOVA significatif.

Tableau B2.2 : Tableau de résultats pris en compte pour le calcul ANOVA

Expérience	Facteurs			Réponses	
	Puissance (W)	Vitesse (mm/s)	Débit de poudre (g/min)	Largeur (mm)	Hauteur (mm)
FNC 1	1500	4,5	26,5	4,7	3,6
FNC 2	-	6,5	28,5	4,4	2,5
FNC 3	1700	2,5	26,5	4,7	5,7
FNC 4	-	10	24,5	4,1	1,5
FNC 5	1900	6,5	32,5	4,2	3
FNC 6	-	8,5	24,5	4	1,8
FNC 7	2100	2,5	30,5	5,2	6
FNC 8	-	4,5	32,5	4,3	3,9
FNC 9	2300	8,5	28,5	4,1	2,2
FNC 10	-	10	30,5	4,4	2
FNC 11	1800	8,5	28,5	3,8	1,8
FNC 12	1900	8,5	28,5	3,7	1,9
FNC 13	2000	7,5	28,5	4	2,3
FNC 14	2100	8,5	28,5	3,8	1,9

## Annexe C1 : Données matériaux et conditions process

Tableau C1.1 : Rappel des différentes propriétés du nickel et des conditions de rechargement

Propriétés physiques	Désignation	Unité	Valeur
<b>Données matériaux</b>			
Rayon d'une particule de poudre	$R_{\text{particle}}$	m	2,25E-05
Masse volumique du nickel	$\rho$	$\frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$	8900
Capacité calorifique du nickel	$C_{p\text{Ni}}$	$\frac{\text{J}}{\text{kg.K}}$	440
Température de fusion du nickel	$T_m$	K	1728
Vitesse des particules du nickel	$U_p$	$\frac{\text{m}}{\text{s}}$	23,8
Chaleur latente du nickel	$L_f$	$\frac{\text{J}}{\text{kg}}$	2,98E+05
Température initiale avant interaction laser/matière	$T_i$	K	293
Température après interaction laser/matière (Pour les paramètres de P04)	$T_{\text{shad}}$	K	695
Nombre de particules par unité de volume	$N_p$	$\text{m}^{-3}$	4,52E+08
<b>Transport de la poudre</b>			
Débit gaz de transport	$D_l$	$\frac{\text{m}^3}{\text{s}}$	1,17E-04
Volume des particules	$V_p$	$\text{m}^3$	4,77E-14
Surface du tube de transport	A	$\text{m}^2$	4,91E-06
<b>Zone d'interaction Laser/Matière</b>			
Volume d'interaction cylindrique	$V_{\text{int}}$	$\text{m}^3$	7,73E-08
Distance d'interaction	$\Delta z$	m	6,15E-03
Zone de jet de poudre	R	m	3,70E-03

## Annexe C2 : Tableaux de résultats ANOVA largeur et hauteur

**La largeur**

Le tableau C2.1 permet d'observer l'impact de chaque paramètre et couple de paramètres sur la largeur du cordon final. Le modèle est globalement significatif avec un p-value de 0,033. On peut aussi noter qu'en observant la somme des carrés, la vitesse v semble avoir le plus d'impact comparée aux deux autres paramètres. La puissance semble avoir un impact minime lorsque l'on s'appuie sur la somme des carrés. La vitesse a, quant à elle, une influence non négligeable. Concernant les couples de paramètres, on peut observer que Dv présente l'influence la plus importante sur la largeur. Cela semble logique car il s'agit là des paramètres permettant de maîtriser la quantité de poudre.

Tableau C2.1 : Analyse ANOVA de la largeur

Source	Sum of Squares	F Value	P -value Prob > F	
Model	5,580	7,630	0,033	Significatif
P-Puissance	3,224E-004			
D- Débit de poudre	0,016			
v-Vitesse d'avance laser	1,580			
PD	8,127E-003			
Pv	1,375E-004			
Dv	0,014			
P^2	0,27			
D^2	0,030			
v^2	0,19			
Residual	0,33			
Cor Total	5,91			

Le modèle est bien en adéquation avec les essais expérimentaux.

La figure C2.1 montre un bon accord ( $R^2 = 0,945$ ) entre les résultats expérimentaux et calculés.

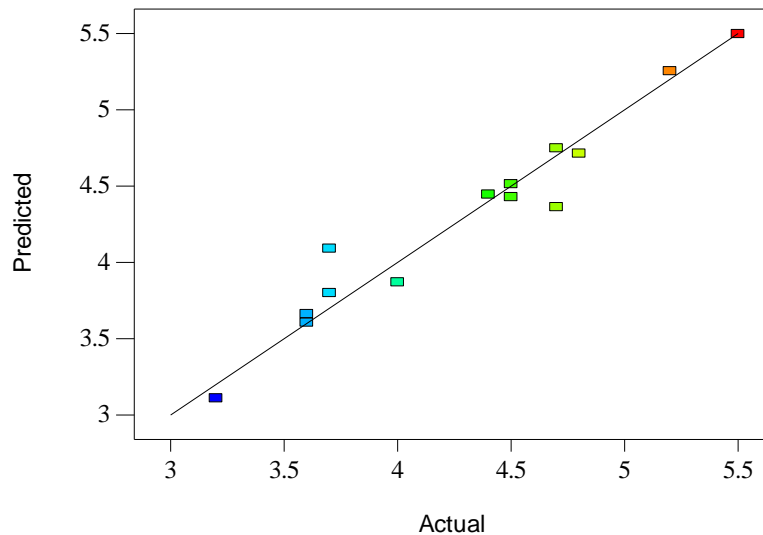


Figure C2.1 : Valeurs prédites de largeur en fonction des valeurs mesurées

### La hauteur

Dans cette partie, il est proposé de s'intéresser à l'influence des paramètres de rechargement sur la hauteur. Le tableau C2.2 montre que le modèle d'analyse ANOVA pour la hauteur est significatif avec un p-value inférieur à 0,05 (0,0004) :

Tableau C2.2 : Tableau d'analyse ANOVA pour la hauteur

Source	Sum of Squares	F Value	P -value Prob > F	
Model	24,190	25,690	0,0004	Significatif
P-Puissance	0,066			
D- Débit de poudre	9,114E-003			
v-Vitesse d'avance laser	11,120			
PD	0,055			
Pv	0,011			
Dv	0,016			
P^2	0,110			
D^2	0,020			
v^2	0,600			
Residual	0,630			
Cor Total	24,820			

La somme des carrés pour la vitesse est bien plus importante que celle des deux autres paramètres. Cela montre que la vitesse a un impact important sur la hauteur.

Le modèle est bien en adéquation avec les essais expérimentaux car  $R^2$  est égal à 0,9747 (Figure C2.2).

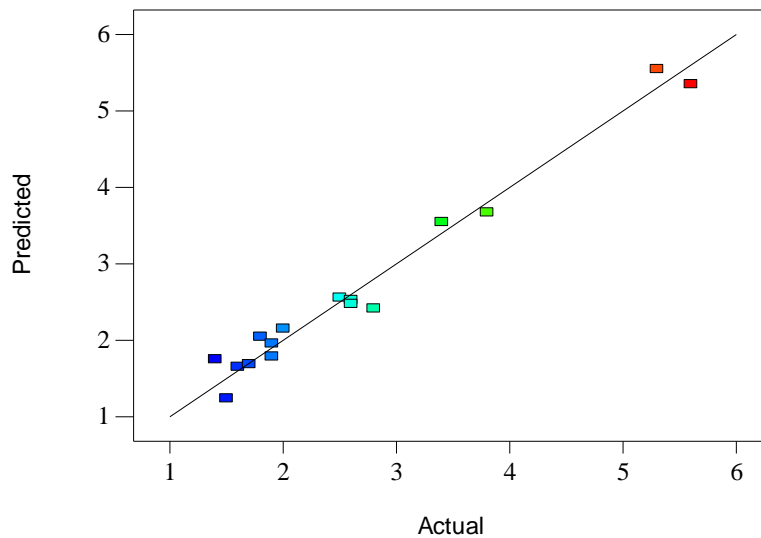


Figure C2.2 : Valeurs prédites en fonction des valeurs mesurées de hauteur

## Annexe D : Influence de la puissance et de la vitesse sur $d$ et $X$

### Évolution de l'espace interdendritique $d$ en fonction de la puissance et de la vitesse

Sur la figure D.1, nous proposons d'observer l'évolution de la distance interdendritique  $d$  en fonction de la puissance  $P$ . Nous pouvons remarquer qu'en fixant la vitesse à 10 mm/s, l'augmentation de la puissance entraîne une légère augmentation de  $d$ . À plus faible vitesse ( $v=6,5$  mm/s), on retrouve la même tendance en augmentant la puissance. Globalement, la variation de  $d$  en fonction de la puissance semble assez faible.

En fixant la puissance à 1700 W, on observe que la distance interdendritique  $d$  est de 5  $\mu\text{m}$  avec une vitesse de 4,5 mm/s tandis qu'elle est de 3  $\mu\text{m}$  à une vitesse de 10 mm/s. On remarque donc que la distance interdendritique  $d$  diminue lorsque la vitesse augmente, avec une amplitude plus grande que pour le cas de la puissance. Cela montre un impact plus grand de la vitesse que de la puissance sur l'espace interdendritique. Les mêmes remarques peuvent être faites à partir de la figure D.2 représentant  $d$  en fonction de la vitesse  $v$ .

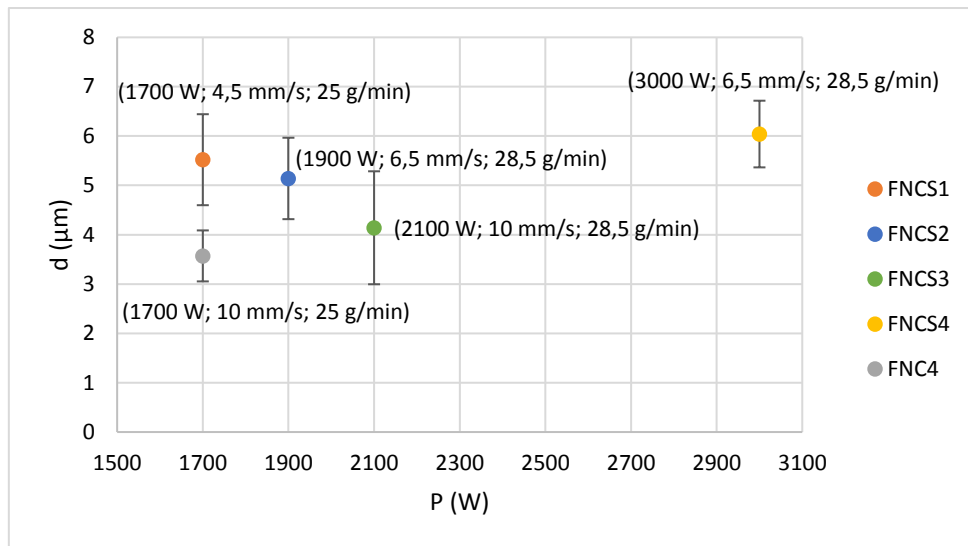


Figure D.1 : Distance interdendritique  $d$  en fonction de la puissance

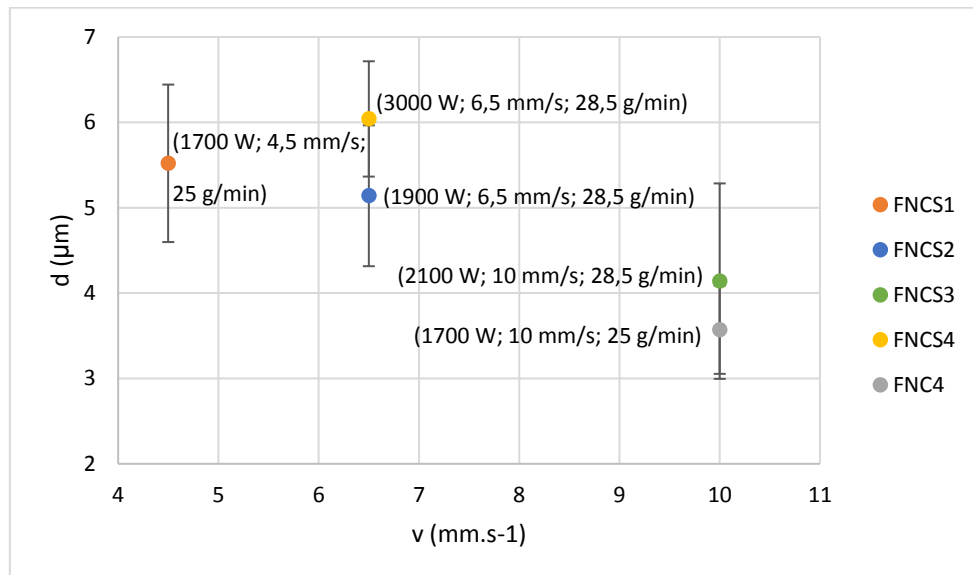


Figure D.2 : Distance interdendritique  $d$  en fonction de la vitesse

### Évolution de la distance martensitique $X$ en fonction de la puissance et de la vitesse

La figure D.3 présente l'évolution de la distance martensitique  $X$  en fonction de la puissance  $P$ . Notons qu'en fixant la vitesse à 10 mm/s, l'augmentation de la puissance entraîne une légère augmentation de  $X$ . À 1700 W,  $X$  est égal à 7  $\mu\text{m}$  contre environ 8  $\mu\text{m}$  à 2100 W. La tendance est encore plus marquée à faible vitesse ( $v=6,5$  mm/s), à 1900 W  $d$  est égal à 10  $\mu\text{m}$  contre 16  $\mu\text{m}$  à une puissance de 3000 W.

En fixant la puissance à 1700 W, on observe que la distance martensitique  $X$  est de 14  $\mu\text{m}$  à une vitesse de 4,5 mm/s tandis qu'elle est de 7  $\mu\text{m}$  à une vitesse de 10 mm/s. On remarque donc que la distance martensitique  $X$  diminue considérablement lorsque la vitesse augmente. Cela prouve encore une fois un impact plus grand de la vitesse que de la puissance sur  $X$ . La même remarque s'impose à partir de la figure D.4 représentant  $d$  en fonction de la vitesse  $v$ .



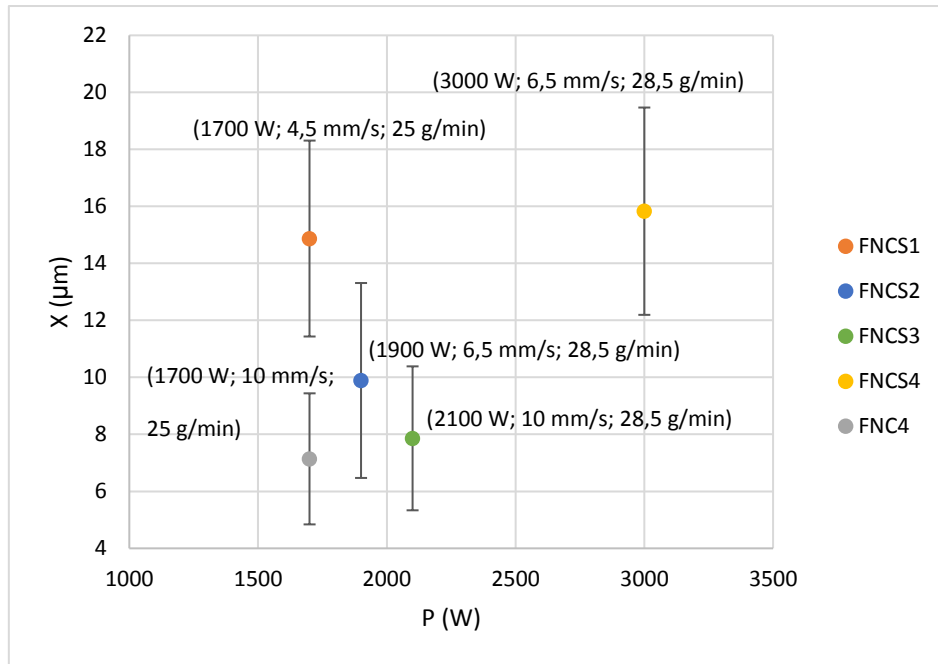


Figure D.3 : Évolution de la distance martensitique  $X$  en fonction de la puissance

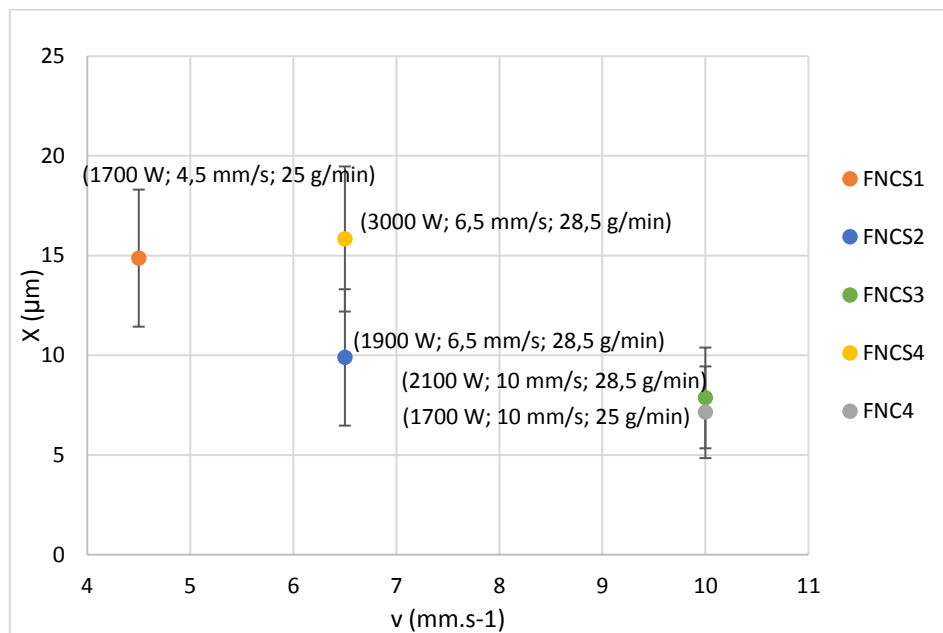


Figure D.4 : Évolution de la distance martensitique  $X$  en fonction de la vitesse

Pour conclure, la vitesse semble être le paramètre pilotant l'impact de la relation  $P/v$  sur l'évolution de la ZAT ainsi que sur la vitesse de refroidissement du dépôt. Notons cependant que la puissance pilote de manière non négligeable la structure de solidification du dépôt comme cela a été mis en évidence dans le chapitre 4 (§ 1.3).

## Bibliographie des annexes

Ji, V., 2003. Contribution à l'analyse par diffraction des rayons X de l'état microstructural et mécanique des matériaux hétérogènes, Habilitation à Diriger des Recherches. Lille 1.

Liptser, R.S., Shiryaev, A.N., 2001. Statistics of Random Processes II: Applications, Springer. ed. <https://doi.org/10.1007/978-3-662-10028-8>

NF EN 15305, 2009. Méthode d'essai pour l'analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X. Norme Européenne.

**Titre :** Évolutions microstructurales et défauts générés par laser cladding lors du dépôt de Ni sur des moules de verrerie en alliage de Cu-Ni-Al et en fonte GL

**Mots clés :** Laser cladding, Rechargement, LMD, Métallurgie, ANOVA

**Résumé :** Dans l'industrie de la verrerie, le laser cladding est une technique de rechargement très innovante permettant de déposer une couche très fine d'un alliage à base de nickel pour protéger les moules (utiles à la fabrication de bouteilles en verre) de la corrosion, de l'abrasion ainsi que de la fatigue thermique. La méthode utilisée ici (fusion de poudre projetée par laser) est très courante en fabrication additive. Cette étude s'intéresse à l'impact du rechargement sur le dépôt et les substrats en Cu-Ni-Al et en fonte GL. L'influence sur la microstructure ainsi que sur le comportement mécanique a pu être étudiée (MEB et microanalyses, dureté, contraintes résiduelles ...). Nous nous sommes focalisés sur l'apparition de défauts tels que le manque d'accroche lors du laser cladding sur du Cu-Ni-Al et sur la possible fissuration lors du rechargement sur de la fonte GL.

Le but est bien sûr de s'affranchir de ces défauts. Il a notamment été mis en évidence que le manque d'accroche (cas du Cu-Ni-Al) est lié à la distribution gaussienne de la poudre qui atténue la puissance incidente du laser au niveau du pic de poudre. Le manque d'accroche n'est pas détecté sur le substrat en fonte en raison de sa forte absorptivité et de sa faible conductivité thermique. Néanmoins, des fissures peuvent être observées en raison de contraintes résiduelles thermiques et de la présence d'une zone affectée thermiquement. De plus, l'analyse statistique ANOVA a permis une optimisation des paramètres de rechargement de telle sorte à obtenir une accroche dans toute la section tout en respectant les préconisations géométriques données par les Établissements CHPOLANSKY pour le cordon.

**Title:** Microstructural evolution and defects generated by laser cladding of Cu-Ni-Al alloy and flake-graphite cast iron glassmolds with Ni powder

**Keywords:** Laser cladding, Surfacing, LMD, Metallurgy, ANOVA

**Abstract :** In glass industry, the laser cladding is an innovative surfacing technique allowing to deposit a very thin layer of nickel to protect glass mold (useful for glass bottle production) against corrosion, abrasion and thermal fatigue. This method (powder fusion by projection) is well known in additive manufacturing. The aim of this work is to observe the impact of the laser cladding on the coating behavior but also on the Cu-Ni-Al and flake-graphite cast iron substrates. The microstructure and the mechanical properties were studied (SEM and microanalysis, microhardness, residual stress ...) around the interface cladding/substrate. The work was also focused on the defects like lack of bonding

but also on cracking behavior during surfacing on cast iron. The purpose was to prevent from those defects. This work showed that the lack of bonding to the Cu-Ni-Al substrate is due to the gaussian distribution of the powder which attenuates the input laser power at its peak. The lack of bonding is not detected on cast iron substrate thanks to its high absorptivity and low thermal conductivity. Nevertheless, cracks can be observed due to thermal residual stresses and the presence of a thermal affected zone. The ANOVA technique allowed us to optimize the processing parameters in order to obtain a perfect bonding and the geometry wanted by CHPOLANSKY Establishments.