



HAL
open science

Etude des interactions matériau/procédé en vue d'une optimisation des conditions opératoires du procédé de fabrication additive SLM sur des alliages d'aluminium pour des applications aéronautiques.

Cassiopee Galy

► To cite this version:

Cassiopee Galy. Etude des interactions matériau/procédé en vue d'une optimisation des conditions opératoires du procédé de fabrication additive SLM sur des alliages d'aluminium pour des applications aéronautiques.. Mécanique [physics]. Université de Bordeaux, 2019. Français. NNT : 2019BORD0106 . tel-02325082

HAL Id: tel-02325082

<https://theses.hal.science/tel-02325082>

Submitted on 22 Oct 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.

THÈSE PRÉSENTÉE
POUR OBTENIR LE GRADE DE
**DOCTEUR DE
L'UNIVERSITÉ DE BORDEAUX**

ÉCOLE DOCTORALE SCIENCES PHYSIQUES ET DE L'INGÉNIEUR

SPÉCIALITÉ : MECANIQUE

Par Cassiopée GALY

Étude des interactions matériau/procédé en vue d'une optimisation des conditions opératoires du procédé de fabrication additive SLM sur des alliages d'aluminium pour des applications aéronautiques

Sous la direction de : Corinne ARVIEU
(co-directeur : Éric LACOSTE)

Soutenue le 28 juin 2019

Membres du jury :

| | | |
|-----------------------------|---|--------------|
| François VILLENEUVE | <i>Professeur, Grenoble INP</i> | Président |
| Patrice PEYRE | <i>Directeur de Recherche CNRS, Arts et Métiers</i> | Rapporteur |
| Farhad REZAI-ARIA | <i>Professeur, Mines Albi-Carmaux</i> | Rapporteur |
| Amaia TORREGARAY-LARRUSCAIN | <i>Maître de Conférences, UPV/EHU Bilbao</i> | Examineur |
| Laurent DESPRES | <i>Ingénieur, Ariane Group</i> | Examineur |
| Émilie LE GUEN | <i>Maître de Conférences, Université Bordeaux</i> | Examineur |
| Corinne ARVIEU | <i>Maître de Conférences HDR, Université Bordeaux</i> | Directrice |
| Éric LACOSTE | <i>Professeur, Université Bordeaux</i> | co-Directeur |

À vous qui êtes partis trop tôt pour voir la fin de ce travail :

Daniel & Mémé

Mamie Madeleine

Alexandre

Toulouse

Marinette, Mémé Lulu, François, Jo

et tous les autres.

Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au sein de l'Institut de Mécanique et d'Ingénierie de Bordeaux, là même où j'ai découvert quelques années auparavant le monde de la recherche. C'est dans la cadre du projet Futurprod que j'ai pu mener à bien cette recherche, et je remercie l'ensemble des acteurs du projet pour leur collaboration.

Je tiens à adresser mes sincères remerciements aux membres du jury d'avoir tous accepté de venir évaluer mon travail lors de ma soutenance. Merci à Monsieur François VILLENEUVE d'avoir accepté de présider ce jury. Merci aux deux rapporteurs, Messieurs Patrice PEYRE et Farhad REZAI-ARIA, pour avoir lu mon manuscrit en détail, et su apporter des points de vue nouveaux sur le travail effectué. Cela ouvrira de nouvelles perspectives pour les études à mener au laboratoire. Merci également à Madame Amaia TORREGARAY-LARRUSCAIN et Monsieur Laurent DESPRES, ce fut un réel plaisir de travailler avec vous lors de ma thèse et un honneur de vous compter parmi les membres de mon jury.

Ce travail n'aurait pas été possible sans l'étroite collaboration de mes encadrants. Merci à Eric LACOSTE, Corinne ARVIEU et Emilie LE GUEN. Vous m'avez accompagné dans ce travail pionnier pour l'I2M, chacun à votre manière et dans votre spécialité. Merci Emilie de m'avoir accompagné en Floride avec toute ta tribu : à défaut d'avoir pu aller à Kourou, j'aurais pu visiter Cap Canaveral !

De nombreuses personnes ont porté leur pierre à l'édifice, et m'ont aidé dans les différentes phases de mon travail. Parmi elles, je tiens particulièrement à remercier Romain JOUHAUT, Mohammed EL MAY, et Christophe LEMAIRE pour toutes les productions faites ensemble à l'Ensam sur la SLM 280 HL, qui a su se montrer quelque peu capricieuse, mais, avouons-le, c'est bien là que le travail devenait le plus intéressant !

Merci à tous mes collègues (mes anciens enseignants pour une grande partie d'entre vous) pour ces années passées avec vous à l'IUT. Merci à vous : Catherine, Christophe, Dimitri, Claire, Robin, FX, JC, Arnaud, Olivier, Jean-Marc, Matthieu, et tous les autres. Je tiens particulièrement à remercier Stéphane. Merci pour tous ces cafés matinaux ! Tu as toujours été à l'écoute, compréhensif et de bons conseils lors des moments difficiles. Nos discussions culturelles me manqueront certainement mais je suis sûre que nous aurons l'occasion d'en refaire à Gadet.

Merci à vous, la bande des OUILLES : Pépitouilles, Paulolouille, Jackouille, Ernestouille (mon allié adoré !), Tangouille, Abir, Diego, Yang... Bon courage à vous sur la fin de vos thèses. Mais maintenant je peux vous l'assurer : le jeu en vaut la chandelle ! Non Bahlinouille, je ne t'ai pas oublié ! Je tenais simplement à te dire un grand MERCI à part, car tu m'as suivi sur beaucoup d'activités (3AF, Spidoc, Théâtre, représentant des doctorants de l'ED SPI, etc...) et tu m'as supporté chez toi pendant près de 3 mois à la toute fin de ma thèse. En plus tu m'as laissé soutenir en premier. Donc pour tout cela (comme un tel l'a dit) je te remercie du fond du cœur !

La thèse c'est un double apprentissage : il y a l'apprentissage de la recherche, qui constitue la partie visible de l'iceberg, et il y a l'apprentissage sur soi. Au cours de ces trois années (et quelques) de thèse, je me suis rendu compte que mon plus grand adversaire n'était nul autre que moi. Fort heureusement, j'ai pu compter sur le soutien infailible de mes proches, famille de cœurs et/ou famille de sang. Sans vous, sans votre certitude quant à l'aboutissement de mon travail, jamais je ne serais parvenue à ce résultat ! Merci Papa et Maman de m'avoir toujours poussé à faire mon maximum, sans baisser les bras ! Merci Pep's de m'avoir fait découvrir le monde de la science des matériaux (à Bordeaux), tu as révélé une vocation ! Merci à Papy, Mamie, Marraine, Monsieur Jahampur, et tous les autres. Cette liste n'est pas exhaustive, et si vous estimez en faire partie, alors je vous dis merci ! Petite mention particulière à deux psychologues à leurs heures perdues, Béchou et Valentin. Vous m'avez toujours soutenu, à toutes épreuves (et à toutes heures...). Vous savez mieux que quiconque les difficultés que j'ai rencontrées, et vous savez que je saurai vous rendre la pareille au besoin !

Devenir Docteur, ça se mérite.

Je suis fière aujourd'hui de pouvoir dire : je l'ai fait !

Merci à vous tous !

FIN

Sommaire

| | |
|---|-----------|
| INTRODUCTION GENERALE | 13 |
| LEXIQUE | 17 |
| CHAPITRE 1 DIFFICULTES ASSOCIEES AU PROCEDE SLM APPLIQUES AUX ALLIAGES D'ALUMINIUM | |
| 1.1. Contexte et enjeux de la fusion laser sélective | 21 |
| 1.1.1 Définition de la fabrication additive | 21 |
| 1.1.2 La fabrication additive appliquée aux matériaux métalliques | 23 |
| 1.1.3 Fusion laser sélective sur lit de poudre (SLM) | 24 |
| 1.2 Les matériaux utilisés en SLM | 28 |
| 1.2.1 Les familles de métaux et alliages métalliques | 29 |
| 1.2.2 Focus sur les alliages d'aluminium | 31 |
| 1.3 Défauts et conséquences du procédé SLM appliqué aux alliages d'aluminium | 33 |
| 1.3.1 Porosités liées l'élaboration par SLM de pièces en alliages d'aluminium. | 34 |
| 1.3.2 Autres défauts des pièces en alliages d'aluminium élaborées par SLM | 38 |
| 1.4 Méthodologie de l'étude | 44 |
| 1.4.1 Choix des matériaux étudiés | 44 |
| 1.4.2 Maîtrise du moyen d'élaboration | 47 |
| 1.4.3 Étude paramétrique sur un alliage AlSi7Mg0,6 | 47 |
| 1.4.4 Adaptation du procédé SLM à un nouvel alliage d'aluminium à haute résistance AM205. | 48 |
| CHAPITRE 2 CHOIX DES METHODES DE CARACTERISATION | |
| 2.1. Caractérisation de la matière première | 51 |
| 2.1.1 Granulométrie laser | 52 |
| 2.1.2 Mesures de masses volumiques | 53 |
| 2.1.3 Microscopie | 56 |
| 2.1.4 Réflectivité | 57 |

| | |
|--|-----|
| 2.1.5 Conductivité thermique | 59 |
| 2.2 Caractérisation des pièces élaborées par SLM | 60 |
| 2.2.1 Détermination de la densité relative | 60 |
| 2.2.2 Évaluation des états de surfaces | 66 |
| 2.2.3 Étude de la microstructure et micro-analyse | 69 |
| 2.2.4 Tomographie | 75 |
| 2.2.5 Caractérisations mécaniques | 77 |
| 2.3 Simulation numérique | 80 |
| CHAPITRE 3 ÉTUDE DU MOYEN D'ÉLABORATION SLM 280HL | |
| 3.1. Moyen de mise en œuvre : SLM 280HL | 87 |
| 3.1.1 La machine et son environnement | 87 |
| 3.1.2 La matière première | 94 |
| 3.1.3 La paramétrie | 96 |
| 3.2. Étude de la matière première | 100 |
| 3.2.1 Répartition granulométrique et étalement de la poudre | 100 |
| 3.2.2 Évolution de la poudre lors de la production | 105 |
| 3.3. Étude de la répétabilité des productions sur SLM 280HL | 107 |
| 3.3.1 Démarche expérimentale | 107 |
| 3.3.2 Répétabilité des densités relatives | 107 |
| 3.3.3 Répétabilité des propriétés mécaniques | 108 |
| 3.4. Étude de la zone de construction | 109 |
| 3.4.1 Plateau expérimental | 109 |
| 3.4.2 Influence du positionnement sur le plateau sur la densité relative | 110 |
| 3.4.3 Influence du flux de gaz sur les projections | 112 |
| 3.4.4 Influence du flux de gaz sur les états de surfaces | 113 |
| 3.4.5 Influence du positionnement sur les propriétés mécaniques | 115 |
| 3.5. Choix du mode laser | 116 |

CHAPITRE 4 SANTE MATIERE DES PIECES EN ALLIAGES ALSI7MG0,6 FABRIQUEES PAR SLM

| | |
|---|-----|
| 4.1. Conditions expérimentales | 121 |
| 4.1.1 Choix du facteur de l'étude : la densité d'énergie ψ | 121 |
| 4.1.2 Choix de la stratégie de lasage | 126 |
| 4.1.3 Caractérisation de la matière première | 126 |
| 4.2. Variations de la densité d'énergie linéique ψ_L : étude de cordons de lasage monocouche | 128 |
| 4.2.1 Étude expérimentale des lignes de fusion | 128 |
| 4.2.2 Simulation thermique d'un cordon monocouche | 132 |
| 4.3. Études paramétriques de la densité d'énergie volumique ψ | 137 |
| 4.3.1 Étude à densité d'énergie volumique Ψ variable | 137 |
| 4.3.2 Étude à densité d'énergie volumique ψ fixe | 142 |
| 4.4. Modélisation 1D en vue d'une optimisation du critère de densité d'énergie volumique ψ | 147 |
| 4.5. Caractérisation de la santé matière du matériau à paramétrie fixée | 150 |
| 4.5.1 Caractérisation des porosités | 150 |
| 4.5.2 Étude de la microstructure SLM : organisation multi-échelle et genèse d'une microstructure métastable | 155 |
| 4.5.3 Propriétés mécaniques | 169 |

CHAPITRE 5 ADAPTATION DU PROCEDE SLM A UN NOUVEL ALLIAGE D'ALUMINIUM A HAUTE RESISTANCE : L'AM205

| | |
|--|-----|
| 5.1. L'alliage AM205 | 179 |
| 5.2. Caractérisation de la matière première | 180 |
| 5.3. Conditions expérimentales | 182 |
| 5.4. Stabilité des bains de fusion | 184 |
| 5.5. Densité relative | 186 |
| 5.6. États de surface | 188 |
| 5.7. Propriétés mécaniques | 190 |
| 5.7.1 Influence de la paramétrie sur les propriétés mécaniques | 190 |

| | |
|---|------------|
| 5.7.2 Limite d'élasticité | 193 |
| 5.7.3 Mise en évidence des instabilités Portevin-Le Châtelier (PLC) | 197 |
| 5.8. Microstructure de l'AM205 | 199 |
| CONCLUSIONS GENERALES ET PERSPECTIVES | 203 |
| BIBLIOGRAPHIE | 207 |
| ANNEXES | 217 |

« L'avenir n'est jamais que du présent à mettre en ordre. Tu n'as pas à le prévoir, mais à le permettre. » Antoine de Saint-Exupéry

Introduction générale

La fabrication additive repousse les limites techniques de la production de pièces à géométrie complexe. De nouvelles innovations sont rendues possibles par cet ensemble de procédés, qui représentent ainsi une réelle rupture technologique. Les procédés de fabrication additive métallique présentent un vrai potentiel pour de nombreux secteurs industriels : automobile, médical, aéronautique, aérospatial, et bien d'autres. Parmi ces procédés, la technologie de fusion laser sur lit de poudre (SLM) est celle qui est la plus utilisée pour la réalisation de pièces aujourd'hui. Elle offre la possibilité de fabriquer des pièces de petites dimensions avec une bonne précision, des états de surfaces corrects, en comparaison aux autres technologies tels que le dépôt de poudre (DLM) ou encore la fusion par faisceau d'électrons (EBM), et cela pour une large gamme de matériaux métalliques.

Le projet FUTURPROD a pour principal objectif d'encourager le développement de la fabrication additive sur lit de poudre métallique au sein de la région Nouvelle-Aquitaine. Ce projet a été monté en collaboration entre différents acteurs du secteur aéronautique, industriels (AGB, PolyShape, Ariane Group et Stelia Aerospace) et académiques (I2M). Le projet comporte 2 volets principaux : (i) un volet recherche autour de 3 thèses, une orientée « conception », une autre « interaction matériau/procédé » et la troisième « durabilité » (Figure 0-1) et (ii) la création d'une plateforme mutualisée à travers l'achat d'une machine SLM installée sur le site ENSAM de l'I2M dans un environnement sécurisé et maîtrisé.

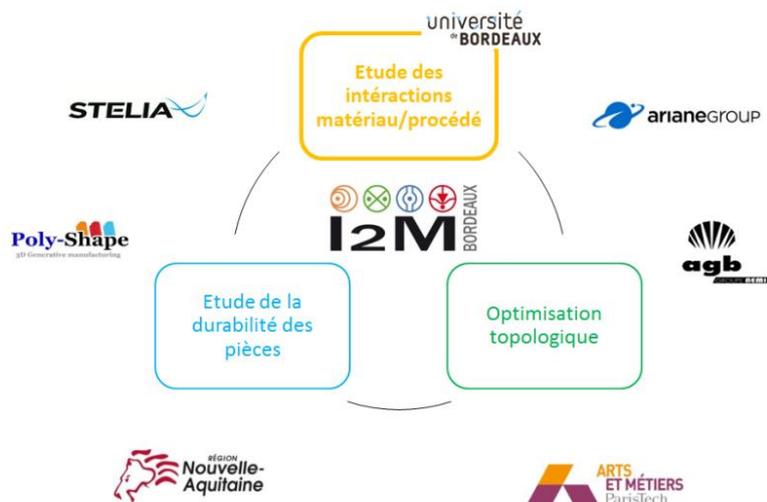


FIGURE ERREUR ! IL N'Y A PAS DE TEXTE REpondant A CE STYLE DANS CE DOCUMENT.-1: ENVIRONNEMENT DU PROJET FUTURPROD

Une thèse s'intéresse à la conception et l'optimisation de structures obtenues par procédé de fabrication additive sur lit de poudre. Généralement, une étape d'optimisation topologique est réalisée pour les structures SLM. Néanmoins, s'il est vrai que ce procédé offre de nombreuses stratégies pour fabriquer une pièce donnée, des problèmes majeurs empêchent cependant une exploitation complète et généralisée de cette technologie (intégration directe du résultat d'un calcul d'optimisation topologique dans un environnement CAO approprié, intégration des exigences technologiques spécifiques au SLM lors de la conception, ...).

Une deuxième thèse s'intéresse à la durabilité de pièces en alliage de titane (TA6V) fabriquées à l'aide du procédé SLM. Ces pièces possèdent, avant tout post-traitement, des propriétés mécaniques qui sont généralement inférieures à celles de pièces obtenues par forgeage ou moulage. De nombreuses études ont notamment montré que les pores, la rugosité, la microstructure spécifique et les contraintes thermiques obtenues après les procédés SLM ou EBM avaient tendance à diminuer la durée de vie en fatigue à grand nombre de cycles. L'objectif de ce travail consiste à essayer de quantifier et de modéliser l'influence sur le comportement de la pièce en fatigue à grand nombre de cycles de chacune des causes identifiées comme responsables de la diminution de la durée de vie en fatigue.

Enfin la troisième thèse, qui fait l'objet de ce mémoire, s'intéresse aux interactions entre le matériau et le procédé dans le cas de l'étude d'alliages d'aluminium mis en œuvre par SLM. Un des enjeux industriels est de trouver les conditions opératoires optimales permettant l'élaboration par le procédé SLM de pièces en alliage d'aluminium à haute résistance mécanique. L'objectif de la thèse est de développer des modèles, s'appuyant sur des approches expérimentales et numériques, pour étudier

l'influence des conditions opératoires et prédire qualitativement les caractéristiques des matériaux élaborés en termes de microstructures et de propriétés mécaniques.

Ce document présente l'ensemble des travaux réalisés dans le cadre de ma thèse. Il se compose de 5 chapitres. Le premier a permis d'identifier les principales difficultés de mise en œuvre des alliages d'aluminium par fusion laser sélective. Une méthode d'analyse des risques a été employée afin de classer les différents défauts et conséquences couramment rapportés dans la littérature, tout en y associant les causes racines.

A partir des éléments identifiés et afin de répondre à la problématique d'optimisation du procédé SLM, nous nous sommes interrogés sur les caractérisations à réaliser sur nos matériaux, qu'ils s'agissent de la poudre initiale ou du produit final. Les méthodes de caractérisation des pièces issues de procédés plus conventionnels (fonderie, soudage, usinage) ne sont pas suffisantes pour répondre aux spécificités des pièces issues de la fabrication additive (état de surface, finesse de la microstructure, ...). Le choix d'une série de méthodes adaptées est donc indispensable, et fait l'objet du chapitre 2. Nous avons ainsi pu comparer, par exemple, différentes méthodes de détermination de la densité relative, et justifier nos choix pour la suite des travaux.

Dans le cadre du projet FUTURPROD, le laboratoire I2M s'est doté d'un moyen d'élaboration SLM (SLM 280HL de SLM solutions), l'objectif étant, dans le cadre de la collaboration industrielle, de disposer en interne d'un moyen de production industriel. Le chapitre 3 présente les études effectuées sur ce moyen, qui nous ont permis de mettre en place et maîtriser ce nouveau procédé au sein de l'institut. Une démarche a été proposée et appliquée à l'étude de l'alliage d'aluminium $AlSi7Mg0,6$. Cette approche pourra être étendue pour d'autres alliages d'aluminium et servir de base pour l'étude d'autres familles de matériaux.

Le chapitre 4 présente les études menées sur l'alliage $AlSi7Mg0,6$ dans un but d'optimisation des conditions opératoires à appliquer pour l'obtention de pièces en bonne santé matière par SLM. Des études expérimentales effectuées à différentes échelles (1D et 3D) ont permis de mettre en évidence les limites du critère de densité d'énergie ψ pour la sélection d'une plage de paramètres optimaux. La combinaison de ces résultats à la simulation numérique du lasage d'un cordon de poudre a servi de base à la définition d'un premier modèle dont l'objectif sera à terme d'optimiser le choix des paramètres de fabrication.

Le dernier chapitre décrit les travaux réalisés sur un alliage d'aluminium haute résistance, destiné en particulier à des applications aéronautiques, l'AM205, qui n'a été que très peu étudié dans la

littérature à ce jour. Les premiers résultats que nous avons obtenus sur la recherche de conditions opératoires optimales permettent d'affirmer que l'alliage AM205 présente un fort potentiel pour la réalisation de pièces en aluminium à haute résistance mécanique.

LEXIQUE

| | |
|-----------------------------|---|
| %HR <i>abr</i> | Taux d'humidité (pourcentage). |
| Border <i>nm</i> | Lasage du contour d'une pièce sur une slice. |
| Chess <i>nm</i> | Pattern correspondant à une fusion en damier de la matière sur une couche. |
| Delay <i>nm</i> | Mode laser où le laser est en fonctionnement exactement au même moment où le scanner se « déplace ». Le mouvement du scanner ne couvre que la distance correspondant à la zone précise à laser. |
| Down skin <i>nm</i> | Étape de lasage des couches inférieures d'une pièce en SLM. |
| Hatching <i>nm</i> | Étape de définition de la paramétrie. |
| Lasage <i>nm</i> | Action de fusionner avec une source d'énergie laser. |
| Laser <i>v</i> | Fusionner la matière via une source d'énergie laser. |
| Paramétrie <i>nf</i> | Ensemble des paramètres du procédé réglables par l'opérateur en amont d'une fabrication. |
| Pattern <i>nm</i> | De l'anglais <i>Pattern</i> . Modèle, schéma, motif. Terme technique décrivant la trajectoire suivie par le faisceau laser lors du lasage d'une slice. |
| Racleur <i>nm</i> | Lame en élastomère, située sous le recoater, permettant l'étalement homogène de la poudre à la surface de la zone de construction. |
| Recoater <i>nm</i> | Élément constitutif du système d'alimentation en poudre de la zone de construction en SLM. |
| Scanner <i>v</i> | Balayer une surface définie par un faisceau (laser, électrons, etc). |
| Skywriting <i>nm</i> | Mode laser upgradé du mode Delay. |
| Slice <i>nf</i> | Couche de lasage. |
| Slicing <i>nm</i> | Étape de découpage de la pièce en couche. |
| SLM <i>abr</i> | Fusion Laser Sélective (de l'anglais <i>Selective Laser Melting</i>). |
| Stripes <i>nm</i> | Stratégie de lasage correspondant à une fusion rectiligne de la matière sur une couche (cf. chapitre 3). |
| Up skin <i>nm</i> | Étape de lasage des couches supérieures d'une pièce fabriquée par SLM. |
| Volume <i>nm</i> | Définition des paramètres de lasage du cœur d'une pièce en SLM. |

Chapitre 1

Difficultés associées au procédé SLM appliqués aux alliages d'aluminium

| | |
|--|----|
| 1.1. Contexte et enjeux de la fusion laser sélective..... | 22 |
| 1.1.1 Définition de la fabrication additive | 22 |
| 1.1.2 La fabrication additive appliquée aux matériaux métalliques..... | 24 |
| 1.1.3 Fusion laser sélective sur lit de poudre (SLM) | 25 |
| 1.2 Les matériaux utilisés en SLM | 29 |
| 1.2.1 Les familles de métaux et alliages métalliques..... | 30 |
| 1.2.2 Focus sur les alliages d'aluminium..... | 32 |
| 1.3 Défauts et conséquences du procédé SLM appliqué aux alliages d'aluminium | 34 |
| 1.3.1 Porosités liées l'élaboration par SLM de pièces en alliages d'aluminium. | 35 |
| 1.3.2 Autres défauts des pièces en alliages d'aluminium élaborées par SLM | 39 |
| 1.4 Méthodologie de l'étude | 45 |
| 1.4.1 Choix des matériaux étudiés..... | 45 |
| 1.4.2 Maîtrise du moyen d'élaboration | 48 |
| 1.4.3 Étude paramétrique sur un alliage AlSi7Mg0,6 | 48 |
| 1.4.4 Adaptation du procédé SLM à un nouvel alliage d'aluminium à haute résistance AM205..... | 49 |

Ce premier chapitre a pour objectif de présenter la fabrication additive, en particulier celle liée aux matériaux métalliques. Un focus sera fait sur les procédés de fusion sur lit de poudre, famille à laquelle appartient le procédé SLM et sur les alliages d'aluminium afin de comprendre en quoi ces matériaux présentent un fort potentiel pour le développement aéronautique. Un arbre des causes, méthode habituellement employée en gestions des risques, nous a permis d'identifier les difficultés majeures associées au procédé SLM appliqués aux alliages d'aluminium. Nous avons ainsi mis en relief des défauts et conséquences propres au SLM. Pour chaque conséquence, une série de causes a été listée. Cette liste constitue notre base de travail en vue d'une optimisation des conditions opératoires du procédé SLM appliqué aux alliages d'aluminium.

1.1. Contexte et enjeux de la fusion laser sélective

1.1.1 Définition de la fabrication additive

Par définition, la fabrication additive (FA) est l'ensemble des procédés permettant de fabriquer, couche par couche, par ajout de matière, un objet physique à partir d'un objet numérique [AFNOR, 2011]. Ces techniques s'opposent donc à la mise en forme par enlèvement de matière (procédés d'usinage) et sont complémentaires à d'autres procédés comme la fonderie. Les procédés de fabrication additive ont longtemps été associés aux techniques de prototypages rapides, mais les développements actuels tendent à les faire évoluer vers des moyens de production à part entière (figure 1-1).

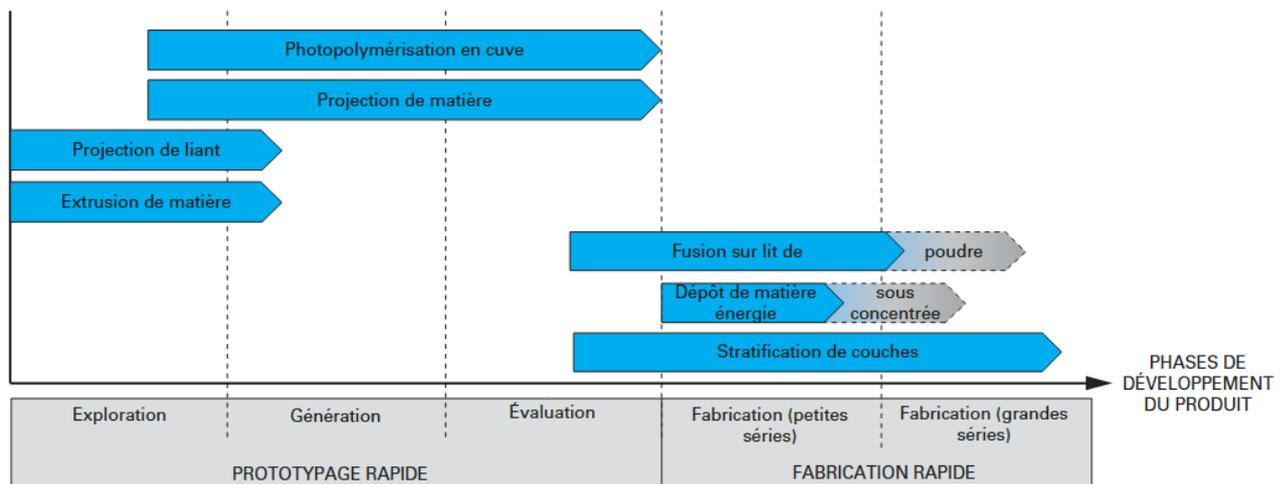


FIGURE 1-1 : USAGE DES PROCÉDES DE FABRICATION ADDITIVE [LAVERNE, 2016]

Le premier brevet relatant d'un procédé additif a été déposé en 1967 aux États-Unis par Swainson pour un système de durcissement de résine [SWAINSON, 1977]. C'est au début des années 1980 que les

premiers procédés de fabrication additive se sont développés. Dès 1984, des brevets ont été déposés pour le procédé de stéréo-lithographie, aujourd'hui considéré comme le premier procédé de fabrication additive créé. [HULL, 1986] [ALLISON, 1993] Depuis, d'importants développements ont eu lieu conduisant à la naissance de différents procédés dont les principaux sont rassemblés sur la figure 1-2, tous matériaux confondus.

| FABRICATION ADDITIVE | Par fusion de poudre | Fusion laser Fusion par faisceau d'électrons Fabrication par rechargement laser |
|-------------------------|-----------------------------------|--|
| | Par assemblage de plaques | Fabrication par stratification Assemblage par ultrasons Empilement de sections en papier |
| | Par agglomération de poudre | Impression 3D Frittage laser frittage avec masque |
| | Par dépôt de fil fondu | Fusion de fil d'apport par faisceau d'électrons |
| | Par photopolymérisation | Stéréolithographie Polymérisation par masque |
| | Par extrusion | Dépôt de fil fondu |
| | Par agglomération de gouttelettes | Formage de formes libres en plastique |

FIGURE 1-2 : LES PRINCIPAUX PROCEDES DE FABRICATION ADDITIVE

La fabrication additive est complémentaire aux techniques de fabrications dites traditionnelles, et n'a pas vocation à supplanter ces techniques. Par contre, la fabrication additive apporte une réponse technologique à leurs limites. Ainsi de nouvelles perspectives d'innovations voient le jour, telles que la fabrication d'objets personnalisés, en petite série ou sur mesure. Ces avantages intéressent de nombreux secteurs d'activité (figure 1-3), comme par exemple, l'aéronautique et l'aérospatial qui voient là un moyen d'accroître la performance de leurs structures en pouvant augmenter de façon optimale le ratio « performances mécaniques/masse ». Aussi, la fabrication additive permet de réduire de façon considérable le nombre de pièces d'un assemblage, et donc de diminuer les étapes de construction et la masse additionnelle liée aux assemblages. À titre d'exemple, suite à une « reconception additive » d'une buse de carburant du moteur Leap, *General Electric* a réduit le nombre

de pièces de l'assemblage passant de 20 à une unique pièce monolithique, ce qui lui a permis d'augmenter la durée de vie de la pièce par 5 tout en diminuant sa masse de 25% [PRIMANTE3D, 2019].

Les procédés de fabrication additive permettent la mise en œuvre d'une grande variété de matériaux. En 2015, on estime à 88% la part des activités de FA concernant les polymères, 10% pour les matériaux métalliques. Les 2% restant sont attribués à la mise en œuvre de matériaux céramiques, de composites et autres matériaux tels les biomatériaux.

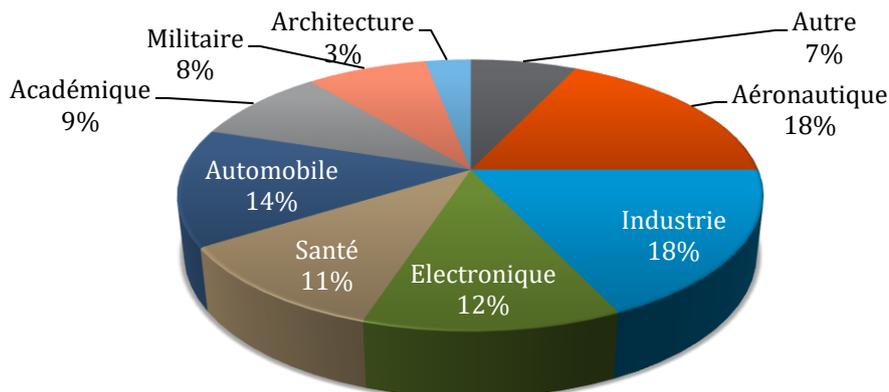


FIGURE 1-3 : APPLICATIONS PAR SECTEUR D'ACTIVITES EN 2017 [WOHLERS, 2017]

1.1.2 La fabrication additive appliquée aux matériaux métalliques

Si la fabrication additive des matériaux métalliques ne touche aujourd'hui qu'une faible part de l'ensemble du marché de la FA, la montée en maturité de technologies de pointe, tels les lasers de puissances ou les faisceaux électroniques, permet à ces procédés de se développer de façon exponentielle depuis les années 2000.

Les procédés de FA métalliques peuvent être classés suivant trois catégories, suivant la source d'énergie employée, la matière première utilisée et/ou le type de densification de la matière employée. On distingue ainsi :

- Les procédés « sans fusion » : la matière première est mise en forme par frittage ;
- Les procédés avec fusion et apport direct de matière : une source d'énergie vient fondre la surface métallique de la pièce sur laquelle est simultanément projeté et/ou déposé un jet de matière première sous forme de poudre ou de fil. Cette matière apportée fond et forme une couche qui fusionne avec le substrat ;

- Les procédés avec fusion et sur lit de poudre : un laser ou un faisceau d'électrons vient fondre de façon sélective une fine couche de poudre métallique préalablement déposée. Une autre couche est ensuite déposée puis fondue.

La figure 1-4 résume les principales caractéristiques des pièces métalliques issues des grandes familles de procédés de FA métalliques en termes de dimensions et de complexité de pièces réalisables, précision, états de surfaces, productivité, matériaux et coûts.

| Sans Fusion | Avec fusion | | | |
|--|--|---|--|---|
| | Lit de poudre | | Apport direct | |
| | Fusion Laser (LBM) | Fusion faisceau d'électrons (EBM) | Dépôt poudre | Dépôt Fil |
| Metal binder jetting (Impression 3D métal) | | | | |
| Pièces Complexe, <100mm Précision : 5/100 - 1/10 Rugosité : Ra≈10µm Pas de supports Taille chambre max 800 × 500 × 400 Productivité env. 1cm/h Matériau 316L, 17-4PH Coût : 300-600k€ Autre Frittage ultérieur | Pièces Complexe/petite Précision : 5/100 – 2/10 Rugosité : Ra≈20µm Supports nécessaires Taille chambre max 600 × 400 × 500 Productivité 1 à 70 cm ³ /h Matériaux : Titane, Alu, nickel, maraging, inox, CoCr... Coût : 400-1000k€ Autre Technologie la plus diffusée | Pièces Complexe/petite Précision : 2/10 Rugosité : Ra≈40µm Peu de supports Taille chambre Ø 350-380 Productivité 25 à 100cm ³ /h Matériaux : Titane, CoCr, inconel Coût : 600-1000k€ Autre Sous vide et température | Pièces : Grande, peu complexe, ajout de fonction Précision : 3 à 5/10 Rugosité : dépend de la buse Taille chambre Max 1500 × 800 × 800 Productivité 100 à 200cm ³ /h Matériaux : Idem lit de poudre + nuance rechargement Coût : 1 à 2 M€ Autre Multi-matériaux possibles | Pièces : Grande, ébauche, ajout de fonction Précision : 5/10 à 10/10 Rugosité : très forte Taille chambre Max 6300 × 1400 × 1500 Productivité 200 à 500cm ³ /h Matériaux : Idem lit de poudre + nuance rechargement Coût : 2 à 3M€ Autre Multi-matériaux possibles |

FIGURE 1-4 : PROCÉDES DE FABRICATION ADDITIVE METALLIQUE [EBADI, 2017]

La fusion laser sélective sur lit de poudre, aussi appelée *Selective Laser Melting* (SLM) ou *Laser Beam Melting* (LBM), est à ce jour le moyen de FA métallique le plus utilisé. Elle offre la possibilité de fabriquer des pièces de petites dimensions (quelques centaines de cm³) avec une bonne précision, des états de surfaces corrects, en comparaison aux autres technologies, et pour une large gamme de matériaux métalliques.

1.1.3 Fusion laser sélective sur lit de poudre (SLM)

La fabrication par SLM est la technologie la plus largement employée pour mettre en œuvre des alliages d'aluminium par voie additive [PIPAME, 2017]. Souvent associés dans la littérature au procédé SLS (*Selective Laser Sintering*) [OLAKAMNI, 2015], les procédés SLM et SLS sont cependant deux procédés de fabrication additive distincts même si leur principe de base est identique. La poudre est déposée en couche mince et uniforme sur la surface de construction par un système de recouvrement qui peut-être soit un racleur, souple ou dur, soit un rouleau. L'épaisseur de poudre déposée est

comprise entre 10 et 100 μm , selon la nature du matériau constitutif de la poudre. Dans le cas des alliages d'aluminium, elle se situe généralement autour de 30 à 50 μm [BUCHBINDER, 2015-a] [KIMURA, 2016] [MANFREDI, 2013] [MA, 2014]. L'épaisseur de poudre déposée est fonction de la granulométrie de la poudre utilisée ; elle correspond à une tranche de la pièce fabriquée, tranche qui sera ensuite frittée (SLS) ou fondue (SLM). L'énergie nécessaire au changement d'état du matériau est apportée par un laser. La figure 1-5 présente les principaux éléments constitutifs d'une machine SLM.

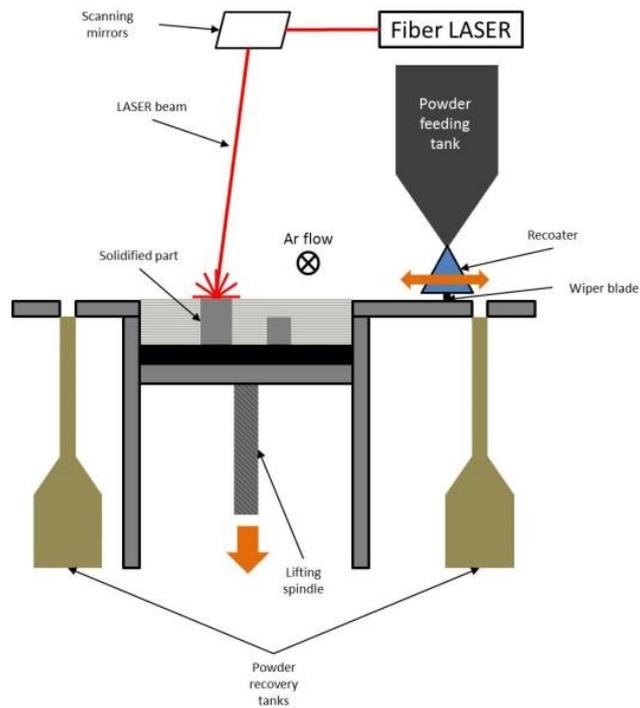


FIGURE 1-5 : PRINCIPE DE LA FUSION LASER SUR LIT DE POUDRE [GALY, 2018]

Il existe autant de variétés de machines que de fabricants, chacune d'entre elles ayant une spécificité propre (type de stockage de poudre, système de recouvrement, etc.). Nous verrons par la suite qu'un grand nombre de paramètres peuvent influencer la qualité finale d'une pièce. Ainsi, ces variations de conception machine rendent d'autant plus difficile la comparaison des études entre elles.

Du point de vue de la machine, la principale différence entre le frittage et la fusion laser est la puissance du laser utilisé. En SLS, on réalise un frittage de la poudre. Si la température à atteindre varie selon la nuance de l'alliage d'aluminium, elle se situe généralement entre 595°C et 625°C [ASM, 1993]. En revanche, dans le cas du SLM, on cherche à atteindre au minimum la température de fusion de l'aluminium ($T \geq 660^\circ\text{C}$). Par conséquent, les phénomènes physiques mis en jeu sont différents. Dans ce cas, la mécanique des fluides du bain de fusion est un phénomène prépondérant dans la qualité finale des pièces. Par ailleurs, il est à noter que le procédé de frittage est compliqué à mettre en œuvre

sur les poudres d'aluminium du fait de la présence naturelle d'une fine couche d'alumine [PIPAME, 2017].

L'utilisation d'un laser pour fusionner la matière offre au procédé SLM des similitudes avec les procédés d'assemblages par laser. En effet, dans une première approche grossière, une pièce réalisée par SLM pourrait être représentée comme un empilement de cordons de soudage laser. Toutefois, ces 2 procédés ont des différences importantes et les résultats obtenus pour les pièces soudées, en particulier pour ce qui concerne les microstructures et les défauts, ne peuvent pas être transposés au procédé SLM. Les cordons de soudure laser ont des dimensions minimales de l'ordre du mm, tandis que dans le cas du SLM, les épaisseurs de lasage, c'est-à-dire les épaisseurs fondues au passage du laser, sont de l'ordre de la centaine de microns maximum. Par ailleurs, les vitesses de balayage du laser en soudage sont beaucoup plus faibles que dans le cas du SLM et par conséquent les vitesses de refroidissement de l'alliage sont aussi très différentes car extrêmement rapides pour le procédé SLM ($\sim 10^6 \text{ K.s}^{-1}$). De plus, l'histoire thermique au cours du procédé SLM est perturbée par le fait qu'une couche de poudre fondue lors du passage du laser à un instant donné va subir des variations de température lors du passage du laser pour la fabrication des couches supérieures (Figure 1-6).

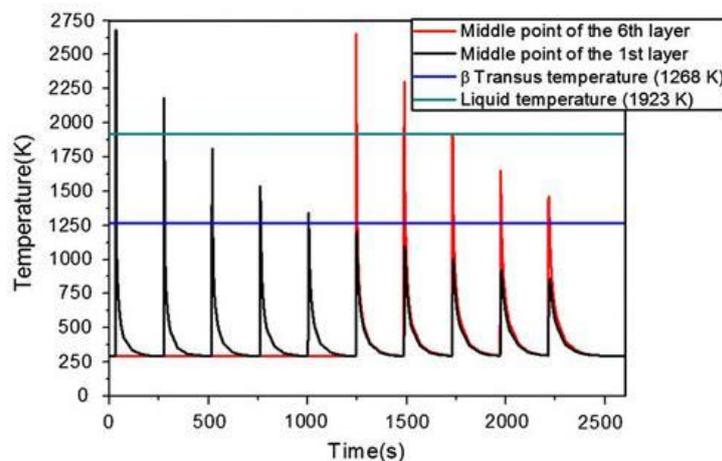


FIGURE 1-6 : SIMULATION NUMERIQUE DE L'HISTOIRE THERMIQUE APRES LE DEPOT DE 10 COUCHE D'UN ALLIAGE TI-6AL-4V PAR WIRE AND ARC ADDITIVE MANUFACTURED [WANG, 2013]

L'environnement du bain de fusion est aussi très différent : en soudage, la fusion se fait en permanence au sein d'un ou plusieurs matériaux à l'état solide (pièces à assembler) (figure 1-7) tandis que dans le cas de la fusion laser sélective sur lit de poudres, en fonction de la géométrie de la pièce élaborée ainsi que de la trajectoire laser employée, le cordon de soudure est en contact, soit avec la matière continue à l'état solide (figure 1-8 a)), soit avec de la poudre (figure 1-8 b)), ou soit une combinaison des deux (figures 1-8 c) et d)).

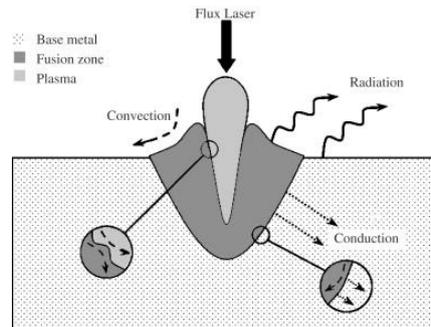


FIGURE 1-7 : PHENOMENE PHYSIQUE MIS EN ŒUVRE LORS DU SOUDAGE LASER [ABDERRAZAK, 2008]

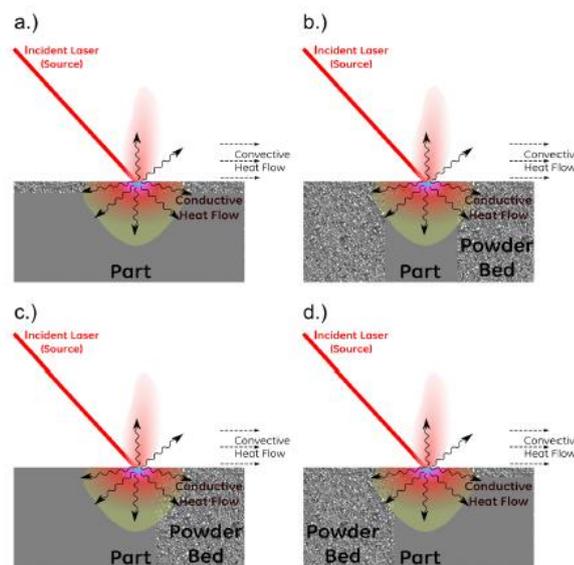


FIGURE 1-8 : DIFFERENTS SCENARIOS DE TRANSFERT THERMIQUE EN FONCTION DE LA GEOMETRIE ET DE LA STRATEGIE DE LASAGE EN SLM [SPEARS, 2016]

Les constructeurs de machine de fabrication additive métallique ont fait le choix d'utiliser des lasers d'une longueur d'onde de $1,064\mu\text{m}$ car elle permet une absorption optimale pour les aciers, l'un des premiers alliages étudiés en SLM (figure 1-9).

Contrairement aux autres métaux, l'absorption de la puissance laser par les alliages d'aluminium est très variable selon la source de radiation employée. Pour des radiations de longueur d'onde $1,064\mu\text{m}$, telles que celles utilisées par les lasers Nd : YAG, nous nous trouvons au niveau d'une zone de forte variation de l'absorption par le matériau. Cela peut-être une source d'instabilité du procédé de lasage et, par conséquent, générer potentiellement des défauts.

Dans le cas de longueurs d'onde proches de $10\mu\text{m}$ (laser CO_2) la couche d'oxyde Al_2O_3 naturellement présente en surface des particules de poudre absorberait mieux l'énergie laser dans cette gamme de longueur d'onde (figure 1-10) [ARATA, 1972].

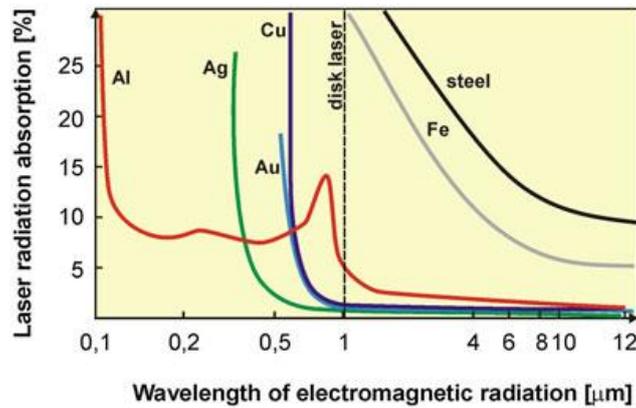


FIGURE 1-9 : ABSORPTION DE LA RADIATION LASER EN FONCTION DE LA LONGUEUR D'ONDE ET DES MATERIAUX [QUINTINO, 2012]

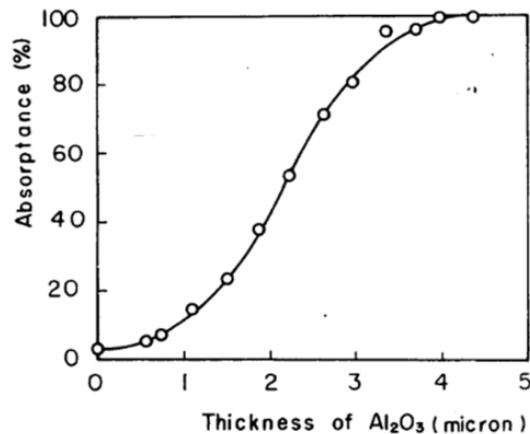


FIGURE 1-10 : INFLUENCE DE L'ÉPAISSEUR D'ALUMINE SUR L'ABSORPTION LASER CO2 [ARATA, 1972]

Les sources laser utilisées dans l'ensemble de la littérature émettent en continu. Quelques rares études ont été menées sur la possibilité d'utiliser des sources pulsées afin de laisser le temps à la chaleur de se diffuser dans la matière entre 2 impulsions [CHOU, 2015]. Chou et al ont démontré que le changement de mode d'émission du laser modifie sensiblement la microstructure obtenue dans le cas d'un alliage AlSi12 et par conséquent influence les propriétés finales du matériau.

1.2 Les matériaux utilisés en SLM

Les études portant sur le SLM sont en constante augmentation depuis plus d'une dizaine d'année (Figure 1-11). Bien qu'applicable à plusieurs types de matériaux, les métaux restent la catégorie privilégiée [YAP, 2015]. De très nombreux travaux de recherche ont été réalisés pour l'étude du procédé SLM appliqué aux aciers, aux alliages de Nickel-Chrome [AMATO, 2011] ou encore aux alliages de titane [SIMONELLI, 2014] [CAIN, 2015]. De nos jours, de plus en plus d'études portent sur les alliages

d'aluminium car ils représentent un grand potentiel pour l'innovation future, notamment dans les domaines aéronautique et aérospatial.

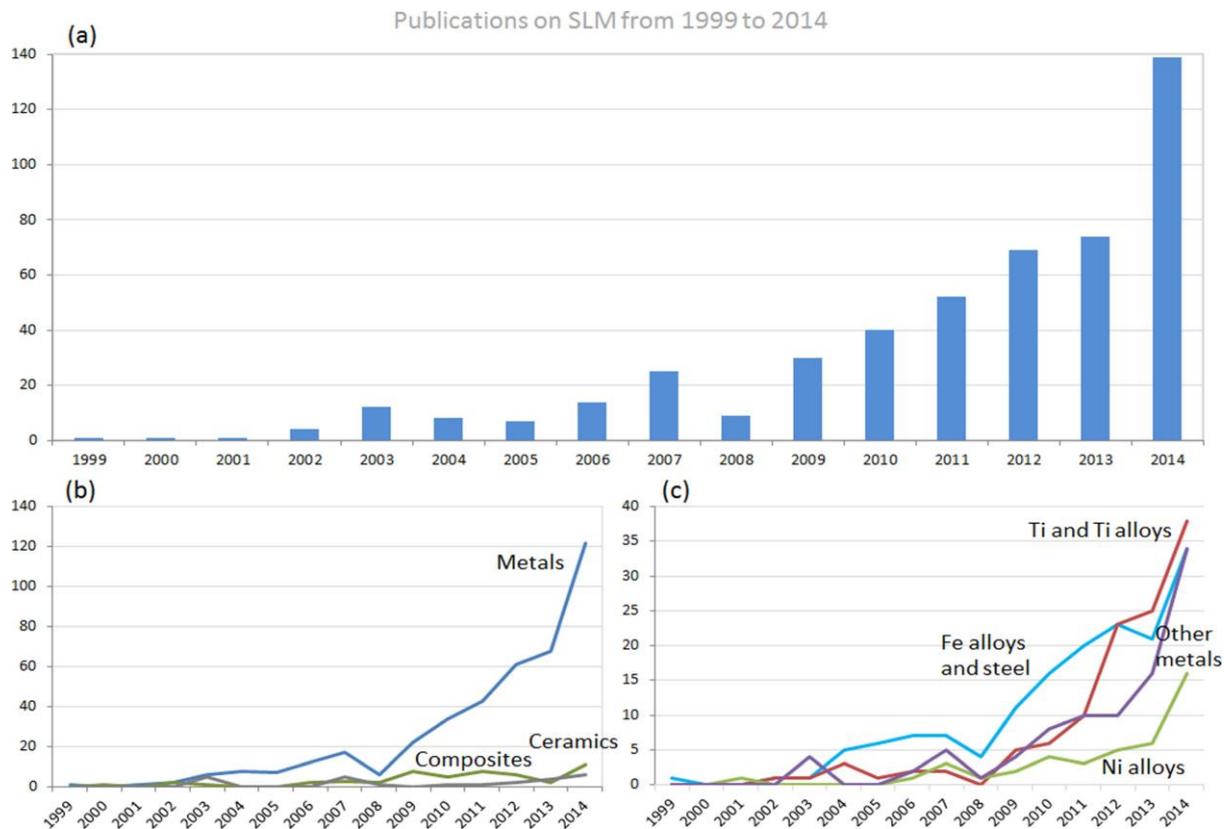


FIGURE 1-11 : (a) PUBLICATIONS SCIENTIFIQUES SUR LE SLM DE 1999 A 2014. (b) PUBLICATIONS SCIENTIFIQUES SUR LE SLM PAR TYPE DE MATERIAU ETUDIE. (c) PUBLICATIONS SCIENTIFIQUES SUR LE SLM FONCTION DES LA FAMILLES DE MATERIAU METALLIQUE [YAP, 2015]

1.2.1 Les familles de métaux et alliages métalliques

En raison de leurs nombreuses applications et/ou du coût relativement bas de la matière pulvérulente, les premières études en SLM ont été réalisées sur trois types de métaux : les aciers, les alliages de titane et les alliages de nickel.

Les aciers et alliages ferreux sont les premiers matériaux métalliques à avoir été étudié en SLM. La plupart des études ont été menées sur l'acier 316L. Les premiers essais de fabrication avec cet acier par SLM, réalisés en 2001 par Abe et al, ne furent que peu concluants [ABE, 2001]. En effet ils furent rapidement confrontés au phénomène de balling (discussion sur le phénomène dans la suite du chapitre). Il aura fallu attendre 2010, avec les travaux de Tolosa et al, pour parvenir à fabriquer des pièces en 316L denses (densité relative > 99,9%) [TOLOSA, 2010]. Les principales propriétés obtenues en SLM sur des aciers sont données sur la figure 1-12.

| (a) | | | (b) | | |
|-------------------------|-----------------------------|------------|-------------------------|--|-----------|
| Material | Highest relative density, % | References | Material | Surface roughness, R_a (μm) | Reference |
| Fe | 99,00 | 65 | Fe-Ni | 10 | 69 |
| Fe + 0.8% C | 93,00 | 66 | Fe-Ni-Cr | 10 | 69 |
| Fe-Al intermetallics | 98,00 | 67 | 304L stainless steel | 25,7 | 71 |
| Fe ₃ Al | 99,50 | 68 | 316L stainless steel | 5,82 | 82 |
| Fe-Ni | 98,00 | 69 | 316L stainless steel | 5,00 (sand blasting) | 19 |
| Fe-Ni-Cr | 99,50 | 69 | 316L stainless steel | 2,00 (laser re-melting) | 72 |
| Fe-Ni-Cu-P | 97,50 | 70 | H20 tool steel | 3,78 (shot-peening) | 62 |
| 304L stainless steel | 92,00 | 71 | Ultra high carbon steel | 18,0 | 76 |
| 316L stainless steel | 99,90 | 30 | | | |
| 316L stainless steel | 99,95 (laser remelting) | 72 | | | |
| H13 tool steel | 90,00 | 73 | | | |
| H20 tool steel | 99,50 | 62 | | | |
| M2 high speed steel | 97,00 | 74 | | | |
| AISI Marage 300 steel | 99,99 | 75 | | | |
| Ultra high carbon steel | 92,00 | 76 | | | |

| (c) | | | | | |
|----------------------|-----------|----------|----------------|------------|--------------------|
| Material | UTS (MPa) | YS (MPa) | Elongation (%) | References | Material UTS (MPa) |
| Fe | 411,5 | 305,3 | ... | 65 | 225 |
| Fe-Ni | 600 | ... | ... | 69 | ... |
| Fe-Ni-Cr | 1100 | ... | ... | 69 | ... |
| Fe-Ni-Cu-P | 505 | 425 | ... | 70 | ... |
| 15-5 PH steel | 1450 | 1297 | 12,53 | 79 | 1317 |
| 15-5 PH steel | 1470 | 1100 | 15,00 | 80 | 1317 |
| 304 stainless steel | 717 | 570 | 42,80 | 78 | 579 |
| 316L stainless steel | 760 | 650 | 30,00 | 19 | 558 |
| Maraging steel | 1290 | 1214 | 13,30 | 81 | 1930 |

FIGURE 1-12: PRINCIPALES PROPRIETES OBTENUES EN SLM SUR LES ACIERS ET ALLIAGES FERREUX; (a) DENSITES RELATIVES RELATEES LES PLUS ELEVEES; (b) LES PLUS FAIBLES RUGOSITES, (c) LES MEILLEURES PROPRIETES MECANIQUES [YAP, 2015]¹

En deuxième position derrière les aciers, le titane et ses alliages sont également très étudiés. Les propriétés du titane en font un candidat idéal pour l'innovation 3D (allègement considérable des structures pour les domaines aéronautiques, bio compatibilité et personnalisation pour le domaine médical, etc.). La majorité des études sont réalisées sur du titane pur ou sur l'alliage Ti 6Al 4V (ou TA6V, Ti64). Les principales propriétés obtenues sont données sur la figure 1-13. Peu de résultats sont mentionnés dans la littérature en ce qui concerne les rugosités : Santos et al présentent une rugosité R_a de 3,96 μm sur la face supérieure d'une pièce en TA6V [SANTOS. 2004], Zhang et al donnent un R_a de 5 μm sur titane pure [ZHANG, 2011].

¹ Les correspondances bibliographiques de la figure sont données en Annexe 1

(a)

| Material | Highest relative density, % | References |
|-----------------|-----------------------------|------------|
| cpTi | 99.50 | 115 |
| cpTi | 99.90 (under vacuum) | 116 |
| Ti-6Al-4V | 99.98 | 94 |
| Ti-6Al-7Nb | 99.95 | 97 |
| Ti-24Nb-4Zr-8Sn | 99.50 | 117 |

(b)

| Material | UTS (MPa) | YS (MPa) | Elongation (%) | References | Material UTS (MPa) |
|-----------------|-----------|----------|----------------|------------|--------------------|
| cpTi | 654 | 522 | 17.0 | 119 | 655 |
| Ti-6Al-4V | 1250 | 1125 | 6.00 | 94 | 1055 |
| Ti-6Al-7Nb | 1515 | 1440 | 1.40 | 97 | 1000 |
| Ti-24Nb-4Zr-8Sn | 665 | 563 | 13.8 | 117 | ... |

FIGURE 1-13: PRINCIPALES PROPRIETES OBTENUES EN SLM SUR TITANE ET ALLIAGES ASSOCIES, (a) DENSITES RELATIVES LES PLUS ELEVEES; (b) LES MEILLEURES PROPRIETES MECANIQUES [YAP, 2015]²
 Enfin, la troisième catégorie de métaux les plus étudiés en SLM sont les alliages à base de nickel. La majorité des publications traitent des Inconel 625, Inconel 718, Chromel, Hastelloy X, Nimonic 263, IN738LC et MAR-M 247. Les principales propriétés obtenues sur ses métaux sont données sur la figure 1-14.

(a)

| Material | Highest relative density, % | References |
|-------------|-----------------------------|------------|
| Inconel 625 | 95.00 | 132-134 |
| Inconel 718 | 99.98 | 135 |
| Chomel | 88.00 | 130 |
| Hastelloy X | 99.75 | 136 |
| Nimonic 263 | 99.70 | 128 |

(b)

| Material | UTS (MPa) | YS (MPa) | Elongation (%) | References | Material UTS (MPa) |
|-------------|-----------|----------|----------------|------------|--------------------|
| Inconel 625 | 1030 | 800 | 10.0 | 137 | 1000 |
| Inconel 718 | 1148 | 907 | 25.9 | 125 | 1000 |
| IN738LC | 1184 | 933 | 8.40 | 129 | 1096 |
| Hastelloy X | 930.5 | 814 | 35.0 | 136 | 785 |
| Nimonic 263 | 1085 | 818 | 24.0 | 128 | 940 |

FIGURE 1-14 : PRINCIPALES PROPRIETES OBTENUES EN SLM SUR ALLIAGES BASE NICKEL, (a) DENSITES RELATIVES LES PLUS ELEVEES ; (b) LES PROPRIETES MECANIQUES LES PLUS ELEVEES [YAP, 2015]²

1.2.2 Focus sur les alliages d'aluminium

De façon globale, les alliages d'aluminiums les plus étudiés en SLM appartiennent au groupe des alliages dit à durcissement structural. Le tableau 1-1 résume les différents alliages d'aluminium déjà étudiés en SLM et les références des articles bibliographiques associées. La présence d'éléments d'alliages tels que Cu, Mg, Si et Zn permet en effet une amélioration des propriétés mécaniques par une séquence de traitements thermiques. La majorité de ces alliages sont réputés comme facilement soudables, y compris en utilisant un procédé à haute énergie et cinétique rapide tel que le soudage laser.

² Les correspondances bibliographiques de la figure sont données en Annexe 1

TABLEAU 1-1 : RECAPITULATIF DES PRINCIPAUX ALLIAGES D'ALUMINIUM ETUDIÉS EN SLM [GALY, 2018]³

| Family | Alloys | Feasibility by SLM | | References |
|--------|--|--|---|--|
| | | Susceptibility to cracking | Part density | |
| | | + : not susceptible 0 : susceptible - : very susceptible n.s : not said | + : $d_{rel} \geq 99\%$ 0 : $97\% < d_{rel} < 99\%$ - : $d_{rel} \leq 97\%$ n.s : not said | |
| 1XXX | Al | + | n.s | [47] |
| 2XXX | AlCu2 | - | n.s | [29-31, 54-57,61] |
| | AlCu5 | 0 | n.s | |
| | AlCu6.8 | + | n.s | |
| | AlCu11.8 | + | n.s | |
| | AlCu5Mg (2022) | - | + | |
| | AlCu4Mg1 (2024) | 0 | + | |
| | AlCu6Mn (2219) | 0 | + | |
| | AlCuMg | 0 | + | |
| | AlCu2Mg1.5Ni (2618) | + | n.s | |
| 4XXX | AlSi7Mg0,3 (A356) | + | + | [6-8, 11-14, 20,24, 35-53, 58, 63,64] |
| | AlSi7Mg0,6 (A357) | + | + | |
| | AlSi20Fe5Cu3Mg1 | + | | |
| | AlSi20 | + | + | |
| | AlSi12 | + | + | |
| | AlSi50 | + | n.s | |
| | AlSi10Mg | + | + | |
| | AlSi12Mg | + | + | |
| 5XXX | AlMg5.7 | + | n.s | [25-28, 47,62] |
| | AlMg6 | + | n.s | |
| | AlMgScZr (Scalmalloy [®]) | + | + | |
| 6XXX | AlMg1SiCu (6061) | 0 | - | [36] |
| 7XXX | AlZn5 | 0 | n.s | [29, 59,60, 65] |
| | AlZn2 | 0 | n.s | |
| | AlZn10 | 0 | n.s | |
| | AlZnMgCu | n.s | n.s | |
| | AlZn5.5MgCu (7075) | - | 0 | |
| 8XXX | AlFe8.5V1.3Si1.7 (FVS0812 ou AA8009) | + | + | [33, 34, 52] |
| NC | Al(Fe ₂ O ₃) ₅ | n.s | n.s | [32, 66] |
| | AlNdNiCo | + | + | |

³ Les correspondances bibliographiques de la figure sont données en Annexe 2

La plupart des études ont été réalisées sur des alliages de la série 4XXX. Ces alliages sont facilement mis en œuvre par SLM en raison du faible écart entre la température de liquidus et celle de solidus. De plus, leur teneur élevée en silicium offre une meilleure absorption de l'énergie laser, tout en évitant la fissuration, et confère au matériau de bonnes propriétés de fluidité et de soudabilité. Aujourd'hui, il est aisé d'obtenir des pièces ayant des densités relatives supérieures à 99% en utilisant des puissances laser supérieures ou égales à 200W. De plus, en prenant l'exemple de l'AlSi10Mg, qui est sans doute l'alliage d'aluminium le plus étudié en SLM, les propriétés mécaniques des pièces produites par SLM sont supérieures à celles obtenues en fonderie. Cela s'explique en raison de la fine microstructure cellulaire-dendritique et de la distribution fine de la phase riche en silicium développée, comme nous le verrons dans la suite de ce chapitre.

De plus en plus d'études portent sur les alliages Al-Cu (série 2XXX). Ces alliages d'aluminium à haute résistance représentent un grand potentiel pour les industries de l'automobile, de l'aérospatiale et de la défense. En effet, avec un rapport résistance/masse plus élevé que celui des alliages aluminium-silicium, ces alliages offrent des possibilités de réduction de masse supplémentaires. Le risque élevé d'échec de production en SLM de pièces denses avec les alliages Al-Cu classiques, en raison de leur susceptibilité bien connue à la fissuration à chaud, explique pourquoi on a d'abord cherché à développer et maîtriser le procédé SLM sur des alliages d'aluminium plus « faciles » à mettre en œuvre, comme ceux de la série 4XXX. Les résultats indiquent que les alliages d'aluminium de la série 2XXX présentent une microstructure fine et des propriétés mécaniques post SLM considérablement améliorées. Des résultats similaires sont constatés pour les alliages d'aluminium de la série 7XXX.

En ce qui concerne les alliages de type Al-Mg (série 5XXX), il convient de noter qu'un alliage particulier a été développé par Airbus Group Innovation afin de trouver un compromis entre la légèreté des alliages d'aluminium et la résistance des alliages de titane : le Scalmalloy®. En raison de sa composition spécifique, cet alliage AlMgScZr offre d'excellentes propriétés de soudabilité, de résistance à la corrosion et de propriétés mécaniques.

1.3 Défauts et conséquences du procédé SLM appliqué aux alliages d'aluminium

A l'instar de la fonderie et du soudage, quatre principaux défauts et conséquences ont été identifiés dans les pièces en alliages d'aluminium fabriquées par SLM et ont servi de base à la construction d'un arbre des causes (figure 1-15): les porosités, les défauts liés à des phénomènes de fissuration à chaud, l'anisotropie induite dans le matériau et les états de surface. Pour chacun de ces défauts et conséquences, nous avons recherché toutes les causes potentielles et nous avons regroupé l'ensemble de ces informations pour compléter l'arbre donné à la figure 1-15, enrichi pour chacun des items, par

les références bibliographiques correspondantes. Par ailleurs, on constate que de nombreuses causes sont communes à plusieurs défauts.

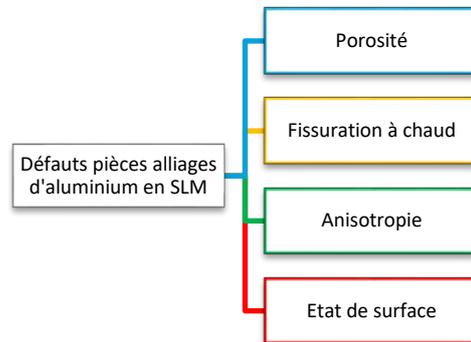


FIGURE 1-15 : RACINE DE L'ARBRE DES CAUSES

1.3.1 Porosités liées l'élaboration par SLM de pièces en alliages d'aluminium

a) Causes d'apparition des porosités

Les porosités sont considérées comme l'un des défauts majeurs des pièces mises en œuvre par SLM [KRUTH, 2010]. La densité d'une pièce est un indicateur de sa santé matière et donc des performances finales que l'on peut en attendre [MORGAN, 2014]. La taille et la forme d'une porosité sont généralement caractéristiques du phénomène qui a provoqué son apparition [FRAZIER, 2014]. Ainsi, on peut classer les porosités d'une pièce SLM en 2 catégories :

- (i) les porosités métallurgiques, qui résultent soit de l'absorption du gaz environnant (N, O ou H), soit de l'évaporation de certains éléments d'alliage (par exemple Mg) ;
- (ii) et les porosités paramétriques, qui sont principalement dues à un défaut de procédé.

La dimension des porosités est un indice révélateur de la santé matériau, et par conséquent des performances de la pièce finale. Ainsi, les « macroporosités » (diamètre moyen de plus d'une dizaine de microns) sont considérées comme plus nuisibles que les « microporosités ». En effet, si elles ne sont pas parfaitement sphériques, ces « macroporosités » peuvent être la source d'apparition de fissures. Ainsi, plus il y a de « macroporosités », plus le matériau sera fragile. Les « microporosités » initialement présentes dans le matériau peuvent toutefois devenir critiques, en particulier après un traitement thermique post-fabrication. En effet, au cours de telles opérations, les « microporosités » ont tendance à coalescer, formant des « macroporosités » de formes aciculaires et donc susceptibles de générer les problèmes discutés précédemment.

L'apparition de porosités liées aux paramètres du procédé peut être liée à la présence d'impuretés sur le matériau de base (la poudre), à la faible absorption d'énergie laser par l'aluminium, aux problèmes

de mouillabilité de l'aluminium solide par l'aluminium liquide, aux conditions atmosphériques dans la chambre de combustion, ou aux phénomènes d'évaporation des éléments qui composent l'alliage. Nous avons construit un arbre pour chacune de ces causes, en les reliant à la littérature (figure 1-16). Il convient de rappeler que tous les résultats des études traitant de la densité des pièces produites par SLM dépendent des moyens expérimentaux utilisés. Lorsque le niveau de porosités d'une pièce est mesuré, la dimension des porosités considérées n'est généralement pas spécifiée. Ainsi, en fonction de la méthode utilisée, la détermination du niveau de porosités peut donner des résultats variables. Ce point sera discuté plus en détail au chapitre 2.2.

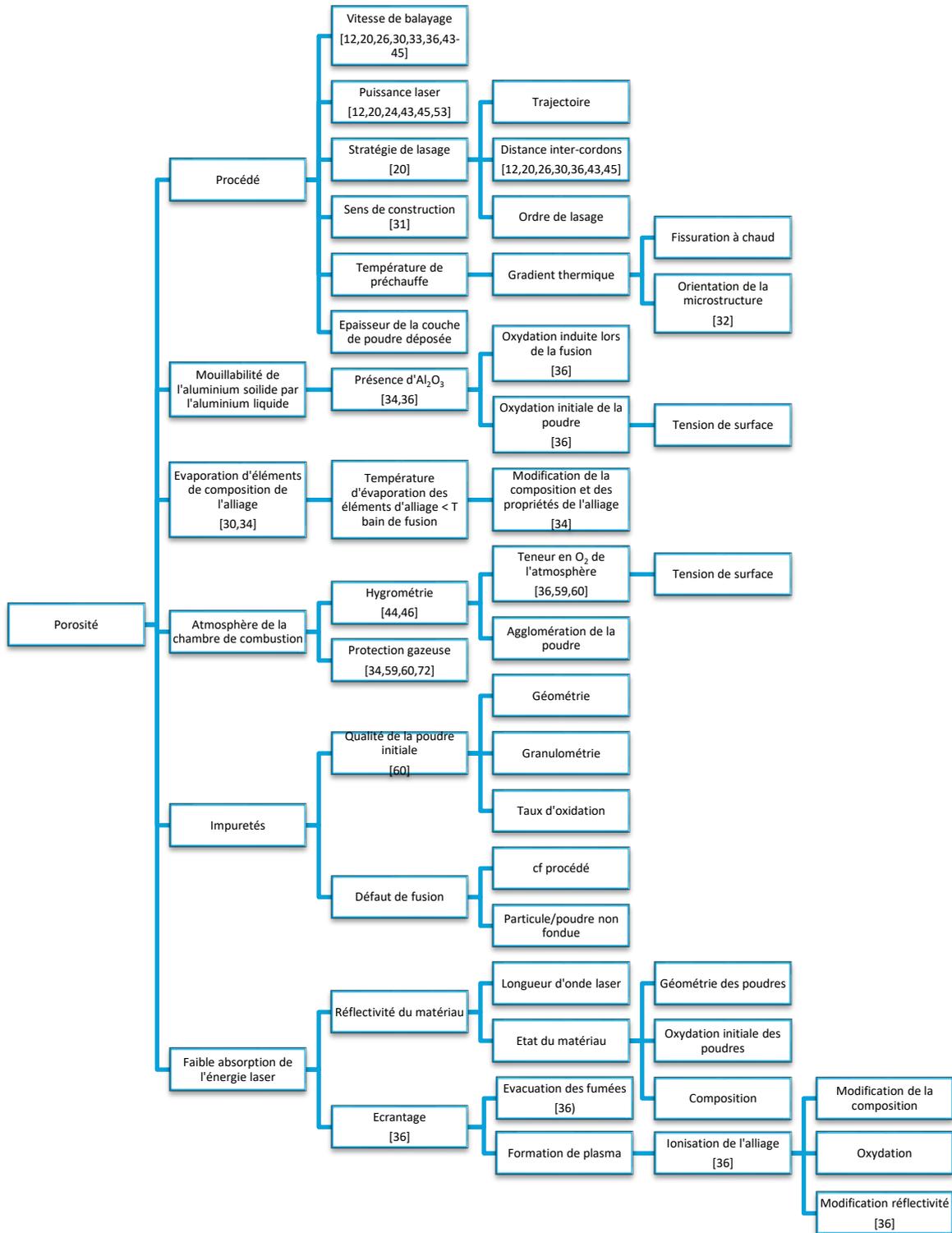


FIGURE 1-16 : ARBRE DES CAUSES - DEVELOPPEMENT DE LA BRANCHE "POROSITES" ⁴

⁴ Les correspondances bibliographiques de la figure sont données en Annexe 2

b) Influence du procédé sur l'apparition des porosités

La plupart des études sur la réduction du taux de porosité dans un matériau produit par SLM se concentrent autour de la problématique du procédé, notamment sur l'optimisation du facteur de densité énergétique ψ , défini par (1.1) :

$$\psi = \frac{\text{Puissance laser}}{\text{vitesse de lasage} * \text{épaisseur de poudre déposée} * \text{distance inter cordons}} \quad (1.1)$$

Les paramètres reconnus comme étant les plus influents sur le taux de porosité sont la vitesse de balayage laser et la puissance laser [KIMURA, 2016] [READ, 2015] [CHOU, 2015] [SCHMIDTKE, 2011] [KARG, 2014] [LOUVIS, 2011] [BUCHBINDER, 2011] [KEMPEN, 2011-a]. Par exemple, Kimura et al ont étudié l'influence du niveau de densité énergétique sur le type de porosités observées [KIMURA, 2016]. En optimisant les conditions d'irradiation laser, une densité relative de 99,8% est obtenue sur des échantillons d'alliage A356.0 (AlSi7Mg0,3). Sur des pièces brutes de fabrication, aussi appelées « as-built », les études ont généralement montré qu'il existe une plage de densités d'énergie optimales permettant d'obtenir des pièces avec une densité relative proche de 100%. Pour les échantillons fabriqués à faible densité d'énergie, les porosités sont attribuées à une fusion incomplète de la couche de poudre car il y a un apport énergétique laser insuffisant. Il en résulte des porosités de forme irrégulière ainsi que la présence de particules de poudre non fondues. Dans le cas de densités d'énergie élevées, les études démontrent la présence de nombreuses porosités sphériques ayant des caractéristiques morphologiques similaires à celle de pores de gaz. Ceci est attribué soit à un piégeage de l'argon présent dans la chambre de combustion, dû au mouvement actif du métal fondu, soit à l'hydrogène dissout ayant dégazé au moment de la fusion.

Buchbinder et al. produisent des pièces en alliage d'aluminium Al Si10 Mg d'un volume de 5 mm³ et une densité relative d'environ 99,5% en utilisant une puissance laser de 250 W [BUCHBINDER, 2008] [BUCHBINDER, 2009]. Ils ont montré qu'une simple augmentation de la puissance du laser (~ 1000W), combinée avec une vitesse de lasage et une distance inter-cordons optimisées, permet de fabriquer des pièces denses (densité relative de 99,5%), tout en augmentant le débit de construction de 5 mm³/s à 21 mm³/s [BUCHBINDER, 2011].

La diminution de la densité relative des pièces peut-être également due à des projections de particules et des instabilités du procédé, produisant des imperfections. Ces deux phénomènes sont le plus souvent observés lorsqu'on travaille à des puissances laser et/ou des vitesses de lasage élevées. Le flux de gaz à la surface de la zone laser est également un paramètre qui influence le taux de porosité [ANWAR, 2017]. En fonction de la position et du débit du gaz, des scories (poudre déjà fondue) peuvent être présentes dans le lit de poudre, ce qui conduit à des défauts de fusion au cours du lasage et donc à des porosités.

c) Influence des autres paramètres sur l'apparition des porosités

Pour limiter l'apparition des porosités liées à la présence d'hydrogène lors du procédé SLM, une solution consiste à réduire la présence d'humidité à la surface du lit de poudres. Pour cela, Weingarten et al ont proposé un système de double balayage du lit de poudres : un premier balayage est effectué avec un laser de faible puissance entraînant un frittage de la poudre ; le second balayage est celui qui permet de fusionner la poudre [WEINGARTEN, 2015]. Ce lasage initial permet de réduire de 90% la densité de porosités lors de l'élaboration d'un alliage AlSi10Mg. D'autres auteurs ont montré qu'on pouvait aussi obtenir une réduction importante des porosités en utilisant un séchage préalable de la poudre avant sa mise dans la machine SLM [LI, 2016-a].

Des études ont montré que la baisse de la teneur en oxygène dans la machine permettait de diminuer les porosités liées à la présence d'oxygène [BAUER, 2016]. Par ailleurs, Louvis et al rappellent les difficultés d'élaborer des pièces en alliages d'aluminium par SLM à cause des effets conjugués des très fortes réflectivités et conductivité thermique de ces matériaux [LOUVIS, 2011].

1.3.2 Autres défauts des pièces en alliages d'aluminium élaborées par SLM

a) Défauts de fissuration à chaud

Un autre défaut rencontré lors du soudage laser des alliages d'aluminium est la fissuration à chaud [RAPPAZ, 1999]. Du fait de la présence d'un large intervalle de solidification on observe un manque d'approvisionnement en liquide dans les espaces inter-dendritiques de la zone fondue lors de la solidification, ce qui provoque de la fissuration.

Pour éviter ces fissures, une méthode consiste à modifier la composition de l'alliage soudé pour augmenter la quantité d'eutectique. En particulier, l'ajout de silicium dans l'alliage permet de diminuer la température de fusion et l'intervalle de solidification entraînant ainsi une diminution du taux de fissuration à chaud [HATCH, 1984]. L'ajout de Nickel à l'alliage permettrait aussi de réduire l'apparition de fissures [AVERSA, 2017].

Pour limiter ces problèmes de fissuration lors de l'élaboration de pièces aluminium par SLM, la plupart des études ont été menées sur des alliages d'aluminium dits de fonderie (AlSi10Mg, AlSi12, AlSi7Mg0.3), moins sujets aux risques de fissurations à chaud, du fait de la forte présence de Silicium (figure 1-17) [VERÖ, 1936] et de leur intervalle de solidification restreint ($\Delta T \sim 50^\circ\text{C}$).

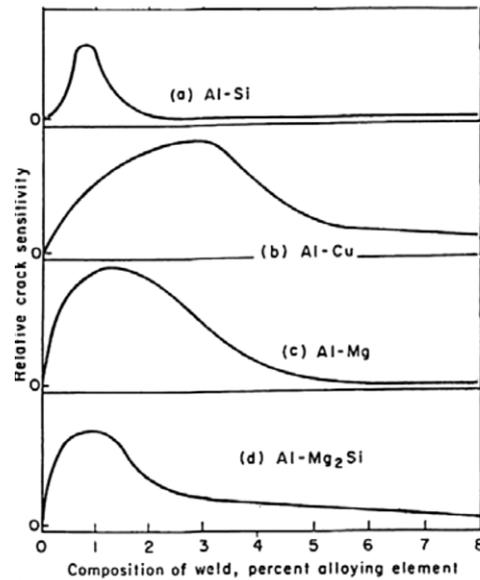


FIGURE 1-17: INFLUENCE DES ELEMENTS D'ALLIAGE SUR LA FISSURATION A CHAUD [VERÖ, 1936]

Pour comprendre les causes d'apparition de ce défaut, nous nous sommes donc en particulier intéressés aux phénomènes présents lors du soudage laser (figure 1-18).

Dans ses travaux sur le soudage laser d'alliage d'aluminium de la série 6XXX, Fabregue a identifié 5 facteurs qui influencent la fissuration à chaud : la composition de l'alliage, la microstructure, la teneur en gaz dissous, la mouillabilité du solide par le liquide et le procédé [FABREGUE, 2004]. Sanchez et al ont montré que la susceptibilité d'un alliage d'aluminium à fissurer dépendait conjointement de sa composition et des paramètres laser employés (puissance, vitesse) [SANCHEZ, 2009].

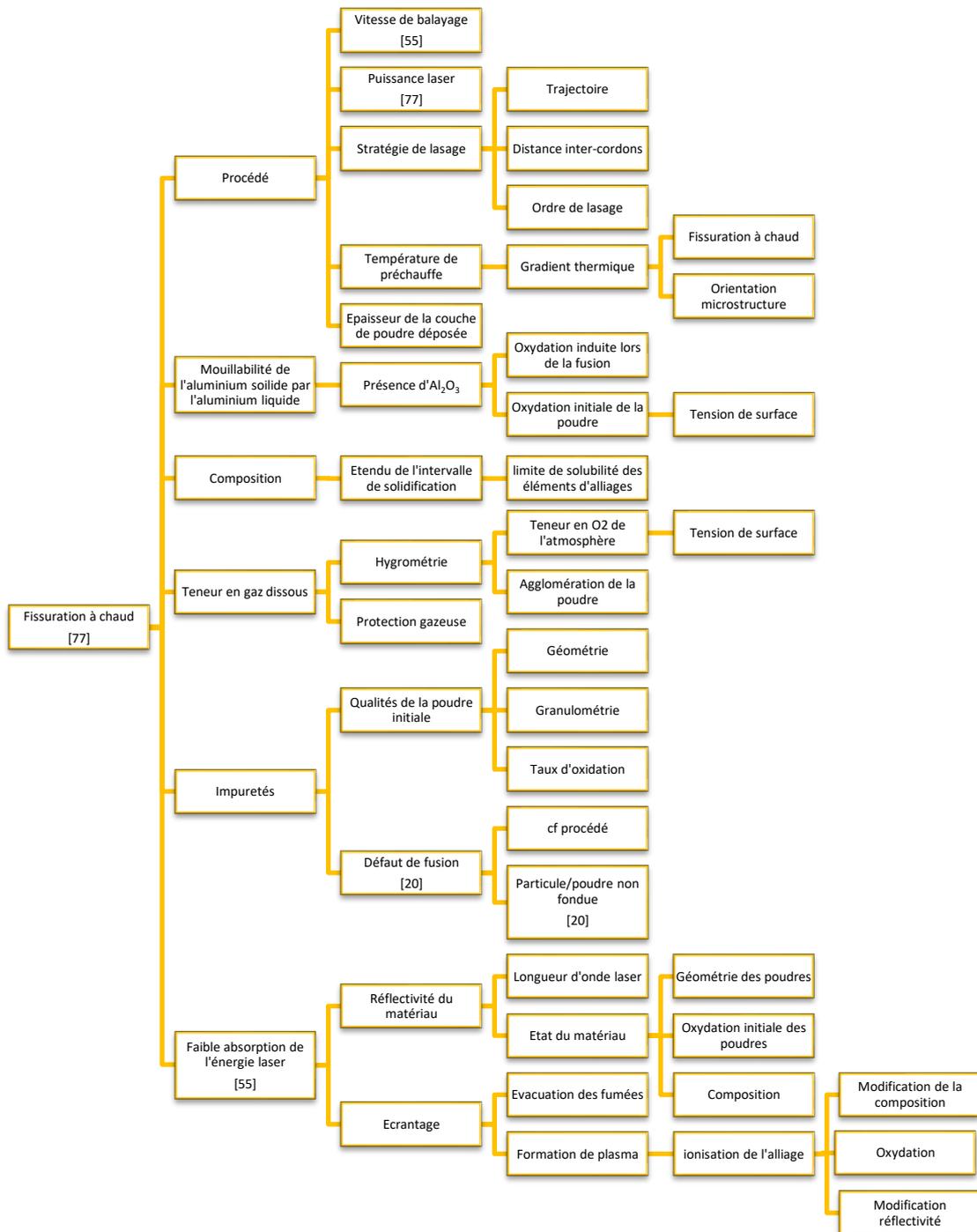


FIGURE 1-18: ARBRE DES CAUSES-DEVELOPPEMENT DE LA BRANCHE « FISSURATION A CHAUD » ⁵

Ces problématiques se retrouvent dans le cas d'études portant sur le procédé SLM. En effet, Zhang et al ont constaté que, dans le cas d'un alliage Al-Cu-Mg, réputé comme sensible à la fissuration du fait

de la présence des éléments cuivre et magnésium, la réduction de la vitesse de lasage entraîne une diminution de la présence de défauts, parmi lesquels les fissures [ZHANG, 2017]. Montero et al sont parvenus à fabriquer par SLM des pièces en alliage 7075 sans aucune fissure en dopant la composition avec du silicium [MONTERO, 2016]. Bartkowiak et al. n'ont pas observé de fissures dans leurs échantillons SLM fabriqués avec des alliages Al-Cu, Al-Zn ou AlSi10Mg [BARTKOWIAK, 2011].

b) Anisotropie des pièces élaborées par SLM

Une autre conséquence identifiée lors de la production de pièces en aluminium par SLM concerne l'anisotropie des propriétés mécaniques. Cela peut sembler de second ordre par rapport aux deux défauts mentionnés précédemment, mais les études montrent que les propriétés mécaniques « as-built » dépendent de la direction de construction de la pièce (figure 1-19).

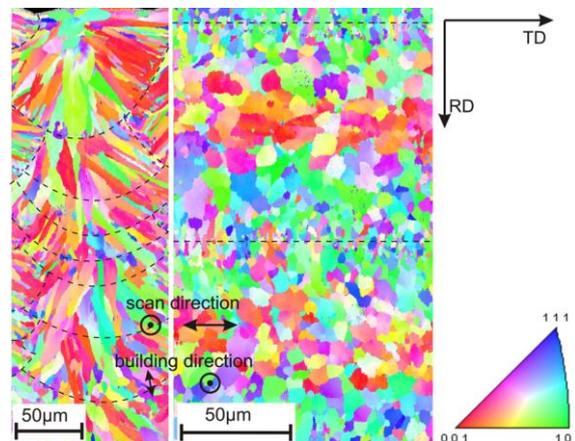


FIGURE 1-19 : OBSERVATION EBSD DE LA MICROSTRUCTURE D'UNE PIÈCE AlSi10Mg FABRIQUÉE PAR SLM [THIJS, 2013]

La figure 1-20 résume les causes identifiées comme étant responsables de la nature anisotrope des pièces en aluminium produites par SLM. Deux causes peuvent expliquer cette orientation de la microstructure. La première concerne l'orientation de construction de la pièce : en raison de l'histoire thermique complexe que subit la pièce, on observe une croissance orientée des grains et donc une anisotropie [DAI, 2017]. Au cours de l'étude de la texture globale d'AlSi10Mg produite par SLM, Thijs et al ont démontré que le choix de la stratégie de lasage influe sur le caractère anisotrope des pièces élaborées [THIJS, 2013].

⁵ Les correspondances bibliographiques de la figure sont données en Annexe 2

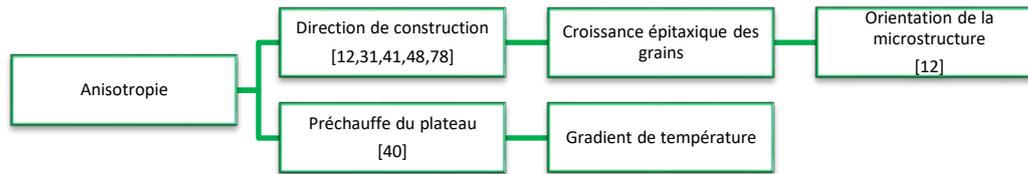


FIGURE 1-20: ARBRE DES CAUSES-DEVELOPPEMENT DE LA BRANCHE « ANISOTROPIE » ⁶

Au cours de leurs études sur l'impact des paramètres de traitement sur les propriétés de traction, Prashanth et al ont montré qu'une certaine combinaison de paramètres opératoires peut conduire à des propriétés anisotropes non homogènes sur la longueur des échantillons d'AlSi12 produits par SLM [PRASHANTH, 2017]. Ce critère est donc à prendre en compte lors du choix d'orientation et, le cas échéant, de supportage de la pièce lors de l'étape de conception CAO (pré-fabrication). Une solution pour pallier ce problème est d'utiliser un plateau chauffant. Dans le cas des alliages d'aluminium, les températures de chauffe du plateau varient de 150°C à 200°C.

Certains auteurs ont observé une anisotropie des propriétés mécaniques sur les échantillons fabriqués par SLM : les contraintes à la rupture longitudinales étaient supérieures à celles observées dans le sens transversal dans un alliage AlSi7Mg0,3 produit par SLM dans des conditions optimales [KIMURA, 2016]; l'allongement des pièces construites dans le sens transversal est supérieur de près de 2% à l'allongement dans la direction longitudinale avec un alliage AlSi10Mg [KEMPEN, 2012] et la dureté observée dans la direction de construction est supérieure à celle observée dans le sens perpendiculaire, pour le même alliage [ABOULKHAIR, 2015]. Karg et al ont également observé une anisotropie concernant l'allongement à la rupture avec un alliage AlCu6Mn, bien que la limite d'élasticité et la résistance à la rupture étaient isotropes [KARG, 2017], et une anisotropie pour l'allongement et la résistance à la rupture avec un alliage AlCu2Mg1.5Ni [KARG, 2015]. D'autres auteurs ont observé des propriétés isotropes sur leurs éprouvettes en AlSiMg [MANFREDI, 2013 a] ou une très faible anisotropie sur le Scalmalloy® [SCHMIDTKE, 2011].

c) Étude des états de surfaces

Une utilisation optimale du procédé SLM consisterait à être capable de produire par SLM, une pièce fonctionnelle sans opération d'usinage de finition en post traitement. Aujourd'hui cet objectif n'est pas atteint car les états de surfaces obtenus après SLM ne répondent pas aux cahiers des charges pour certaines applications, aéronautiques en particulier. Cette conséquence constitue donc une voie

⁶ Les correspondances bibliographiques de la figure sont données en Annexe 2

d'amélioration du procédé, en particulier dans le cas des alliages d'aluminium. La figure 1-21 présente les diverses voies à explorer pour l'amélioration de ce critère.

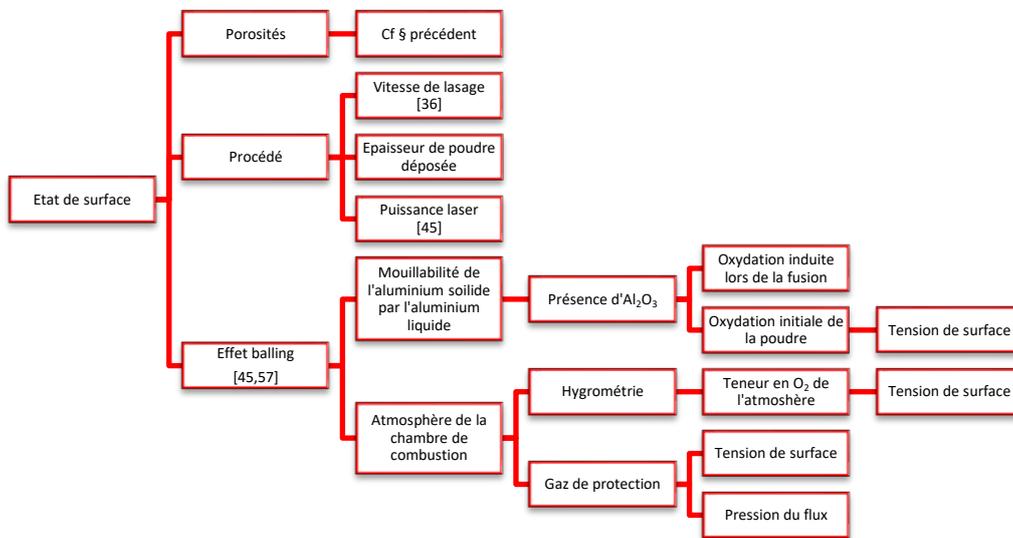


FIGURE 1-21 : ARBRE DES CAUSES- DEVELOPPEMENT DE LA BRANCHE « ETATS DE SURFACE »⁷

Encore peu d'études ont été menées à ce jour sur cette problématique. Aujourd'hui, la solution majoritairement employée pour améliorer l'état de surface consiste à faire varier localement les paramètres de lasage sur les contours des pièces. Ce changement des paramètres opératoires peut cependant générer la formation de porosités à la transition entre le cœur de la pièce et son contour, comme illustré sur la figure 1-22.

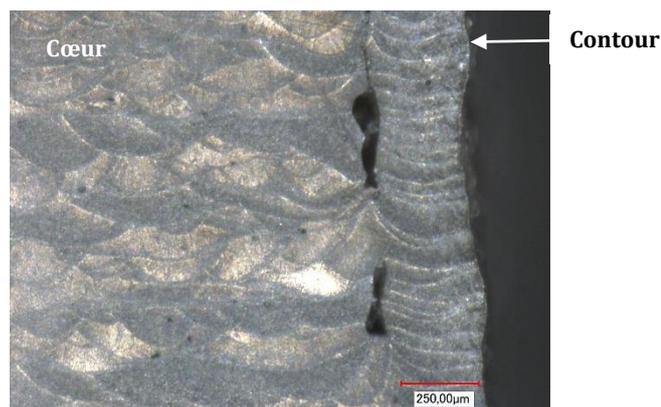


FIGURE 1-22 : EXEMPLE DE DECOHESION CŒUR/CONTOUR

Les paramètres « laser » employés influencent directement la stabilité du bain de fusion obtenus et par conséquent la régularité du cordon final [LOUVIS, 2011] [KEMPEN, 2011-a]. Le phénomène de

⁷ Les correspondances bibliographiques de la figure sont données en Annexe 2

balling (figure 1-23), qui se caractérise par la formation de gouttelettes de métal fondu grossières, est également constaté en SLM. Ce phénomène dépend des paramètres du procédé et agit sur la qualité de la surface : Olakanmi a montré l'influence de la puissance laser et du taux de balayage sur la morphologie de surface [OLAKANMI, 2013] ; Louvis et al ont observé que de faibles vitesses de balayage génèrent une rugosité supérieure, pour une même épaisseur de poudre déposée, dans le cas de l'alliage AlSi12 [LOUVIS, 2011].

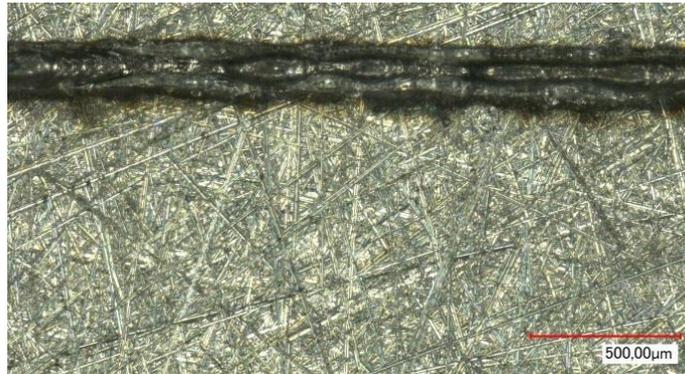


FIGURE 1-23 : PHENOMENE DE BALLING EN SLM

1.4 Méthodologie de l'étude

L'objectif premier de la thèse est d'étudier les interactions matériaux/procédé en vue d'une optimisation des conditions opératoires du procédé de fabrication additive SLM pour la réalisation de pièces en alliage d'aluminium haute résistance (HR) destinées à des applications aéronautiques. Ce paragraphe décrit le fil conducteur suivi lors de ce travail, du choix des matériaux aux études réalisées. Une présentation plus détaillée sera faite dans les chapitres suivants.

1.4.1 Choix des matériaux étudiés

Les travaux de thèse ont été menés sur deux alliages d'aluminium choisis en collaboration avec les partenaires industriels du projet FUTURPROD. Compte tenu des applications spécifiques et outre les aspects de propriétés finales qu'il était possible d'obtenir avec ces matériaux, l'un des critères de sélection a été l'origine d'approvisionnement de la matière première. Ainsi le choix s'est porté sur les alliages AlSi7Mg0,6 et AM205.

L'ensemble des caractérisations ont été réalisés sur des pièces brutes de fabrication SLM. Notre objectif est de caractériser le procédé SLM et donc les matériaux bruts. Aucun traitement post-fabrication (détentionnement ou autre) ni étape de finitions n'ont été réalisés sur le matériau à la sortie de la machine SLM, sauf cas exceptionnel, ce qui sera précisé le cas échéant.

- **L'Al Si7 Mg0,6**

Les premières études ont été effectuées sur l'alliage Al Si7 Mg0,6, dont la composition est rappelée dans le tableau 1-2. Cet alliage est fréquemment utilisé en fonderie dans les domaines du ferroviaire, de l'automobile, du bâtiment, de l'armement et de l'aéronautique. On le trouve sous plusieurs dénominations, selon la norme utilisée : AS7G06, EN AC-42200, AN AC-ALSi7Mg0,6 ou encore A357. Ce matériau présente l'avantage d'être peu sujet à la fissuration à chaud et assure donc une bonne santé matière post production. L'alliage AlSi7Mg0,6 est relativement peu étudié dans la littérature traitant du procédé SLM.

TABEAU 1-2 : COMPOSITION CHIMIQUE DE L'ALSi7Mg0,6 (%MASSIQUE) [ASM, 1993]

| Si | Fe | Cu | Mn | Mg | Zn | Ti | autres | Al |
|---------|------|------|------|-----------|------|-----------|--------|-------|
| 6,5-7,5 | 0,15 | 0,03 | 0,10 | 0,50-0,70 | 0,07 | 0,10-0,18 | 0,10 | reste |

La concentration en Si élevé confère à cet alliage une bonne fluidité, ce qui est important en fonderie. La présence de Mg permet le durcissement structural par traitement thermique. Généralement, le traitement thermique effectué consiste en une mise en solution pendant plusieurs heures à environ 530 °C, suivi d'une trempe à l'eau et d'un vieillissement à environ 150°C pendant quelques heures et conduit à un état appelé T6. Ce traitement permet la précipitation de Mg₂Si qui permet d'augmenter significativement les propriétés mécaniques de l'alliage.

Ces précipités se présentent sous plusieurs formes. La séquence de précipitation de ces alliages n'est pas complètement connue et fait l'objet de nombreuses théories. Dutta et al ont proposé le séquençement suivant, divisé en cinq temps [DUTTA, 1991] :

- Formation de clusters d'atome de Si ;
- Formation des zones de Guinier-Preston I, qui correspond à la première mise en ordre des atomes de la solution solide d'Al. Cela constitue donc une amorce à la formation de germes ;
- Formation de zones de Guinier-Preston II et précipitation de β'' Mg_xSi : il s'agit du plus petit type de précipité de Mg_xSi. En forme de petit bâtonnet, ce type de précipité influence fortement les propriétés mécaniques lorsqu'il est densément dispersé. Sa longueur est de l'ordre de 10nm.
- Précipitation de β' Mg_xSi : Il s'agit du même type de précipité que ce de la catégorie β'', mais de dimension plus importante. Ces précipités se présentent également sous forme de bâtonnets. Leur influence sur les propriétés mécaniques est négligeable. La longueur des bâtonnets est de l'ordre de 100 nm à 1 μm ;

- Précipitation de β Mg_2Si : ce précipité est la phase stable de Mg_2Si et a une forme de cube (plaquettes). En raison de sa taille (environ 100-200 nm), il ne contribue en rien aux propriétés mécaniques.

Pour l'alliage $AlSi7Mg0,6$, dont les éléments chimiques majoritaires sont l'aluminium et le silicium, la solidification de la phase α , riche en aluminium, débute aux alentours de $630^\circ C$ (figure 1-24). À $577^\circ C$, le liquide restant se transforme en composé eutectique ($\sim 12\%m$ de Si). L'alliage étudié est donc de composition hypo-eutectique ce qui, en termes de microstructure, signifie que l'on observe après refroidissement, des dendrites de phase α entourée de composés eutectiques α -Si, comme illustré sur la figure 1-25.

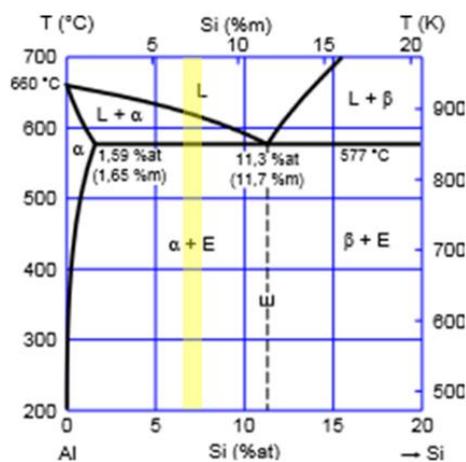


FIGURE 1-24 : DIAGRAMME DE PHASE POUR LES ALLIAGES Al-Si. LA PLAGE DE Si DE L'ALLIAGE $AlSi7Mg0,6$ EST REPRESENTÉE EN JAUNE

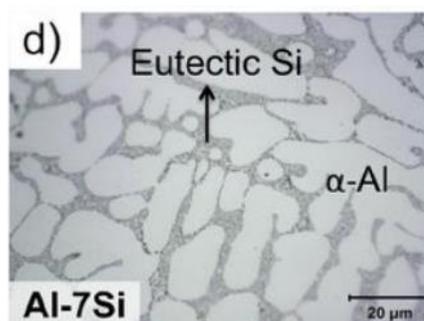


FIGURE 1-25 : MICROSTRUCTURE DE L' $AlSi7Mg0,6$ ISSUE DE LA FONDERIE [ALPAY, 2015]

- **L'AM 205**

Breveté par la société *Aeromet International LTD*, l'AM205 (ou A20X[®]) est un alliage qui a été spécialement développé pour surmonter les problèmes inhérents aux alliages Al-Cu (A201) en termes en particulier d'amélioration de la fluidité ou du raffinement de la microstructure afin d'augmenter la

résistance mécanique. Cet alliage est connu sous l'appellation A205 en fonderie, AM205 pour les applications de fabrication additive. Sa composition chimique est donnée dans le tableau 1-3. Il est à noter que le titane et le bore sont présents sous forme de TiB₂.

TABLEAU 1-3 : COMPOSITION CHIMIQUE DE L'AM205 (%MASSIQUE)

| Cu | Ag | Mg | Ti | B | Si | Fe | Autres | Al |
|-------------|------------|------------|-----------|------------|-------|-------|--------|-------|
| 4,20 – 5,00 | 0,60 -0,90 | 0,20 -0,33 | 3,0 -3,85 | 1,25 -1,55 | <0,10 | <0,08 | <0,17 | reste |

1.4.2 Maîtrise du moyen d'élaboration

Pour maîtriser le procédé SLM et pouvoir ainsi expliquer l'apparition de tel ou tel défaut, il est indispensable de connaître et comprendre l'ensemble des facteurs opératoires qui influent sur les propriétés finales du produit fabriqué. Les paramètres clés du SLM sont présentés en détail par Spears [SPEARS, 2016]. Spears classe les paramètres en 4 catégories : les propriétés des poudres initiales, les propriétés du lit de poudre et du recouvrement, les paramètres « lasage » et les paramètres « d'environnement de construction ». Les paramètres définis comme « contrôlables » sont ceux que l'on peut modifier aisément avec les technologies actuelles. Ils sont seulement une douzaine parmi les 50 paramètres listés.

Nous avons donc cherché à connaître l'influence de ces différents paramètres sur les propriétés des pièces. Dans un premier temps, nous avons étudié des paramètres « machine » c'est-à-dire directement liés à notre équipement (SLM 280HL). Ainsi nous avons étudié l'influence sur les pièces produites du flux de gaz, du dépôt de la poudre, de la qualité de la matière, de l'orientation des pièces sur le plateau, etc. Notre objectif premier était ici de capitaliser un maximum de retour d'expérience sur la machine, sans variation des paramètres « contrôlables » tels que définis par Spears et al. L'ensemble des résultats seront présentés dans le chapitre 3.

1.4.3 Étude paramétrique sur un alliage AlSi7Mg0,6

Connaissant l'influence de l'environnement de la machine sur les propriétés finales des pièces, l'objectif de cette étude était d'expliquer l'influence des paramètres sur les propriétés finales des pièces en AlSi7Mg0,6 fabriquées par SLM et d'expliquer les phénomènes observés. Comme nous l'avons discuté précédemment, l'alliage AlSi7Mg0,6 est un bon candidat pour la fabrication de pièces en SLM, dû au fait notamment de sa faible sensibilité à la fissuration.

L'une des ambitions industrielles est de pouvoir fabriquer des pièces avec une bonne santé matière et avec un débit de production (généralement évalué en SLM en cm³/h) le plus élevé possible. Dans la majorité des études déjà menées en SLM, on constate que 4 facteurs principaux sont étudiés, à savoir

la puissance laser, la vitesse de lasage, l'épaisseur de poudre déposée et la distance inter-cordons. Ainsi, nous avons étudié l'influence de ses 4 facteurs dans l'objectif de définir de comportement matériaux et de pouvoir prédire le comportement des pièces ainsi produites. La méthodologie appliquée ainsi que les résultats obtenus seront détaillés dans le chapitre 4.

1.4.4 Adaptation du procédé SLM à un nouvel alliage d'aluminium à haute résistance AM205.

L'objectif final de la thèse est d'étudier la possibilité de fabriquer des pièces en alliage d'aluminium haute résistance par SLM et fait l'objet du chapitre 5. En se basant sur les études précédemment menées (§ 1.4.2 et 1.4.3), nous avons étudié le comportement de l'alliage AM205 en SLM suivant la paramétrie appliquée.

Contrairement à l'étude menée sur l'AlSi7Mg0,6, pour laquelle il existait un retour d'expérience du fabricant SLM Solution, nous ne disposons pour l'AM205 d'aucune information préalable quant à la faisabilité de pièces en SLM avec le moyen de production à notre disposition (qui sera présenté plus en détail dans la suite du mémoire).

Conclusions

L'état de l'art réalisé dans le cadre de cette thèse a permis d'identifier les principales causes et conséquences associées à la mise en œuvre d'alliage d'aluminium par SLM. Une grande variété d'alliages d'aluminium a déjà fait l'objet d'études. De nombreuses interrogations en ressortent, qu'ils s'agissent sur l'explication des phénomènes mis en jeu lors de l'interaction laser/matière, mais aussi sur les moyens utilisés pour la fabrication et la caractérisation des matériaux. Nous avons donc choisi d'étudier durant ma thèse deux alliages d'aluminium destinés à des applications aéronautiques: le 1^{er} est un alliage de la série 4xxx pour sa "facilité" de mise en œuvre par SLM et le second est un alliage Al-Cu spécialement développé pour le procédé SLM. L'étude du premier alliage, l'AlSi7Mg0,6, a permis (i) de mettre en place des protocoles d'études pour la caractérisation des matériaux, de la poudre jusqu'au matériau final élaboré par SLM, (ii) de définir un premier modèle pour la prédiction de la géométrie d'un cordon de lasage et (iii) de maîtriser le moyen industriel qui a servi de base à toute notre étude. En s'appuyant sur l'expérience acquise sur ce premier alliage, nous avons obtenu quelques premiers résultats sur le second alliage, l'AM205, qui constituent une première base sachant que ce nouvel alliage n'a été que très peu étudié dans la littérature et qu'aucune référence n'existait à ce jour sur des travaux concernant la réalisation de matériaux à partir de poudres d'AM205 avec un moyen SLM 280HL.

Chapitre 2

Choix des méthodes de caractérisation

| | |
|--|----|
| 2.1. Caractérisation de la matière première..... | 52 |
| 2.1.1 Granulométrie laser..... | 53 |
| 2.1.2 Mesures de masses volumiques..... | 54 |
| a) Masse volumique vraie..... | 54 |
| b) Masse volumique apparente..... | 55 |
| c) Coulabilité..... | 57 |
| 2.1.3 Microscopie..... | 57 |
| 2.1.4 Réflectivité..... | 58 |
| 2.1.5 Conductivité thermique..... | 60 |
| 2.2 Caractérisation des pièces élaborées par SLM..... | 61 |
| 2.2.1 Détermination de la densité relative..... | 61 |
| a) Double pesée ou méthode d'Archimède..... | 61 |
| b) Analyse d'images..... | 62 |
| 2.2.2 Évaluation des états de surfaces..... | 67 |
| 2.2.3 Étude de la microstructure et micro-analyse..... | 70 |
| 2.2.4 Tomographie..... | 76 |
| 2.2.5 Caractérisations mécaniques..... | 78 |
| a) Dureté Vickers..... | 78 |
| b) Traction uni-axiale..... | 79 |
| c) Essai en charge-décharge uni axiale..... | 80 |
| 2.3 Simulation numérique..... | 81 |

Avec la montée en puissance de la fabrication additive métallique et l'attrait grandissant pour cette technologie de secteur de pointe à haute valeur ajoutée, les besoins en contrôle qualité des pièces et de la qualification des machines de fabrication émergent [OBATON, 2015]. La caractérisation de pièces métalliques représente donc un enjeu de premier ordre. Dans le chapitre précédent, 4 défauts majeurs et leurs conséquences ont été identifiés comme critiques sur les pièces en alliage d'aluminium fabriquées par SLM. Ce chapitre décrit et justifie l'ensemble des outils expérimentaux et numériques que nous avons utilisés pour apporter des éléments de réponse.

2.1. Caractérisation de la matière première

L'expérience acquise en FA concernant les procédés sur lit de poudres montre que la qualité finale d'une pièce est fortement dépendante de la qualité initiale de la poudre employée. Il est donc nécessaire de caractériser la matière première. Au vu des particularités du procédé, nous nous intéresserons particulièrement aux caractéristiques morphologiques et dimensionnelles des poudres, premières indicatrices de sa capacité d'étalement uniforme.

Le tableau 2-1 résume les principales caractéristiques des poudres employées lors de ces travaux, et cela pour les deux alliages étudiés. Les différentes méthodes de contrôle utilisées et marquées d'un astérisque sont décrites dans la suite du paragraphe.

TABLEAU 2-1 : RECAPITULATIF DES CRITERES DE SELECTION RETENUS POUR LA MATIERE PREMIERE

| Besoin | Critères | Méthodes de contrôle | | | | | | | | | | | | |
|---------------------------------------|--|---|-----|-----|-----|------|------|-----|------|------|-----|------|------|---------------------------------------|
| <i>Méthode de production</i> | Poudre issue d'une atomisation au gaz. | Certificat fournisseur | | | | | | | | | | | | |
| <i>Aspect visuel</i> | Poudre uniforme, de couleur « gris clair » (non humide, non oxydée), sans contamination apparente et exempte d'agglomérat. | Examen visuel et au microscope optique | | | | | | | | | | | | |
| <i>Répartition granulométrique</i> | Distribution monomodale du diamètre des particules [20-63µm] <table border="1" data-bbox="555 860 991 1133"> <thead> <tr> <th>Fraction volumique</th> <th>min</th> <th>max</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>D10</td> <td>18µm</td> <td>28µm</td> </tr> <tr> <td>D50</td> <td>35µm</td> <td>45µm</td> </tr> <tr> <td>D90</td> <td>60µm</td> <td>70µm</td> </tr> </tbody> </table> | Fraction volumique | min | max | D10 | 18µm | 28µm | D50 | 35µm | 45µm | D90 | 60µm | 70µm | Granulométrie laser en phase liquide* |
| Fraction volumique | min | max | | | | | | | | | | | | |
| D10 | 18µm | 28µm | | | | | | | | | | | | |
| D50 | 35µm | 45µm | | | | | | | | | | | | |
| D90 | 60µm | 70µm | | | | | | | | | | | | |
| <i>Morphologie de la poudre</i> | Les grains doivent avoir un aspect sphérique, sans satellite. | Microscopie électronique à balayage* | | | | | | | | | | | | |
| <i>Porosité initiale de la poudre</i> | Les particules de poudre doivent être très peu poreuses | Examen en microscopie optique de section de poudres enrobées et polies* + Pycnométrie à hélium* | | | | | | | | | | | | |
| <i>Humidité</i> | HR<2% | Piquage par capteur d'humidité | | | | | | | | | | | | |

2.1.1 Granulométrie laser

Dans la machine SLM 280^{HL}, la distribution de la poudre est assurée par gravité. La répartition granulométrique est un indicateur des propriétés rhéologiques d'une poudre et donc de sa capacité à s'écouler. Cette répartition a été déterminée à l'aide d'un granulomètre laser *Mastersizer 2000*

(Malvern). La granulométrie par diffusion laser est une technique de mesure indirecte. Le principe, schématisé sur la figure 2-1, suit trois étapes principales :

- l'unité optique du granulomètre enregistre l'image de la diffusion (diffraction, réflexion, réfraction) d'un rayonnement monochromatique par une suspension de particules,
- des images de diffusion sont calculées à partir d'un modèle de diffusion, en fonction de distributions granulométriques théoriques,
- les images calculées et l'image mesurée sont ajustées par la méthode des moindres carrés.

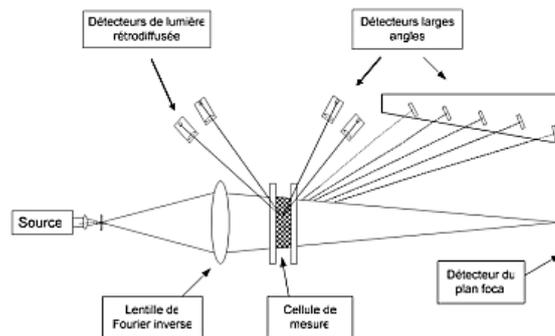


FIGURE 2-1 : PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT D'UN GRANULOMETRE LASER [MICHEL, 2006]

Dans notre cas, cette méthode est adaptée car nous travaillons avec des poudres normalement sphériques. En effet, la mesure nous donne la répartition des diamètres moyens des particules de la poudre analysée. Ainsi, si la géométrie des particules n'était pas sphérique, les résultats obtenus par ce moyen ne seraient en rien représentatifs.

Du fait du caractère dangereux de la mise en suspension des poudres d'aluminium (risques AtEx), la voie liquide a été préférée. Après plusieurs essais comparatifs, le milieu dispersant sélectionné est l'eau osmosée.

2.1.2 Mesures de masses volumiques

a) Masse volumique vraie

La masse volumique vraie représente la masse volumique des particules qui composent un solide granulaire ou une poudre. Un écart significatif entre la masse volumique vraie de la poudre et la masse volumique théorique du matériau constituant met en évidence la présence de défauts au sein de la poudre, mais ne donne pas d'indication permettant d'en connaître la nature précise (porosités intraparticulaires, forte oxydation de la poudre, défauts de composition chimique, etc.).

La mesure de la masse volumique vraie est réalisée avec un pycnomètre à gaz *Micromeritics AccuPyc 1340*. La pycnométrie à gaz permet d'obtenir le volume réel (V_{vrai}) d'un échantillon. Connaissant la masse précise de l'échantillon testé ($m_{éch}$), la masse volumique vraie (ρ_{vrai}) se déduit par l'égalité (2.1):

$$\rho_{vrai} = \frac{m_{éch}}{V_{vrai}} \quad (2.1)$$

Cette technique utilise la méthode de déplacement des gaz pour mesurer le volume avec précision. Le principe de l'analyse, schématisé sur la figure 2-2, repose sur la loi de Boyle-Mariotte.

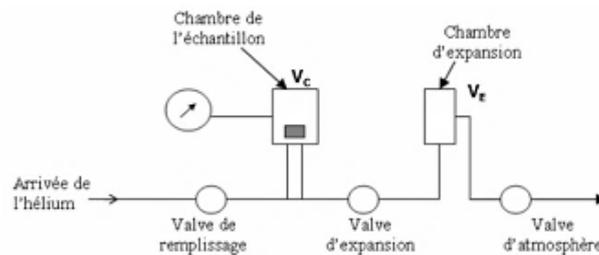


FIGURE 2-2 : PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT D'UN PYCNOMETRE A HELIUM

Un gaz, dans notre cas l'hélium, contenu dans un volume V_E à la pression P_1 est détendu dans une cellule de volume connu V_c contenant la poudre. La pression mesurée est égale à P_2 . Le volume de l'échantillon de poudre V_p est alors donné par l'expression (2.2) :

$$V_p = V_c + V_E \left(1 - \frac{P_1}{P_2}\right) \quad (2.2)$$

avec :

- V_p : volume de la poudre
- V_c : volume de la cellule contenant l'échantillon
- V_E : volume étalon
- P_1 : pression d'hélium dans V_E
- P_2 : pression dans V_c après détente du gaz

Du fait de sa faible taille, la molécule d'hélium utilisée par cette méthode pénètre facilement dans l'ensemble des pores ouverts de l'échantillon.

b) Masse volumique apparente

La masse volumique apparente d'un matériau pulvérulent est le rapport entre sa masse et le volume apparent des particules constituant la poudre. Ce rapport prend donc en compte les pores inclus intraparticulaires, mais également les vides interstitiels et les porosités débouchantes. La masse volumique

apparente dépend du degré de tassement de la poudre. Différentes valeurs peuvent être ainsi mesurées, à savoir la masse volumique aérée, la masse volumique versée et la masse volumique tassée. Dans notre cas, nous nous intéressons à la deuxième, car elle est représentative de la façon dont nous utilisons la poudre avec la machine SLM 280^{HL}, dont le fonctionnement sera détaillé au chapitre 3.

Les mesures de masse volumique apparente ont été effectuées dans le respect de la norme EN ISO 3923, en utilisant la méthode de l'entonnoir de Hall représentée sur la figure 2-3. La poudre est versée en l'état au travers d'un entonnoir calibré dont l'orifice inférieur a un diamètre de 2,5mm. Elle se déverse ainsi dans un récipient cylindrique d'un volume égal à 25 cm³, vérifié selon la procédure définie par la norme ASTM B873. Dans le cas des alliages à faible densité, il est possible que la poudre ne s'écoule pas dans l'entonnoir de Hall ; des essais peuvent alors être effectués en utilisant l'entonnoir de Carney, dont le diamètre de l'orifice est de 5 mm.

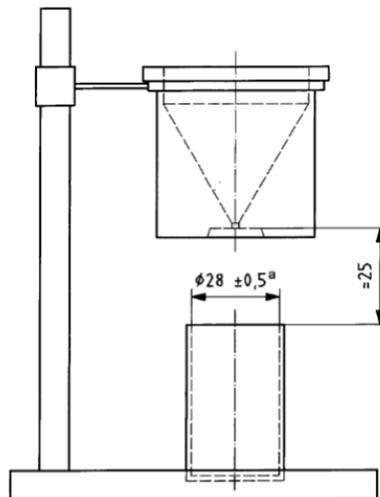


FIGURE 2-3 : MONTAGE DE MESURE DE LA MASSES VOLUMIQUE APPARENTE SELON LA NORME EN ISO3923

Une fois le cylindre rempli, on vient araser sa surface sans tasser la poudre. On détermine par pesée la masse m du récipient ainsi rempli de poudre et dont la masse à vide m_v est connue. La masse volumique de l'échantillon ρ_{ac} est donnée par la relation (2.3) :

$$\rho_{ac} = \frac{(m - m_v)}{V} \quad (2.3)$$

c) Coulabilité

La coulabilité des poudres donne une indication sur la manière dont elle va couler au sein de la machine. Selon la norme ASTM B213, il s'agit du mesurage du temps nécessaire à l'écoulement de 50g de poudres métalliques à travers l'orifice d'un entonnoir calibré. On mesure donc un débit. Dans notre cas, l'entonnoir utilisé est le même que celui employé pour la mesure de la densité apparente (figure 2-3).

2.1.3 Microscopie

Les techniques présentées précédemment permettent d'avoir une information quantitative sur la poudre étudiée (masses volumiques, répartition granulométrique). Les observations microscopiques complètent ces caractérisations en apportant des informations qualitatives, tels que la géométrie des particules, la répartition des populations de particules (présence de satellites, etc.).

Plusieurs niveaux de microscopie ont été nécessaires pour caractériser les poudres. Tout d'abord les observations au microscope électronique à balayage (MEB) de la poudre libre ont permis de vérifier la géométrie des particules ainsi que d'évaluer la qualité de la poudre. Pour cela, nous avons utilisé un MEB *Hitachi TM3000*. Afin d'être observables, les particules de poudres sont déposées sur une bande adhésive chargée en carbone, ce qui permet d'avoir un échantillon conducteur, condition nécessaire à l'observation au MEB (figure 2-4). Une préparation méticuleuse est nécessaire pour s'assurer de la représentativité de l'échantillon observé.

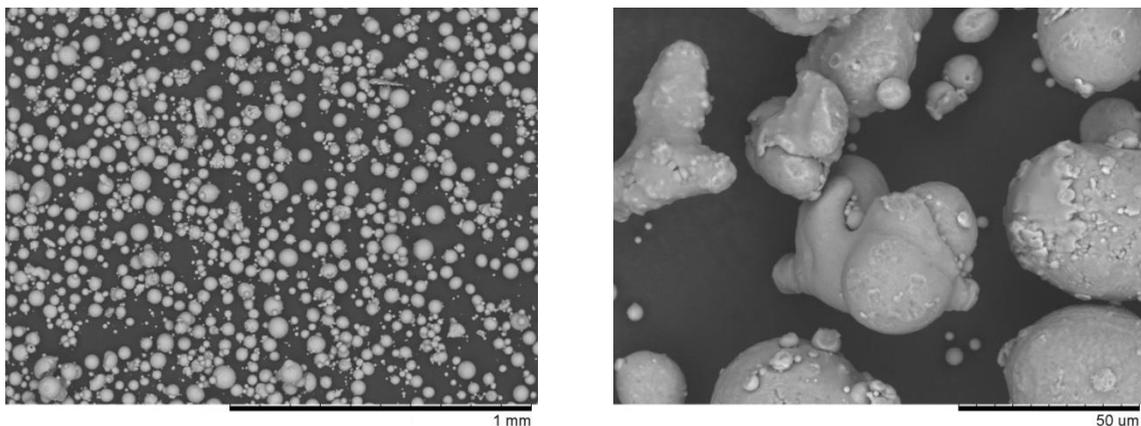


FIGURE 2-4 : EXEMPLES D'OBSERVATIONS MEB D'UNE POUDRE D'ALUMINIUM

Dans un second temps, la poudre a été enrobée dans une résine polymère et polie au papier chargé en SiC (de granulométrie P300 à P4000) afin d'obtenir une coupe métallographique. Cela permet d'observer l'intérieur des particules de poudre et ainsi de savoir, par exemple, si celles-ci contiennent

des porosités incluses (figure 2-5). Les observations des échantillons ainsi préparés ont été réalisées sur un microscope numérique *Keyence VHX 2000* équipé d'un objectif *Z20U* ou au MEB *Hitachi S4500* (dans ce dernier cas, les observations ont été complétées par une analyse élémentaire par spectrométrie de rayons X à sélection d'énergie).

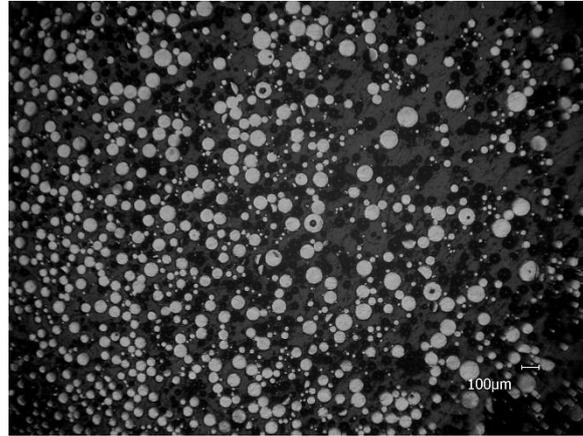


FIGURE 2-5 : EXEMPLE D'OBSERVATION DE POUDRE APRES ENROBAGE ET POLISSAGE

2.1.4 Réflectivité

Lors de l'interaction laser/matériau, une partie de l'énergie émise par le laser est absorbée par le matériau et une autre est réfléchi. La densité d'énergie absorbée et la réflectivité dépendent de nombreux paramètres et varient au cours du procédé d'élaboration par SLM. En effet, la réflectivité n'est pas la même suivant que le matériau est sous forme de poudres, à l'état solide ou à l'état liquide, autant de phases présentes au cours du procédé. De plus, la densité d'énergie absorbée par un lit de poudres dépend de sa densité, de son épaisseur et de la géométrie des particules. La connaissance et la maîtrise du paramètre réflectivité est un sujet clé pour la maîtrise et l'optimisation du procédé SLM. Afin de mieux appréhender ce paramètre, dont nous aurons aussi besoin pour définir une source de chaleur représentative lors des simulations numériques de l'histoire thermique du matériau, nous avons réalisé quelques mesures de réflectivité sur les poudres utilisées dans notre étude, à l'aide du dispositif de sphère intégrante du Laboratoire PIMM.

La technique de la sphère intégrante, ou méthode Ulbricht, est une méthode indirecte de mesure de l'absorption d'une surface (figure 2-6).

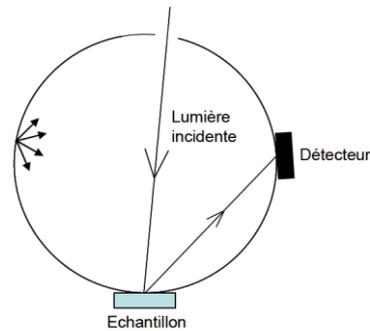


FIGURE 2-6 : SCHEMA DE LA MESURE DE LA REFLEXION AVEC UNE SPHERE INTEGRANTE [NGUYEN, 2012]

La surface interne de la sphère d'Ulbricht est couverte d'un revêtement parfaitement réfléchissant ce qui permet d'homogénéiser la réflexion totale diffuse de la lumière incidente, avant qu'elle ne frappe le détecteur. Ainsi, le flux lumineux devient uniforme et indépendant des propriétés de polarisation et spatiales de la lumière incidente.

La sphère est placée sous une tête de soudage laser (laser *Trumpf TruDisk 10 000* de type Yb:YAG et de longueur d'onde $1.03\mu\text{m}$) afin de simuler les conditions de production en SLM. Le laser de 320W est utilisé en mode continu. Une source de type gaussienne est employée. Les essais sont réalisés sous atmosphère d'argon (<180 ppm de O_2).

Pour les calculs d'absorption moyenne, les données sont analysées par un algorithme de détection d'impulsions automatisé. Le capteur mesure une intensité du signal en volt sachant que cette intensité du signal est proportionnelle à l'intensité moyenne de la réflexion. La réflectivité de l'échantillon peut être calculée en comparant le signal de notre échantillon au signal d'un matériau de référence ayant un facteur de réflexion connu, dans notre cas un miroir en aluminium avec une réflectivité de 98,5% pour la longueur d'onde du laser. L'hypothèse est faite qu'il n'y a pas de transmission du rayonnement à travers l'échantillon et que la contribution du rayonnement émis est négligeable.

Les mesures ont été effectuées sur des lits de poudres en AlSi7Mg0,6 , dont les épaisseurs varient entre 50 et 300 μm , déposées sur un substrat en acier dont l'absorptivité a été mesurée à 40 %. Les résultats obtenus permettent d'estimer l'absorptivité à 47 % pour un diamètre de spot de 2 et à 40 % pour un diamètre de 0,2 mm. Il est à noter que le diamètre de spot de 0,2 mm est plus proche de celui qui est utilisé en SLM (0,1 mm) et nous retiendrons donc la valeur de 40 % pour nos simulations numériques. Ce résultat montre que l'absorptivité des poudres est significativement supérieure à celle du même matériau sous forme de solide continu. En effet, les mesures effectuées sous les mêmes conditions sur des plaques en AlSi7Mg0,6 nous permettent d'estimer l'absorptivité, pour un diamètre de spot de 0,2

mm, à 12 % et à 31 %, respectivement pour des substrats polis finement (polissage P4000) et poli grossièrement (polissage P400) [KROMER, 2019].

2.1.5 Conductivité thermique

Les propriétés thermodynamiques telles que la conductivité thermique du matériau sont aussi des paramètres qui évoluent au cours du procédé puisqu'ils dépendent de la température et de l'état du matériau, état solide continu, liquide ou solide divisé. Une campagne d'essais a été menée sur les poudres de l'étude à partir de la méthode Hot Disk dont nous allons rappeler le principe. Les résultats obtenus sur nos poudres seront présentés au chapitre 3.

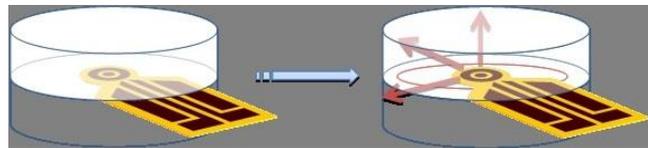


FIGURE 2-7 : SCHEMA DE PRINCIPE DU HOT-DISK

La sonde de mesure a la forme d'un disque et est placée entre 2 parties de l'échantillon. Elle remplit à la fois la fonction de source de chaleur et celle de capteur de température (figure 2-7). L'expérience consiste à envoyer à l'échantillon un pulse de puissance à l'aide de la sonde qui mesure alors une variation de résistivité du film de nickel dont elle est constituée, qui peut être traduite en une variation de température (figure 2-8). Ces mesures de température permettent d'estimer la diffusivité thermique et la conductivité thermique du matériau constituant l'échantillon et ainsi aussi sa chaleur volumique [GUSTAVSSON, 1994].

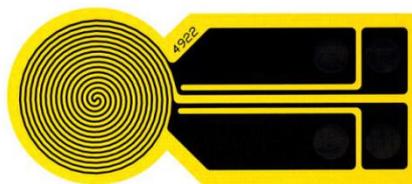


FIGURE 2-8 : SONDE HOT DISK

2.2 Caractérisation des pièces élaborées par SLM

2.2.1 Détermination de la densité relative

La maîtrise du taux de porosité au sein des pièces fabriquées par SLM constitue un enjeu majeur dans le développement de cette technologie, à en juger par le nombre important d'études déjà menées sur le sujet.

Le taux de porosité est appréhendé par la détermination de la densité relative des pièces. Pour ce faire il existe diverses méthodes, chacune présentant avantages et inconvénients [SPIERINGS, 2011]. Dans la littérature traitant du SLM, deux principales techniques sont employées, à savoir la méthode de double pesée, ou méthode d'Archimède, et l'analyse d'images.

a) Double pesée ou méthode d'Archimède

Relativement simple et rapide à mettre en œuvre, la méthode d'Archimède consiste à réaliser une pesée d'un même échantillon, dans deux fluides distincts (figure 2-9). Généralement, le fluide de référence est l'air. Le second fluide dépend de la nature de l'échantillon testé. En effet, il est nécessaire que le fluide mouille convenablement la pièce testée, afin d'éviter des erreurs de mesure dues par exemple aux bulles d'air en surface de l'échantillon. Dans notre cas, nous avons utilisé l'éthanol à 96%.

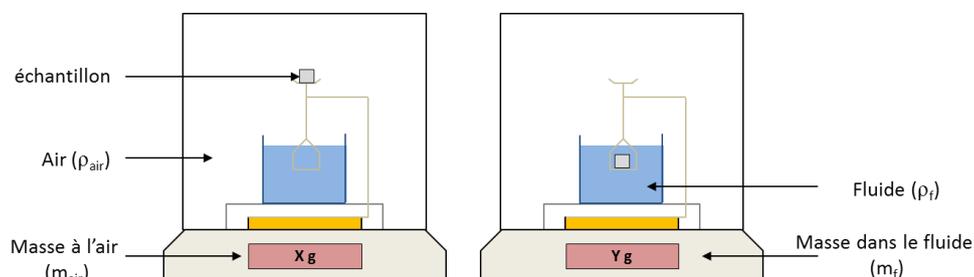


FIGURE 2-9 : PRINCIPE DE LA METHODE D'ARCHIMEDE

La masse volumique de l'air étant considérée comme négligeable, on détermine celle de l'échantillon $\rho_{\text{échantillon}}$ suivant la relation (2.4), où m_{air} est la masse de l'échantillon pesé dans l'air, m_f est la masse de l'échantillon immergé dans l'éthanol et ρ_f est la masse volumique de l'éthanol. La masse volumique de l'éthanol étant fortement dépendante de la température, un suivi thermique est assuré tout au long de la manipulation pour le calcul de $\rho_{\text{échantillon}}$ (2.4) :

$$\rho_{\text{échantillon}} = \rho_f * \frac{m_{\text{air}}}{(m_{\text{air}} - m_f)} \quad (2.4)$$

La densité relative de l'échantillon D_{relative} est donnée par le rapport entre la masse volumique déterminée $\rho_{\text{échantillon}}$ et la masse volumique théorique $\rho_{\text{théorique}}$ de l'alliage étudié (2.5) :

$$D_{\text{relative}}(\%) = \frac{\rho_{\text{échantillon}}}{\rho_{\text{théorique}}} * 100 \quad (2.5)$$

Les mesures sont répétées à trois reprises sur l'ensemble des échantillons testés. Aucune préparation d'échantillon particulière n'est nécessaire, hormis un nettoyage aux ultrasons préalable, dans l'objectif d'éliminer toute trace de poudre résiduelle. Nous avons choisi pour référence la valeur de la masse volumique théorique de l'alliage équivalent en fonderie.

Par cette méthode non destructive, l'information obtenue concerne l'ensemble du volume de l'échantillon. Les écarts entre la masse volumique déterminée $\rho_{\text{échantillon}}$ et celle théorique $\rho_{\text{théorique}}$ peuvent avoir plusieurs origines : la présence de porosités au sein du matériau, et/ou la présence de « pollution » (oxydation) et/ou d'inclusions (poudre ou parties de poudres non fusionnées). La méthode d'Archimède permet uniquement de constater un écart par rapport à un état théoriquement attendu. Elle ne permet pas de connaître réellement l'origine de cet écart.

b) Analyse d'images

Une autre méthode utilisée pour la détermination de la densité relative d'un échantillon est l'analyse d'images. Ce procédé destructif permet de caractériser morphologiquement et quantitativement les porosités. Cette méthode est souvent employée dans l'industrie. Elle consiste à réaliser une observation au microscope optique d'une ou plusieurs sections polies de l'échantillon, et de déterminer le ratio de surface correspondant à des porosités par rapport à la surface totale de l'échantillon observé via un seuillage d'images. Dans notre cas, les observations sont réalisées avec un microscope numérique Keyence VHX 2000 équipé d'un objectif Z20U permettant des observations en champ clair d'un grossissement allant de 20 à 200. La résolution en profondeur du microscope optique (quelques microns) implique de travailler sur un échantillon parfaitement plan. La préparation métallographique qui précède l'observation doit être très soignée, afin d'obtenir une surface plane, spéculaire et exempte de rayure, car cela pourrait fausser les comptages.

La limite d'observation des porosités de petites tailles est directement liée au matériel employé. Les conditions expérimentales utilisées nous ont permis de quantifier l'ensemble des porosités ayant un diamètre supérieur à 5 μm .

La méthode amène quelques commentaires qui montrent qu'il faut rester très prudent avant d'énoncer une caractéristique intrinsèque à un échantillon à partir d'une analyse d'images. En effet, la détermination de la densité relative d'un échantillon par analyse d'images se base sur l'hypothèse que ce que nous observons sur une image 2D est représentatif de l'ensemble de l'échantillon. L'échantillonnage doit donc faire l'objet d'attention particulière. Cela est essentiel pour valider et généraliser les résultats obtenus à l'intégralité de la pièce analysée.

Nos observations montrent une répartition aléatoire des porosités de « petite » taille (diamètre $\leq 10\mu\text{m}$). À *contrario*, la répartition des porosités de « grande » taille (diamètre $> 10\mu\text{m}$) se fait de façon préférentielle en fonction de la stratégie de lasage. Par exemple, le choix du sens et de la zone de découpe de l'échantillon, la préparation de l'échantillon, ainsi que la zone considérée pour faire le comptage sont autant de paramètres qui peuvent influencer les résultats obtenus.

Le principe de l'analyse d'images est le suivant : tout d'abord, une image « réelle » est transformée en une image numérique par l'intermédiaire d'une caméra. Cette image numérique est constituée de pixels contenant des informations propres tels que l'intensité lumineuse ou la couleur, qui seront ensuite converties en niveau de gris. Les informations capturées dans chaque pixel sont codées en un niveau de gris spécifique, dont l'échelonnage peut être géré par l'utilisateur.

L'étape suivante, constituant le point clef du traitement d'image, est le seuillage. Il s'agit de la transformation de l'image numérique en une image binaire. Suivant le niveau de gris défini précédemment, chaque pixel est traduit soit en noir soit en blanc. La limite de séparation est définie par l'opérateur.

Ainsi, en jouant sur le niveau de seuillage, il est possible d'extraire l'aire propre aux porosités, dans la limite de résolution de l'appareil. Le ratio de cette aire extraite sur l'aire totale de l'image donne la densité relative de l'échantillon. La mesure de la densité relative de nos échantillons se heurte à un certain nombre de difficultés précisées ci-dessous.

L'analyse d'images sur coupe métallographique présente deux difficultés principales :

- Étudier une surface représentative du volume ;
- Limiter le nombre d'acquisitions d'images sur la surface, tout en étant représentatif de la surface globale. Ceci sera d'autant plus difficile dans le cas d'une distribution hétérogène des pores.

- **Influence du grossissement**

Le choix du grossissement d'acquisition de l'image a une importance à plusieurs niveaux. Tout d'abord, le grossissement employé détermine le nombre de pixels de l'image : plus il est faible, moins il y a de

pixels constituant une même surface, comme cela est schématisé sur la figure 2-10. A un grossissement X40, une surface S est composée d'une unique image tandis qu'à un grossissement X160, la même surface S est constituée de 16 images distinctes. La taille du pixel est fortement diminuée, ce qui permet de discerner les porosités de plus petites tailles, qui ne seraient pas discriminées à plus faible grossissement. Par ailleurs, plus le grossissement est important, plus longs sont l'acquisition et le traitement d'une même surface. Il est donc nécessaire de trouver le bon compromis qui permettra d'avoir la précision désirée en un temps acceptable.

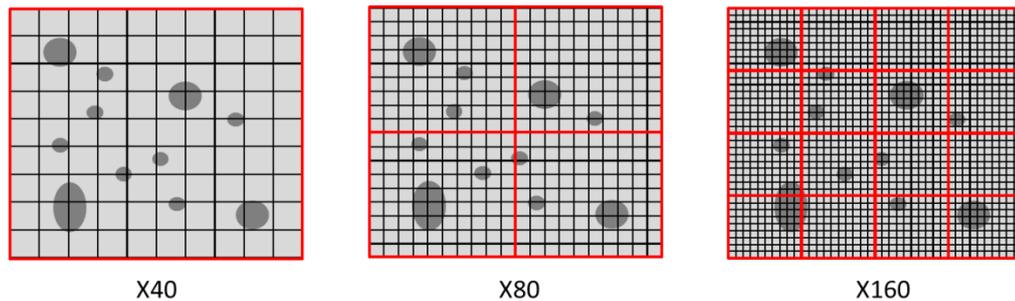


FIGURE 2-10 : INFLUENCE DU GROSSISSEMENT SUR LA TAILLE DES PIXELS

Afin de valider la procédure utilisée, nous avons cherché à voir l'influence du grossissement sur les niveaux de densité relative obtenus. Pour ce faire nous avons effectué des analyses d'images sur une même zone d'un échantillon, à trois grossissements différents (X40, X80 et X200). Le tableau 2-2 résume les résultats obtenus sur notre exemple.

TABLEAU 2-2 : INFLUENCE DU GROSSISSEMENT SUR LES NIVEAUX DE DENSITE RELATIVE DETERMINEE

| Grossissement | X 40 | X 80 | X 200 |
|---|---------|--------|--------|
| Nombre d'images nécessaires pour reconstruire la zone | 1 | 4 | 30 |
| Densité relative moyenne de la zone | 99,17 % | 99,14% | 99,00% |

Nous constatons que dans les 3 cas, les densités relatives déterminées sont du même ordre de grandeur mais présentent une tendance à diminuer lorsque le grossissement augmente, ce qui peut être attribué à la prise en compte de porosités de plus petite taille. Cependant, il est important de noter ici que, dans le cas du grossissement élevé, le balayage d'une même surface nécessite une reconstruction d'images. Cette étape constitue une source d'erreurs supplémentaire. Il est ainsi délicat, vu les très faibles écarts obtenus sur la même mesure de densité, de conclure sur une

éventuelle influence significative du grossissement de l'objectif. Il ne semble donc pas nécessaire ici d'utiliser de forts grossissements. Dans notre étude, un grossissement de 40 sera utilisé.

- **Influence du sens de coupe**

La figure 2-11 présente des coupes microscopiques prélevées dans deux sens (longitudinal et transversal) par rapport à l'axe de construction. Les zones analysées pour la détermination de la densité relative D_{rel} sont représentées par les cadres rouges en pointillés. On peut observer dans le sens transversal par rapport à l'axe de construction, l'existence de zones de concentration de grosses porosités directement liées au mode laser employé (cf. chapitre 3 § 5).

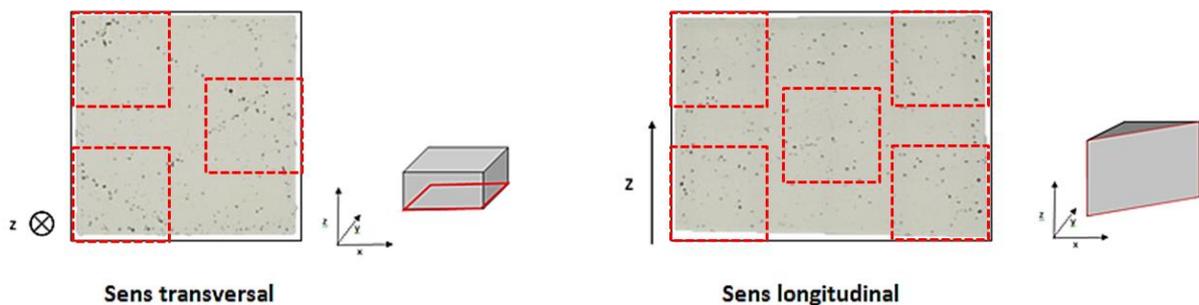


FIGURE 2-11 : INFLUENCE DU SENS DE COUPE SUR LA REPRESENTATIVITE DE L'ECHANTILLON.

Dans ce cas, il existe des variabilités de mesures non négligeables suivant la zone étudiée. Par exemple, si on réalise uniquement les mesures sur les zones délimitées par les pointillés rouges sur la figure 2-11, à un grossissement X40, la densité relative moyenne de l'ensemble des mesures des zones extraites est de 98,52%. Or, un calcul sur la totalité de la surface au même grossissement, conduit à une densité relative de 98,33%. Notons que pour analyser l'ensemble de la surface, il est nécessaire de définir plusieurs zones qui vont se recouvrir, ce qui entraîne une approximation supplémentaire. Là encore, il est délicat de conclure sur la nécessité d'étudier la surface totale de la section, d'autant plus que les deux valeurs obtenues sont proches. Les essais similaires menés sur la section dans le sens longitudinal montrent une variation encore moins marquée, les pores apparaissant étant répartis de façon plus homogène. La densité relative varie de 98,60% pour un calcul limité aux 5 zones définies sur la figure 0-11, à 98,67% dans le cas de la surface complète.

- **Représentativité volumique d'une image 2D**

Outre le sens de coupe, le choix de la zone de coupe peut également influencer sur les résultats obtenus en analyse d'images. Il est nécessaire de vérifier si les résultats de densité dépendent du positionnement de la section étudiée. Pour cela, une succession d'analyses d'images a été effectuée sur un même échantillon (cube de 15x15x15 mm³) suivant l'axe de construction z, après polissages successifs de la section transversale, depuis la transition support/pièce jusqu'à la surface supérieure. À chaque polissage on détermine la densité relative moyenne issue de 3 images telle que précédemment décrites. Les mesures ont été réalisées avec un pas de 0,5 mm près de la zone de transition support/pièce puis tous les 2,5mm. Le graphe en figure 2-12 rassemble les résultats.

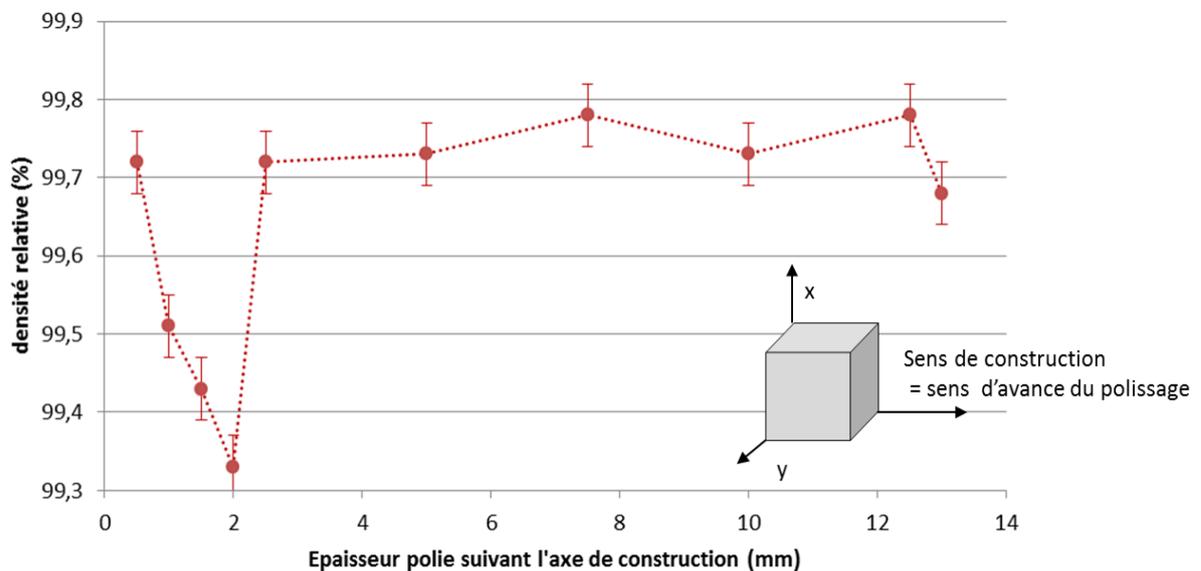


FIGURE 2-12 : EXEMPLE DE L'EVOLUTION DE LA DENSITE RELATIVE SUR UN ECHANTILLON SLM.

La variation de densité relative est très peu marquée, de 99,7% à 99,8% excepté près de l'interface support/pièce où les valeurs sont comprises entre 99,3% et 99,7%. Plusieurs questions se posent :

- Le pas choisi était-il suffisamment fin ?
- La diminution de densité relative observée près de la transition support/pièce est-elle liée à la stratégie de lasage ?

Ainsi, il est difficile de savoir si selon le choix fait quant à la zone de découpe, la représentativité volumique est assurée.

Le tableau 2-3 résume les avantages et inconvénients des 2 méthodes. Les incertitudes de la méthode d'analyse d'images nous poussent à choisir la méthode d'Archimède dans la suite de nos travaux pour déterminer la densité relative de nos échantillons. Cependant, la méthode d'analyse d'images n'est

pas écartée car elle permet de classer, en termes de tailles, les pores présents dans les échantillons (cf. chapitre 1 1.3.1). Elle ne permet cependant pas d'en étudier la morphologie précise. Pour ce faire, il sera nécessaire d'utiliser la tomographie (cf. chapitre 4).

TABLEAU 2-3 : AVANTAGES ET INCONVENIENTS DES DEUX METHODES DE DETERMINATION DE LA DENSITE RELATIVE

| | AVANTAGES | INCONVENIENTS |
|----------------------------|--|--|
| Méthode d'Archimède | <ul style="list-style-type: none"> - Information quantitative volumique ; - Pas de préparation particulière ; - Mesures rapides et répétables | <ul style="list-style-type: none"> - Pas d'information qualitative sur l'échantillon ; - Les porosités ouvertes ne sont pas prises en compte |
| Analyse d'images | <ul style="list-style-type: none"> - Informations qualitatives sur les porosités (dimensions, géométrie, répartition) | <ul style="list-style-type: none"> - Préparation longue de l'échantillon (découpe, polissage miroir) ; - Incertitudes sur la transposition en 3D de résultats obtenus à partir d'une surface ; - Nombreuses sources d'erreurs lors de la mesure ; - Mesures chronophages |

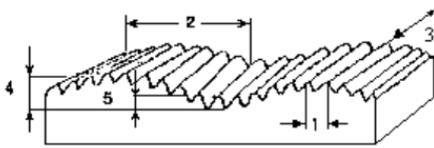
Les investigations menées pour appréhender la densité des pièces ont permis de discriminer les 2 méthodes. La méthode d'Archimède sera utilisée pour accéder à la densité globale de la pièce. L'analyse d'images, qui présente l'inconvénient d'être destructive, sera utilisée pour accéder à des informations concernant la localisation et la répartition des porosités.

2.2.2 Évaluation des états de surfaces

La qualité finale des surfaces représente un enjeu notable pour les pièces réalisées en fabrication additive. En effet, outre les simples aspects esthétiques, l'état de surface conditionne la tenue mécanique et la durabilité des pièces. Ainsi, afin d'éviter des traitements post-SLM (réusinage, HIP, etc.) il est nécessaire de pouvoir caractériser les états de surfaces obtenus, brut de SLM, afin de définir la paramétrie favorable à l'obtention d'une pièce avec le meilleur état de surface.

Le présent paragraphe a pour objectif de décrire le moyen utilisé pour obtenir des informations relatives aux états de surfaces de nos échantillons. Bien que la méthode employée s'apparente à de la

rugosimétrie, nous ne parlerons pas dans la suite de rugosité mais d'état de surface. Ce choix s'explique par le fait que les notions de rugosité usuelles R_a , R_t , R_z , S_a , S_z sont propres à l'usinage conventionnel et ont été définies pour les surfaces obtenues avec cette famille de procédé. Les surfaces réelles, aussi « parfaites » soient-elles, présentent des particularités qui sont l'empreinte de la méthode utilisée pour les obtenir (tournage, fraisage, meulage, polissage, etc.). Les surfaces ainsi produites apparaissent comme un ensemble d'irrégularités, d'espacements réguliers ou irréguliers, et tendent à former un motif ou une texture caractéristique dans son extension comme illustré par la figure 2-13. Dans cette texture de surface, on distingue deux composantes distinctes : la rugosité et l'ondulation.



- 1- Extension de rugosité.
- 2- Extension d'ondulation.
- 3- Orientation des sillons.
- 4- Amplitude d'ondulation.
- 5- Amplitude de rugosité (hauteur crête-vallée).

FIGURE 2-13 : RUGOSITE ET ONDULATION CONVENTIONNELLES.

La rugosité (ou texture primaire) est formée par des rainures ou des marques laissées par les agents qui attaquent la surface dans le processus d'usinage (outil, particules abrasives, action chimique, etc.). Elles se superposent au profil d'ondulation. Les espaces entre les crêtes varient de 4 à 50 fois la profondeur de la vallée.

L'ondulation (ou texture secondaire) est l'ensemble des irrégularités répétées dans des longueurs d'ondes d'amplitudes supérieures et qui peuvent survenir du fait des différences de mouvements de la machine-outil, de déformations par traitement thermique, de la présence de contraintes résiduelles de forgeage ou de coulée, etc. Les espacements entre les vagues (compressions d'ondulation) peuvent être de 100 à 1000 fois leur amplitude.

Les états de surfaces obtenus brut de SLM sont peu comparables à cette description. En effet, bien que l'on puisse retrouver la notion d'ondulation suivant l'axe de fabrication, due à l'empilement successif des couches fusionnées (e sur la figure 2-14), celle de rugosité telle que décrite précédemment (présence de rainures) ne peut pas s'appliquer. En effet comme schématisé sur la figure 2-14 et illustré sur la figure 2-15, il n'existe pas de motifs réguliers tels que des sillons. Au contraire, les défauts de planéité des faces latérales observés sont principalement dus à la présence de particules de poudres, de défauts de fusion, etc., répartis de façon aléatoire.

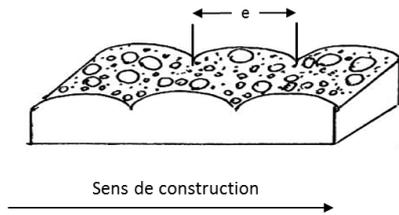


FIGURE 2-14 : SCHEMA D'UNE SURFACE LATÉRALE BRUT DE SLM.



FIGURE 2-15 : RECONSTITUTION 3D D'UNE SURFACE LATÉRALE BRUTE DE SLM.

Les mesures d'état de surface, basées sur des mesures de R_a , ont été réalisées à l'aide d'un profilomètre laser *Altisurf 500* sur l'ensemble des échantillons en suivant le même protocole de mesure. Seules les faces latérales (Nord, Est, Sud et Ouest sur la figure 2-16) ont été testées car aucun traitement laser n'est effectué dessus lors de la fabrication. Les faces sont repérées par rapport à leur position vis-à-vis du flux de gaz et du recoater. Ainsi l'Est fait directement face aux flux de gaz (entrée du flux), l'Ouest est dirigé vers la sortie du flux de gaz. La face Sud est le côté du cube orienté vers la porte de la chambre de construction.

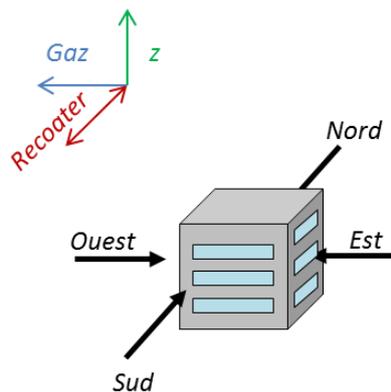


FIGURE 2-16 : REPERE RELATIF DES ECHANTILLONS DANS LA MACHINE SLM

Sur chaque face, 3 scans de 1mm par 10 mm ont été faits. Les données sont traitées avec le logiciel *PaperMap (Altisurf)*. A partir des scans réalisés, on extrait un profil moyen suivant la normale au sens de construction de la pièce (figure 2-17). Les paramètres de rugosité standards sont alors déterminés. Après plusieurs tests comparatifs et sachant que le R_a attendu sur nos échantillons est supérieur à $6\mu\text{m}$, nous avons décidé d'appliquer un filtre gaussien avec une longueur de cut off de 8mm. Cette méthode est très chronophage. On estime le temps nécessaire à la réalisation d'un scan à environ une heure trente, soit 18 heures pour effectuer l'ensemble des scans sur un échantillon.

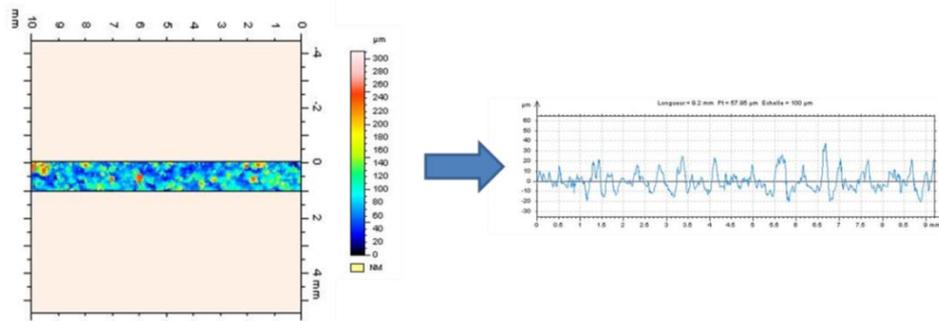


FIGURE 2-17 : EXTRACTION D'UN PROFIL MOYEN A PARTIR D'UNE ZONE SCANNEE

2.2.3 Étude de la microstructure et micro-analyse

Les pièces fabriquées par SLM présentent une organisation multi-échelle, témoignant de l'histoire complexe de sa formation (fusion laser, poudre initiale, histoire thermique etc.). Ainsi, plusieurs niveaux d'observation et d'analyse ont été nécessaires pour décrire la microstructure de nos pièces dans sa globalité.

- **Microscopie optique**

L'objectif des observations au microscope optique est d'étudier la répartition des phases et des constituants métallographiques liée à la stratégie de lasage. La première étape consiste en une préparation soignée des échantillons. Nous avons déjà discuté au paragraphe précédent de l'importance du sens de découpe des échantillons pour l'observation des porosités. Il en est de même pour l'étude de l'organisation des phases métallographiques, comme nous le verrons par la suite. Deux sens de prélèvements sont effectués (figure 2-11), transverse et longitudinal, par rapport à l'axe de construction. Les échantillons sont ensuite enrobés à froid dans de la résine époxy. Un polissage mécanique est réalisé, allant du papier SiC P300 jusqu'à un polissage de finition à la silice colloïdale sur un support en feutre. L'objectif est d'obtenir des échantillons parfaitement plans avec un poli miroir. Enfin, afin de révéler la microstructure, plusieurs réactifs d'attaque chimique ont été testés. Nous avons retenu le réactif de Keller qui permet d'obtenir les contrastes nécessaires et suffisants pour nos observations. Deux moyens d'observation sont utilisés : un microscope optique *Olympus PMG3* qui, combiné au logiciel *Stream*, permet une observation fine de certains constituants (figure 2-18), et un microscope numérique *KEYENCE VHX200* associé à un objectif *Z20U* qui, grâce à la réalisation de compilations 2D ou 3D d'images, permet une vision globale de sections entières de l'échantillon (figure 2-19).

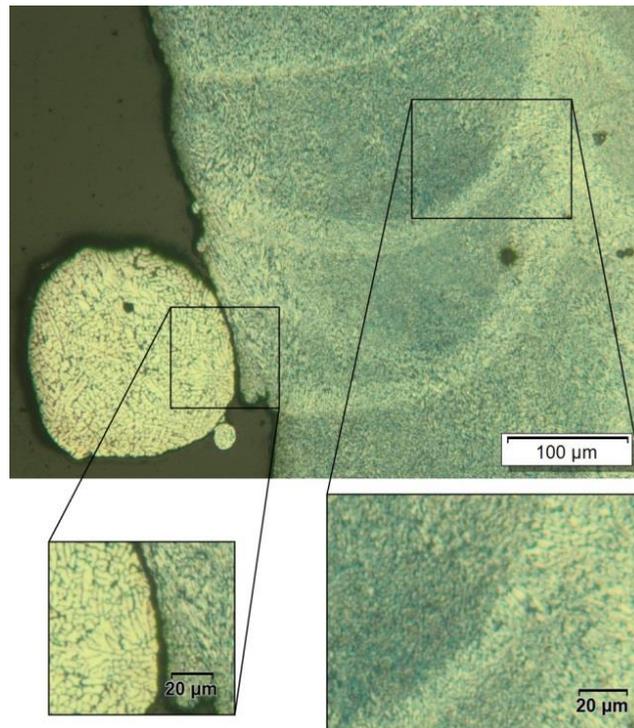


FIGURE 2-18 : EXEMPLE D'OBSERVATION AU MICROSCOPE OLYMPUS (ALSi7Mg0,6)

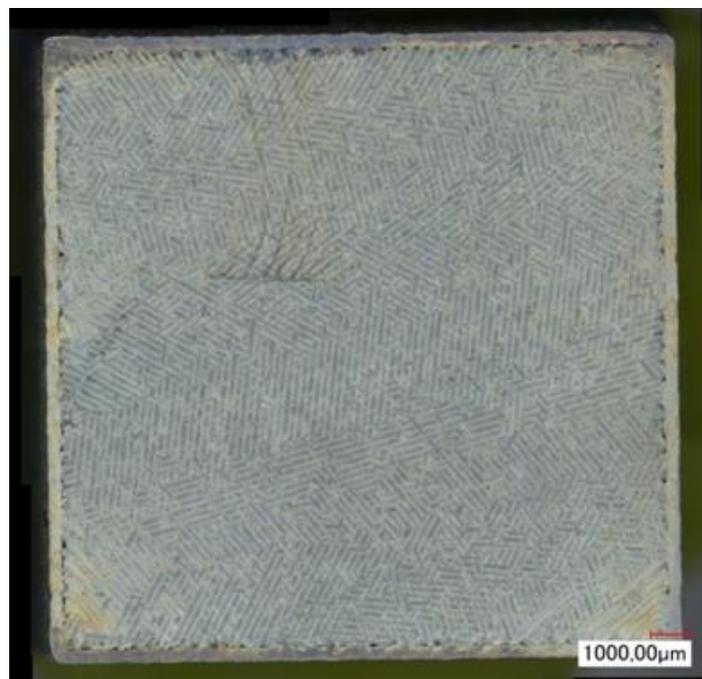


FIGURE 2-19 : EXEMPLE DE COMPILATION 2D AU KEYENCE SUR UNE COUPE TRANSVERSALE (ALSi7Mg0,6)

- **Microscopie Électronique à Balayage (MEB)**

Grâce à une résolution beaucoup plus importante que les microscopes optiques, le MEB nous permet d'observer les microstructures à une échelle plus fine. Deux types de détecteurs sont utilisés : un détecteur à électrons secondaire (SE), qui permet l'observation des différentes phases par contraste topologique, et un détecteur à électrons rétrodiffusés (BSE), sensible à la fois au contraste topologique mais aussi au contraste de composition chimique. La figure 2-20 présente un exemple d'images avec les 2 détecteurs sur une même zone d'étude.

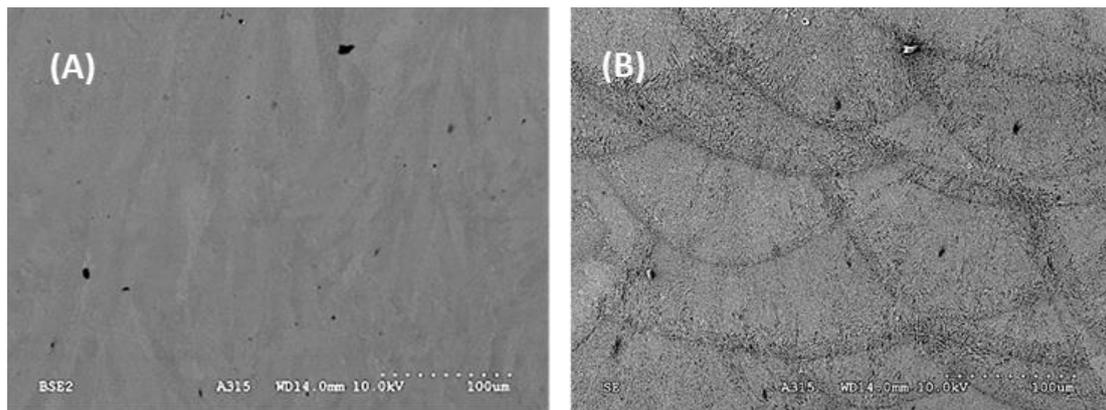


FIGURE 2-20 : EXEMPLE D'OBSERVATION PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE A BALAYAGE (A) BSE, (B) SE (ALSi7Mg0,6)

Le MEB offre également la possibilité de faire des observations avec une forte profondeur de champs, ce qui le rend adapté aux études de faciès de rupture, dont on peut observer un exemple sur la figure 2-21.

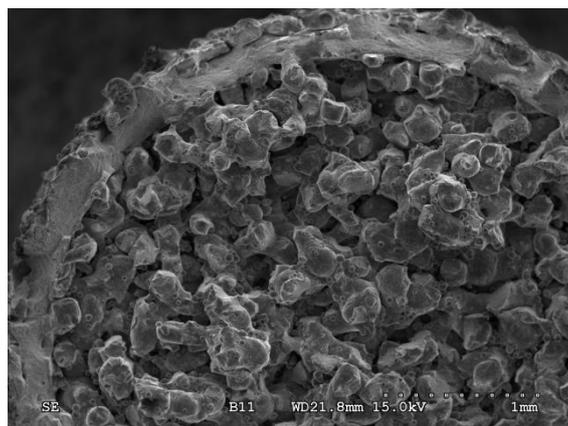


FIGURE 2-21: EXEMPLE D'OBSERVATION DE FACIES DE RUPTURE AU MEB

Les 2 matériels utilisés lors de ce travail sont un MEB *Hitachi 3000N* (filament W) et un FEI QUANTA 250 à cathode chaude (FEG), ce dernier présentant une bien meilleure résolution.

- **Microanalyses**

Afin d’avoir une idée de la composition finale des pièces fabriquées par SLM et ainsi connaître les éléments en présence post-production, nous avons fait le choix de faire de la microanalyse sur les échantillons fabriqués. L’objectif de ces microanalyses est d’avoir dans un premier temps une information qualitative sur la composition chimique de l’alliage formé par SLM.

Deux techniques d’analyse élémentaire ont été utilisées : la spectrométrie de rayons X à dispersion d’énergie et la spectroscopie d’électrons Auger.

- ♦ **Spectroscopie de rayon X à sélection d’énergie (EDX)**

La rencontre entre le faisceau électronique incident et les atomes de la surface de l’objet génère des photons X, captés par un détecteur, chaque émission correspondant à une transition électronique entre niveaux d’énergie de cœur de l’atome ; un élément donné émet des photons X caractérisés par leur énergie. Nous utilisons un détecteur SDD *Bruker série X flash 6/10*, associé au MEB *Hitachi 3000N*, de résolution de 129 eV, qui ne détecte pas les éléments plus légers que le Bore (H, Ge, Li, Be).

La figure 2-22 schématise les interactions électrons/matière lorsqu’un faisceau électronique est envoyé sur la surface d’un matériau, ainsi que les volumes d’émission des produits de ces interactions.

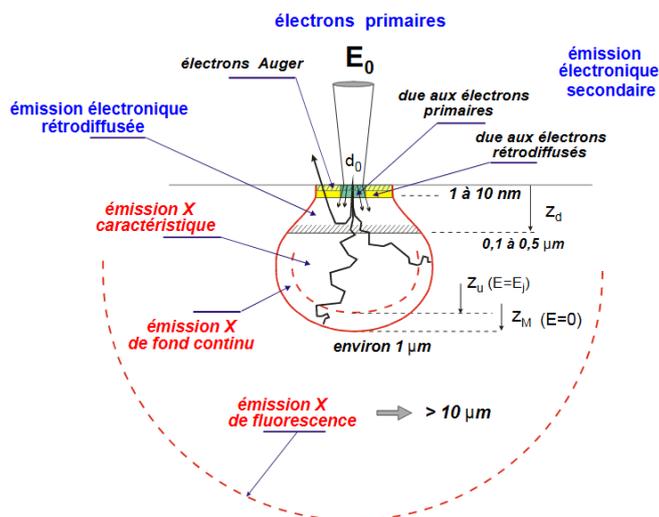


FIGURE 2-22 : RESOLUTIONS SPATIALES SELON LE SIGNAL ANALYSE (OU POIRE D’INTERACTION)
 [GNMEBA, 2006]

On peut observer que le volume de matière relatif à l'émission de photons X caractéristiques est important (de l'ordre du μm^3). Ce volume dépend de la tension d'accélération des électrons primaires envoyés sur l'échantillon et du numéro atomique des éléments analysés. A titre d'exemple, pour une tension d'accélération de 15kV (tension classiquement employée pour l'observation et l'analyse d'alliages d'aluminium), la hauteur minimale de la poire d'interaction pour l'aluminium est de $2,4\mu\text{m}$, et de $2,8\mu\text{m}$ pour le silicium. Malgré la possibilité de diminuer la tension d'accélération, une autre technique d'analyse a donc du être envisagée pour accéder à des informations concernant des particules fines, présentes dans nos échantillons (figure 2-23).

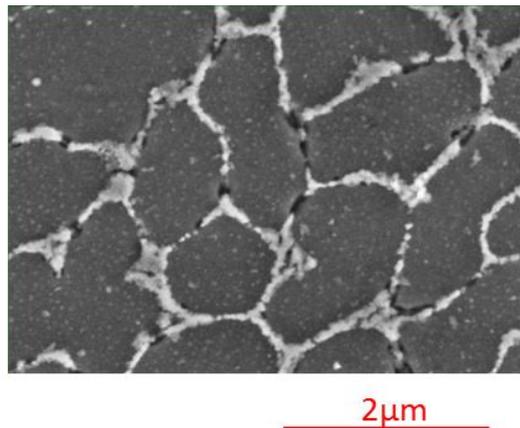


FIGURE 2-23 : EXEMPLE DE DIMENSIONS DE PRECIPITES A ANALYSE SUR DES PIECES EN ALLIAGE D'ALUMINIUM ISSUES DU SLM

♦ **Spectroscopie d'électrons Auger (AES)**

La spectroscopie d'électrons Auger présente l'avantage d'avoir une excellente résolution spatiale en largeur et en profondeur. Elle est donc bien adaptée pour analyser les éléments en surface d'un matériau, effectuer des profils en profondeur ou des profils en ligne sur une interface. Le principe des mesures consiste à recueillir les électrons Auger émis par une surface bombardée par des électrons. Les électrons Auger détectables proviennent des couches atomiques très proches de la surface du matériau (figure 2-22). Tous les éléments peuvent être analysés à partir du béryllium. L'analyse est semi-quantitative et particulièrement sensible pour les éléments légers.

La sonde Auger *PHI 710* que nous avons utilisée, est équipée d'un canon à ions Argon, ce qui permet de faire des profils de concentration par décapage et de réaliser des profils en ligne ou des cartographies élémentaires. La résolution en profondeur est de 5 nm et le diamètre de sonde est de 10 nm.

- **Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)**

L'analyse EBSD (de l'anglais *Electron BackScatter Diffraction*) est une technique de cristallographie locale, basée sur l'exploitation des diagrammes de diffraction des électrons rétrodiffusés. Elle permet de relier la cristallographie à la microstructure de l'échantillon. À partir de l'interaction entre un faisceau d'électrons et la surface d'un échantillon cristallin, on obtient des diagrammes de diffraction appelés diagrammes de Kikuchi (figure 2-24).

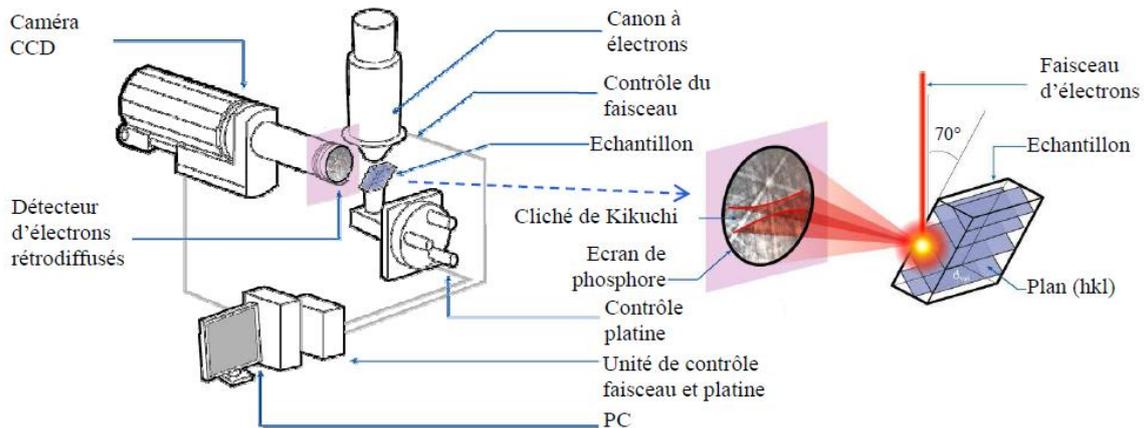


FIGURE 2-24 : PRINCIPAUX COMPOSANT D'UN SYSTEME D'ACQUISITION EBSD [BARBIER, 2015]

Un faisceau d'électrons est focalisé sur la surface de l'échantillon à analyser. L'interaction électron-matière va provoquer la diffusion inélastique d'une partie des électrons pour former une source divergente d'électrons dans l'échantillon. Une petite fraction de ces électrons va donc diffracter sur les plans cristallins en répondant à la loi de Bragg (2.6) :

$$n\lambda = 2 d \sin(\theta) \quad (2.6)$$

où n est l'ordre de diffraction, λ la longueur d'onde des électrons, d la distance inter-réticulaire et θ l'angle d'incidence des électrons sur les plans diffractant, ou angle de Bragg. Les électrons diffractent selon des cônes de diffraction, aussi appelés cônes de Kossel. L'intersection des cônes de Kossel avec un dispositif de détection, tel qu'un écran phosphorescent, forme un diagramme de Kikuchi. La diffraction des électrons sur un plan cristallin s'effectue suivant deux cônes très ouverts. En raison de la forte énergie du faisceau d'électrons et de la petite dimension des angles de diffraction, les hyperboles apparaissent comme deux lignes parallèles, formant une bande dite bande de Kikuchi. La ligne centrale de cette bande correspond à la projection du plan diffractant sur l'écran. Tous les plans diffractant vont former une telle bande, constituant ainsi un diagramme de diffraction. L'indexation cohérente de l'ensemble des bandes de Kikuchi permet la détermination de l'orientation du grain par rapport à un repère lié à l'échantillon. En balayant ainsi un échantillon, il est possible de réaliser une

cartographie de celui-ci et de relier sa microstructure à sa cristallographie (figure 2-25). On peut ainsi déterminer, par exemple, d'éventuelles orientations cristallines préférentielles de grains, révélateur d'un caractère anisotrope.

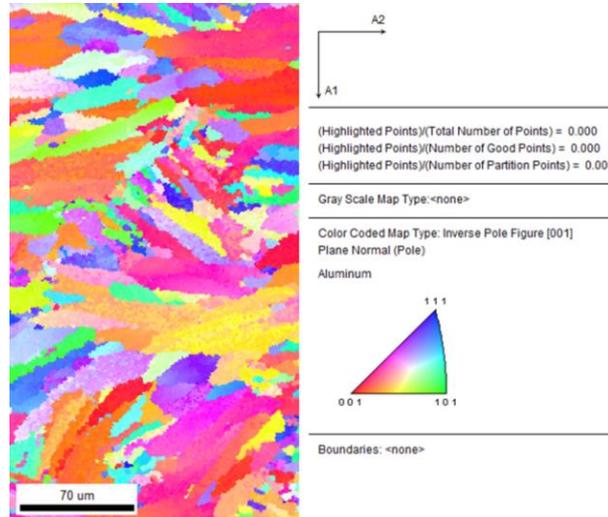


FIGURE 2-25 : EXEMPLE D'UNE CARTOGRAPHIE EBSD (AlSi7Mg0,6)

D'un point de vue expérimental, la réalisation d'analyses EBSD exige une préparation d'échantillon « parfaite », l'analyse se faisant à la surface de l'échantillon (quelques dizaines de nanomètres). L'échantillon est mis en place dans un MEB et est incliné de sorte que l'angle formé entre sa surface et le faisceau d'électrons soit égal à 70° (angle permettant l'obtention de diagrammes de diffraction distincts du fond continu). Il est donc impératif de disposer d'un échantillon parfaitement plan et exempt au maximum de défauts tels des rayures ou porosités, qui pourraient créer des zones d'ombres et ainsi perturber les mesures. De plus il est impératif de ne pas écrouir la surface à analyser lors de la préparation de l'échantillon, afin de s'assurer que la microstructure étudiée soit bien représentative de l'échantillon et non d'un défaut induit par le polissage. Dans notre cas, un polissage électrolytique des pièces a été nécessaire afin que l'état de surface nous permette d'obtenir des diagrammes de diffraction exploitables. L'analyse est réalisée dans les 24h suivant ce polissage afin de réduire les risques d'oxydation de la surface analysée. Nous avons utilisé un système installé sur un MEB ZEISS EVO50 (LaB₆).

2.2.4 Tomographie

La tomographie par absorption de rayons X est une technique de contrôle non destructive qui permet la reconstruction d'images « en coupe » d'un objet à trois dimensions [THIERY, 2013]. Cette caractérisation tridimensionnelle permet de décrire les phénomènes physiques intervenant à des

échelles locales et leur implication sur les propriétés. D'abord développée dans le domaine médical cette technique s'est élargie au secteur industriel. Avec le développement des moyens informatiques et optiques, une résolution de l'ordre du micron peut être aujourd'hui obtenue [BARUCHEL, 2006].

Le tomographe utilisé est un micro-tomographe *Versa 500 Zeiss* de haute résolution, qui permet des acquisitions avec des pixels pouvant atteindre 0,15 μm et des tensions jusqu'à 160kV. Le tomographe aux rayons X est basé sur la loi de Beer-Lambert, qui pour un faisceau d'énergie de photons E, donne le nombre de photons transmis N_1 en fonction du nombre de photons incidents N_0 . Le rapport entre N_1 et N_0 dépend du coefficient d'absorption μ des matériaux le long du trajet S. On a donc la relation suivante (2.7) :

$$\frac{N_1(E)}{N_0(E)} = \exp \left[- \int_S \mu(S) dS \right] \quad (2.7)$$

La variation de μ suivant la position le long de S est à l'origine du contraste détecté en radioscopie d'absorption des rayons X. Chaque point d'un détecteur placé derrière un objet irradié reçoit un nombre de photons dépendant du chemin traversé. Le volume en 3D de l'éprouvette est obtenu par l'utilisation des projections de μ contenant des informations sur la microstructure, à l'aide d'un algorithme de reconstruction tel qu'illustré sur la figure 2-26.

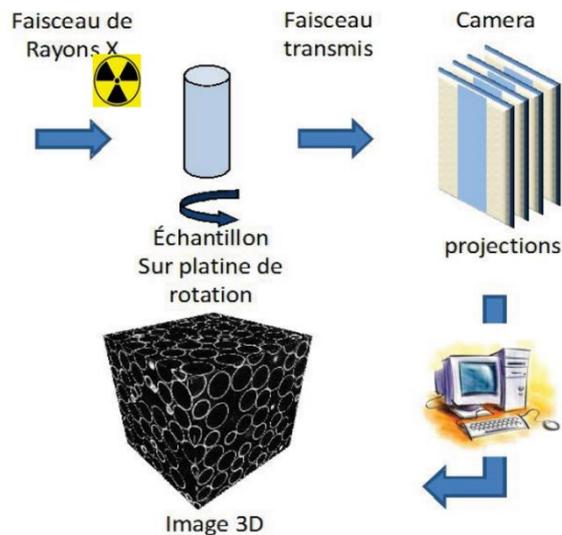


FIGURE 2-26 : PRINCIPE DE LA TOMOGRAPHIE AUX RAYONS X [ZHANG, 2012]

Ainsi la tomographie est un moyen de caractérisation non destructive permettant la mise en évidence des porosités au sein des matériaux mais également l'étude éventuelle des microstructures (par exemple les ségrégations au niveau des joints de grain). Les applications dans le cadre de la fabrication additive sont donc prometteuses pour l'avenir, notamment d'un point de vue industriel. La figure 2-27 présente un exemple concret d'analyse tomographique faite sur des pièces en alliage de nickel fabriquées par SLM [TURNER, 2018]. La tomographie a permis d'étudier la répartition et de la géométrie des porosités au sein de nos pièces.

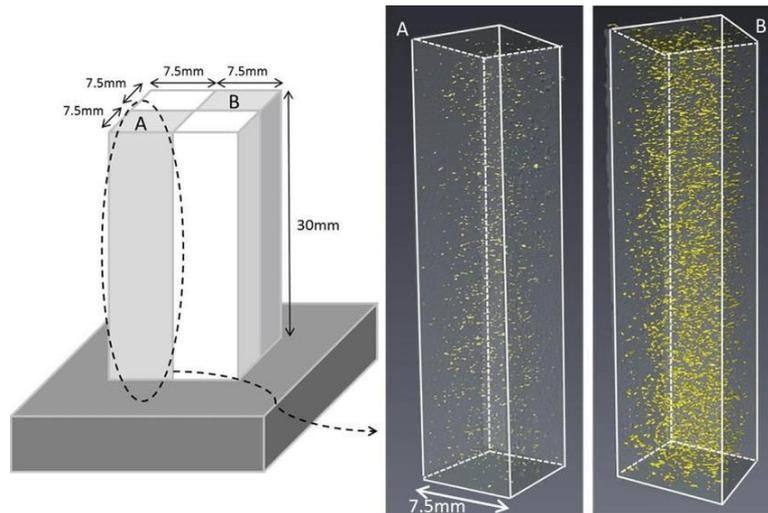


FIGURE 2-27 : EXEMPLE D'OBSERVATION DE POROSITES SUR DES PIECES FABRIQUEES PAR SLM

[TURNER, 2018]

2.2.5 Caractérisations mécaniques

Dans cette étude, trois types d'essais mécaniques ont été utilisés pour caractériser les différents alliages d'aluminium fabriqués par SLM : la dureté Vickers, la traction uni-axiale simple et la traction en charge/décharge uni-axiale.

a) Dureté Vickers

La mesure de la dureté d'un échantillon est un moyen rapide pour obtenir des premières informations sur les propriétés mécaniques d'un matériau. Lors de l'essai de dureté Vickers, basé sur une méthode optique, on mesure la taille de l'empreinte laissée par le pénétrateur après l'application d'un effort. Pour une force d'essai définie, plus l'empreinte est grande, plus le matériau testé est tendre.

Pour la détermination de la dureté Vickers (HV) selon la norme ISO 6507, le pénétrateur pyramidal en diamant (avec un angle au sommet entre faces de 136°) est pressé avec une charge d'essai définie contre un échantillon. La dureté Vickers HV est le quotient de la force d'essai appliquée F et de la surface de l'empreinte rémanente sur l'échantillon. Pour le calcul de la surface de l'empreinte pyramidale rémanente, on utilise la valeur moyenne des deux diagonales de l'empreinte Vickers, leur base n'étant souvent pas exactement carrée.

Nos essais de dureté sont effectués sur un appareil *Macrovicker 5114 Buehler*, sous une charge de 5kg.

b) Traction uni-axiale

Sous l'action des contraintes les matériaux se déforment en passant par différents états successifs : élasticité, plasticité et rupture. Il est intéressant pour caractériser un matériau de déterminer des grandeurs telles que le module de rigidité E (ou module d'Young), la limite d'élasticité σ_e , ou encore la contrainte à la rupture σ_R .

Les essais de traction uni-axiale sont réalisés sur une machine MTS RF100. Suivant le matériau testé, la machine est équipée d'un capteur d'effort de 30 kN ou de 100kN. Une géométrie d'éprouvette particulière est utilisée, représentée sur la figure 2-28. En effet, profitant de l'avantage qu'offre la fabrication additive sur la conception de pièce, nous avons décidé de concevoir un type d'éprouvette spécifique pour nos essais. Il s'agit d'altères de traction ayant une zone utile cylindrique de diamètre de 5mm (standard pour la traction des métaux) et des extrémités plates pour la prise dans les mors. L'objectif est de diminuer le risque de glissement de l'éprouvette lors de l'essai, en augmentant la surface de contact entre les mors et l'éprouvette.

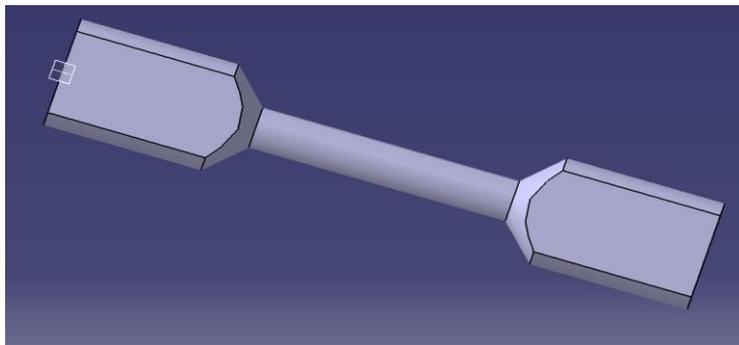


FIGURE 2-28 : GEOMETRIE DES EPROUVETTES DE TRACTIONS SLM TESTEES

Sauf cas particuliers, les essais de traction standard ont été réalisés à une vitesse de déplacement de $0,5 \text{ mm.min}^{-1}$. D'autres vitesses de déplacement ont été testées et seront discutées au chapitre 5. La déformation est mesurée à l'aide d'un extensomètre à lame MTS de longueur utile 20mm, monté sur l'éprouvette comme représenté sur la figure 2-29.

Les éprouvettes standard testées sont brutes de fabrication SLM. Aucun traitement thermique ni surfaçage ne sont réalisés sur ces éprouvettes. Toutes les éprouvettes de traction testées dans ces travaux ont été fabriquées suivant l'axe de construction.



FIGURE 2-29 : MONTAGE DES EPROUVETTES SLM POUR LES ESSAIS DE TRACTION UNI-AXIALE.

c) Essai en charge-décharge uni axiale

Les alliages d'aluminium, comme tous les métaux, ont un comportement élastique linéaire, directement lié à l'équilibre des forces de liaisons interatomiques. La déformation est indépendante du temps et est donc proportionnelle aux forces extérieures appliquées. La figure 2-30 représente une courbe de traction standard obtenue sur nos éprouvettes en alliage d'aluminium élaborées par SLM suivant le protocole décrit précédemment. Généralement, sur ce type de matériau, la limite d'élasticité, qui correspond à la transition entre les comportements élastique et plastique du matériau, se situe proche du point d'inflexion de la courbe. Or, dans le cas présent, on constate que la partie à gauche du point d'inflexion, qui devrait correspondre à la zone élastique du matériau, n'est pas linéaire. Nous discuterons de ce point au chapitre 5.

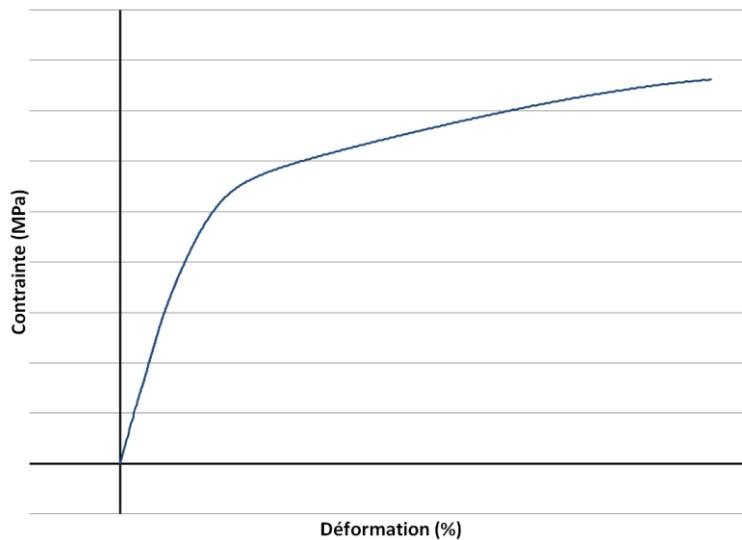


FIGURE 2-30 : COURBE DE TRACTION STANDARD OBTENUE SUR DES PIÈCES EN ALLIAGE D'ALUMINIUM FABRIQUÉES PAR SLM

La limite d'élasticité de nos matériaux issus du procédé SLM est alors déterminée par des essais de traction en chargement-déchargement. L'essai consiste à appliquer une série de chargements et de déchargements au matériau et de suivre la réponse du matériau. Dans notre cas la déformation ϵ est imposée pour une vitesse constante de $0.5\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$. La répétition de cycles de charge-décharge pour des niveaux de sollicitation croissants permet donc de déterminer la limite d'élasticité σ_E (ou σ_0) comme illustré sur la figure 2-31.

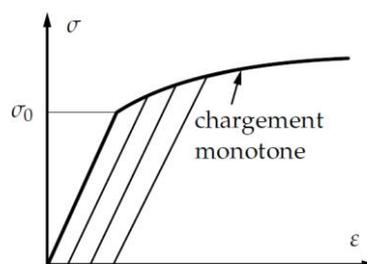


FIGURE 2-31 : REPONSE A UNE SERIE DE CHARGES-DECHARGES CONSECUTIVES [OUDIN, 2015]

Les essais sont effectués sur le même équipement que celui utilisé pour les tractions simples uniaxiales. Le même type d'éprouvettes est testé, celles-ci étant prélevées dans les mêmes conditions.

2.3 Simulation numérique

Comme nous le verrons plus en détail dans le chapitre 3, le moyen de production dont nous disposons est une machine *SLM 208^{HL}*, machine de type « industrielle » qui n'offre aucun moyen de mesure ou

d'estimation de la température sur la pièce en cours de fabrication. L'objectif principal des travaux de simulation réalisés dans le cadre de la thèse consiste à décrire l'histoire thermique lors du dépôt d'une couche de poudres sur le substrat : cette histoire thermique permettra de corrélérer certaines observations expérimentales en termes de santé matière ou de microstructures et d'être un outil prédictif comme nous le verrons dans le chapitre 4.

Le modèle thermique est mis en place à l'aide du code de calcul par éléments finis *Abaqus CAE Standard*. La géométrie est simple et se décompose de deux parties : le « substrat », représentatif du plateau de construction, et la « couche », représentative de la poudre déposée lors de l'étalement de la première couche de fabrication. Les éléments finis choisis sont des éléments iso paramétriques linéaires 3D à 8 nœuds de type DC3D8. Aux limites du domaine, nous avons des conditions de rayonnement et de convection exprimées par le flux φ (2.10) sur l'ensemble des limites sauf sur la face inférieure du substrat dont la température est imposée du fait du préchauffage du plateau (figure 0-34). Initialement, le substrat et le lit de poudres sont à la même température, à savoir la température de préchauffage du plateau.

$$\varphi = h(T - T_0) + \varepsilon\sigma(T^4 - T_0^4) \quad (2.10)$$

avec λ la conduction thermique du matériau ($\text{W.m}^{-1}.\text{s}^{-1}$), h le coefficient d'échange de chaleur ($\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$), ε l'émissivité du matériau et σ la constante de Stefan-Boltzmann ($5,67.10^{-8} \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-4}$).

Initialement, les deux parties substrat et couche sont présentes, avec respectivement les propriétés thermiques de l'alliage d'aluminium à l'état solide et celles de la poudre. Pour rappel, les propriétés matériaux des poudres ont été déterminées expérimentalement au cours de la thèse via les méthodes de caractérisations décrites précédemment. La source de chaleur, représentative de notre laser, se déplace sur la couche de poudres. Cette mobilité est modélisée par la subroutine DFLUX codée en fortran. Lorsque la source de chaleur entre en contact avec des éléments « couches », un système d'activation des éléments a été mis en place à l'aide de la subroutine USDFLD afin de modifier les propriétés thermo-physiques du matériau lorsqu'il évolue de l'état poudre à l'état de solide continu en passant par l'état liquide (figure 2-32). Plus précisément, lorsque la source laser arrive à proximité d'un élément, la température dans ce dernier augmente ; lorsque la température d'un des points d'intégration de l'élément atteint la température de solidus de l'alliage, les propriétés de l'élément passent alors des propriétés de la poudre aux propriétés de l'alliage ; dans toute la suite du calcul, ces propriétés seront maintenues, le matériau ne pouvant bien sûr jamais repasser à l'état de poudres.

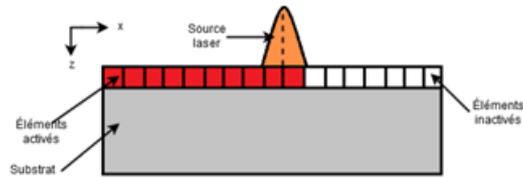


FIGURE 2-32 : SCHEMATISATION DE LA STRATEGIE D'ACTIVATION DES ELEMENTS EMPLOYEE

Les distributions spatiales et temporelles des champs de température suivent l'équation de la chaleur

(2.8) :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} - \nabla \cdot (\lambda \nabla T) = 0 \quad (2.8)$$

avec ρ la masse volumique du matériau ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$), C_p la chaleur spécifique ($\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$), λ la conduction thermique du matériau ($\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$), T la température de la poudre (K) et t le temps (s).

Les conditions aux limites imposées sont schématisées sur la figure 2-33.

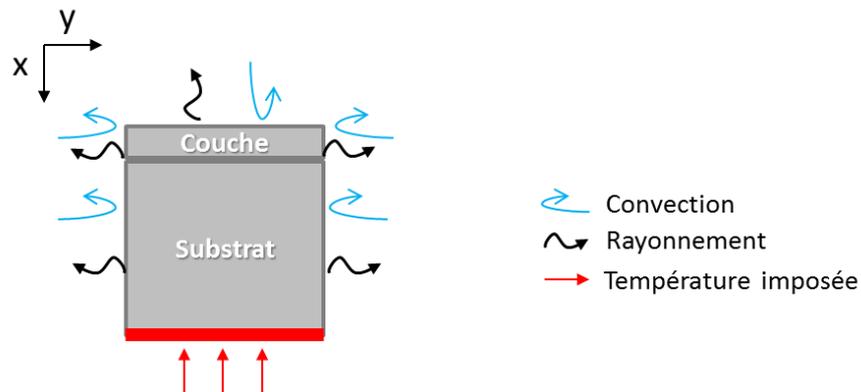


FIGURE 2-33 : CONDITIONS AUX LIMITES DU DOMAINE D'ETUDE

Le flux de chaleur apporté par le laser est modélisé par une source surfacique de distribution gaussienne et s'écrit sous la forme (2.11) :

$$q = \frac{2AP}{\pi r_b^2} e^{-2\frac{r^2}{r_b^2}} \quad (2.11)$$

Avec A l'absorptivité d'énergie laser du matériau, P la puissance du laser (W), r_b le rayon du spot laser (m) et r la distance radiale (m).

Dans le cadre de la thèse, nous nous intéresserons particulièrement aux dimensions des bains de fusion obtenus en fonction de la paramétrie laser appliquée. Les résultats numériques seront comparés aux tests expérimentaux (cordons monocouches).

Conclusions

Pour appréhender les phénomènes mis en jeu lors du procédé SLM et leurs conséquences sur le matériau fabriqué, l'utilisation de nombreuses techniques pour la caractérisation de la poudre initiale jusqu'au produit final est nécessaire. Le choix des caractérisations a permis d'orienter les travaux de la thèse dans le but d'obtenir une première compréhension et/ou observations des phénomènes et ainsi de pouvoir émettre de premières hypothèses sur les voies d'amélioration du procédé SLM appliqué aux alliages d'aluminium sur notre machine SLM 280^{HL}. De plus, certaines manipulations expérimentales, notamment sur les poudres, ont permis d'alimenter une base de données matériau propre, qui permettra en particulier d'alimenter les données nécessaires à nos travaux de simulation numérique du procédé. Les résultats obtenus et les interprétations déduites constituent la suite de ce manuscrit.

Chapitre 3

Étude du moyen d'élaboration SLM 280^{HL}

| | |
|--|-----|
| 3.1. Moyen de mise en œuvre : SLM 280 ^{HL} | 88 |
| 3.1.1 La machine et son environnement | 88 |
| 3.1.2 La matière première | 94 |
| 3.1.3 La paramétrie | 96 |
| 3.2. Étude de la matière première | 100 |
| 3.2.1 Répartition granulométrique et étalement de la poudre | 100 |
| 3.2.2 Évolution de la poudre lors de la production | 105 |
| 3.3. Étude de la répétabilité des productions sur SLM 280 ^{HL} | 107 |
| 3.3.1 Démarche expérimentale | 107 |
| 3.3.2 Répétabilité des densités relatives | 108 |
| 3.3.3 Répétabilité des propriétés mécaniques | 108 |
| 3.4. Étude de la zone de construction | 110 |
| 3.4.1 Plateau expérimental | 110 |
| 3.4.2 Influence du positionnement sur le plateau sur la densité relative | 111 |
| 3.4.3 Influence du flux de gaz sur les projections | 112 |
| 3.4.4 Influence du flux de gaz sur les états de surfaces | 113 |
| 3.4.5 Influence du positionnement sur les propriétés mécaniques | 116 |
| 3.5. Choix du mode laser | 116 |
| Conclusions | 118 |

L'objectif de ce chapitre est d'étudier le moyen de production qui a servi de base à mon étude, à savoir une machine SLM280HL. Après avoir listé les principales composantes de ce moyen de mise en œuvre, nous présenterons différentes observations et constatations qui ont été faites sur la machine lors de fabrications « standards ». Cette prise en main de la machine a été menée avec des alliages d'aluminium mais l'ensemble des résultats est transposable à la mise en œuvre de tout type de matériau métallique avec cette machine.

3.1. Moyen de mise en œuvre : SLM 280^{HL}

3.1.1 La machine et son environnement

Dans le cadre de la thèse, les travaux sont menés sur une machine SLM 280HL (SLM Solution) dont le principe de fonctionnement est schématisé sur la figure 3-1. Cette machine utilise un laser IPG Yb:fiber de longueur d'onde $\lambda = 1070$ nm et d'une puissance nominale de 400W. La matière première est stockée dans un réservoir situé au-dessus du niveau de la zone de construction. Le recoater est chargé par gravité, avec la quantité nécessaire à la dépose de deux couches sur la zone de construction. La poudre est ensuite étalée en couche mince et uniforme sur la surface de construction via un système de recouvrement. Les pièces sont construites sous un flux d'argon, principalement afin d'éviter le phénomène d'oxydation lors de la fusion laser. La quantité d'oxygène présent dans la chambre de construction est inférieure à 100 ppm. L'ensemble des éléments sera détaillé par la suite.

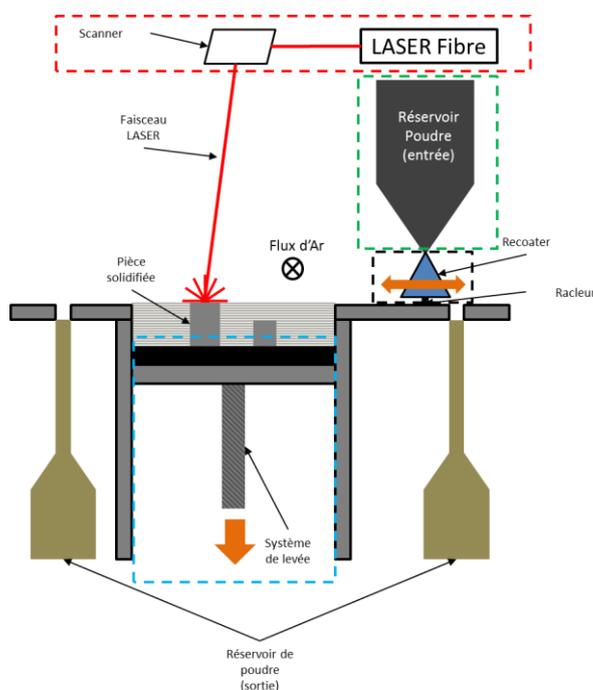


FIGURE 3-1 : PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT DE LA SLM 280^{HL}

Il existe de nombreux paramètres opératoires et environnementaux pouvant influencer les propriétés finales des pièces produites par SLM. Sur la machine SLM 280^{HL}, on considère qu'il existe près de 170 paramètres ajustables. Le réglage de ces paramètres clés constitue les conditions opératoires. On peut classer ces conditions suivant quatre sous-ensembles, encadrés sur la figure 3-1 :

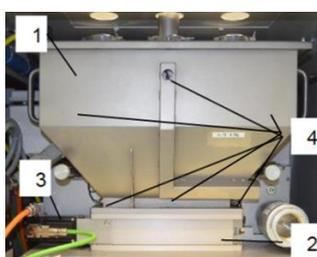
- Stockage de la matière première (cadre vert)
- Distribution de la poudre (cadre noir)
- Zone de construction (cadre bleu)
- Banc optique (cadre rouge)

Par la suite, nous allons détailler chacun de ces sous-ensembles. L'objectif est de bien comprendre leur fonctionnement afin de mieux appréhender les potentielles sources de défauts qu'ils sont susceptibles d'engendrer sur les pièces finales.

Une production ne peut démarrer que si le taux d'oxygène au sein de la chambre de construction est inférieur à 100 ppm. Ce niveau est contrôlé tout au long de la production par deux capteurs à oxygène, positionnés en positions haute et basse de la chambre de construction. Dans le cas particulier des alliages d'aluminium, hautement réactifs vis-à-vis de l'oxygène, ce paramètre constitue un élément crucial de sécurité.

a) Stockage de la matière première

La matière première est stockée dans le réservoir principal ((1) sur la figure 3-2 a)) d'une capacité d'environ 30 litres, situé sur la partie supérieure de la machine, ce volume représentant près de 45 kg de poudre d'alliage AlSi7Mg0,6. Le réservoir est placé sous gaz neutre (Ar) afin de limiter l'oxydation de la poudre. Des sachets de silicate sont fixés au sein du réservoir principal afin d'en maîtriser l'hygrométrie. La poudre est acheminée du réservoir principal (1) vers le dispositif intermédiaire d'étalement (2) via un système de vis sans fin (3). La poudre tombe dans le recoater lorsque celui-ci se situe en position de chargement, c'est-à-dire au fond de la chambre de construction (figure 3-2 b)).



- 1: Réservoir principal
- 2: Dispositif intermédiaire d'étalement
- 3: Entraînement
- 4: Capteur de niveau



a)

b)

FIGURE 3-2 : a) STOCKAGE DE LA MATIERE PREMIERE SUR LA SLM 280^{HL}, b) CHAMBRE DE CONSTRUCTION

Six capteurs de niveaux (4) permettent de contrôler l'alimentation du système en poudre. Trois capteurs se situent sur le réservoir principal : un en position supérieure permet de savoir lorsque le réservoir est rempli ; les deux autres capteurs à mi-hauteur envoient au système un signal quand il ne reste que très peu de poudre dans le réservoir principal. L'extinction de ses trois capteurs n'entraîne pas d'arrêt de la machine. Les trois derniers capteurs sont positionnés en dessous du réservoir principal. Ils définissent le volume minimal en poudre nécessaire à une production. L'extinction d'un seul de ces trois capteurs entraîne un arrêt immédiat de celle-ci.

La gestion du remplissage du recoater est assurée par un système de cannelures. L'opérateur peut ainsi jouer sur le taux de remplissage du recoater (cf. paragraphe suivant). Le niveau optimal correspond à celui permettant de recouvrir toute la surface de la zone de travail, tout en utilisant un minimum de poudre, le surplus se déversant dans des trop-pleins et terminant dans les réservoirs déchets situés en partie basse de la machine.

b) Distribution de la poudre

La distribution en poudres sur la zone de travail est assurée par le recoater. Il est composé de trois parties (figure 3-3), les flèches sur la figure 3-3 représentant le cheminement de la poudre :

- (i) les canaux d'alimentation, répartis en quinconce de part et d'autre du recoater permettent la dépose de la poudre par un mouvement d'aller-retour de recoater sans rechargement intermédiaire;
- (ii) la butée mobile, qui permet de gérer la libération de la poudre stockée dans les compartiments ;
- (iii) le racleur, dont l'objectif est d'assurer la planéité de la couche de poudre déposée. La lame est un élément clef dans le sens où son réglage précis et minutieux est indispensable pour un étalement de poudre homogène, et donc une fabrication de qualité.

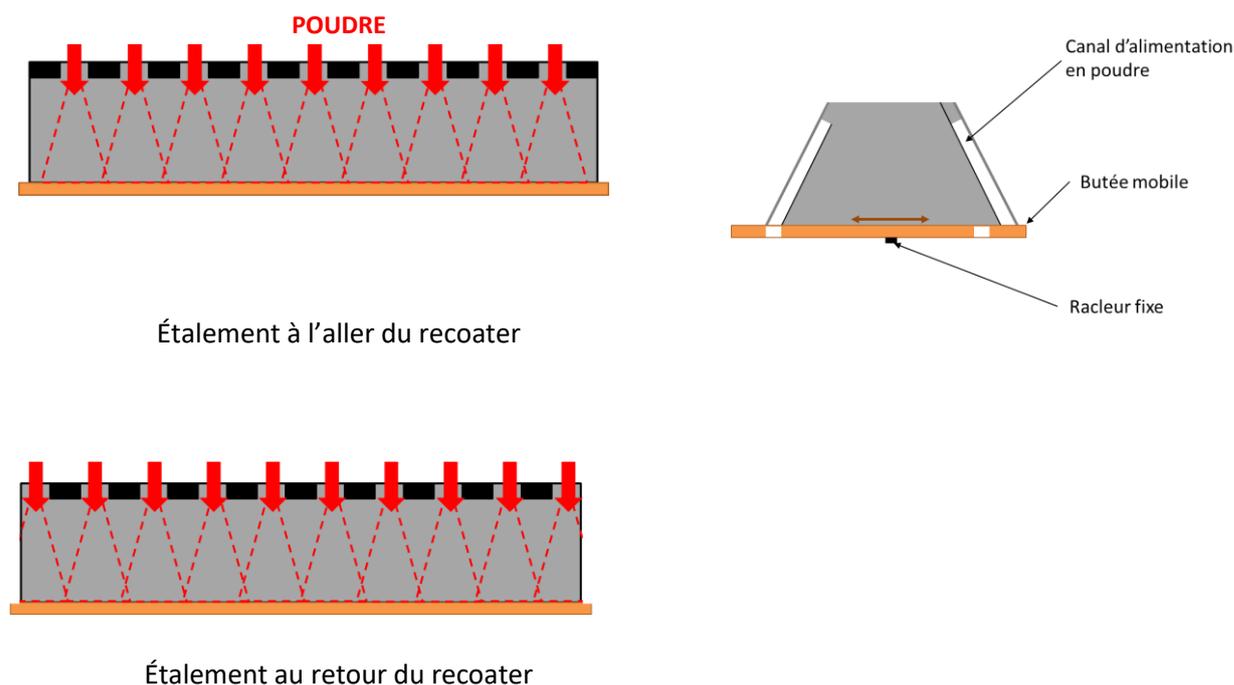


FIGURE 3-3 : PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT SIMPLIFIE D'UN RECOATER

Nous verrons qu'à cause de la conception du recoater, la fluidité de la poudre est un paramètre prépondérant. En effet, la disposition en quinconce des canaux d'alimentation joue un rôle sur l'homogénéité de la couche déposée (effet de bord). Ce point sera discuté dans la suite du chapitre.

c) Zone de construction

On appelle « zone de construction » le lieu où la fusion laser de la poudre se produit, ce qui correspond au plateau de travail sur lequel la poudre est déposée. La surface maximale du plateau sur notre machine est égale à 280x280mm² et le volume maximal de construction d'environ 280x280x365mm³. Il est possible d'utiliser des plateaux plus petits mais l'ensemble des productions réalisées pour ma thèse a été mené sur le plateau 280x280mm². Le plateau utilisé est généralement d'une nuance proche de celle de l'alliage étudié. Dans notre cas, il est en alliage AlMg4.5Mn. Des spécifications techniques rigoureuses, en termes de planéité et de parallélisme des faces principales, sont à respecter sur les états de surface du plateau (figure 3-4) afin d'assurer le dépôt d'une couche de poudre d'épaisseur constante sur l'ensemble de la zone de travail. La face supérieure, où a lieu la fusion des pièces, est préalablement brossée à l'aide d'une éponge abrasive, afin de permettre une meilleure adhérence de la poudre lors du premier étalement et, également, de limiter la réflexion du faisceau laser.

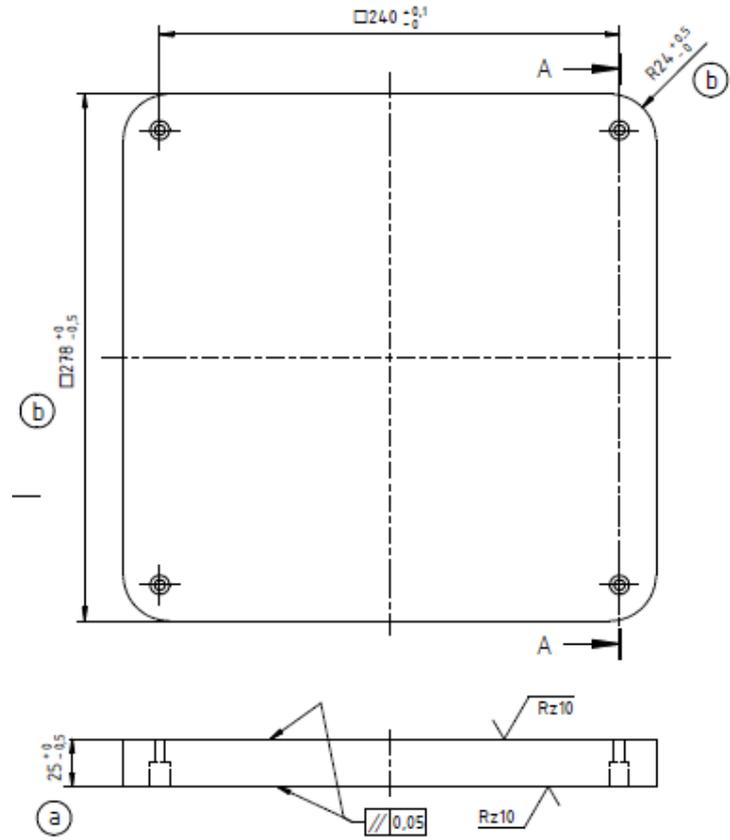


FIGURE 3-4 : SPECIFICATIONS TECHNIQUES D'UN PATEAU DE CONSTRUCTION SLM

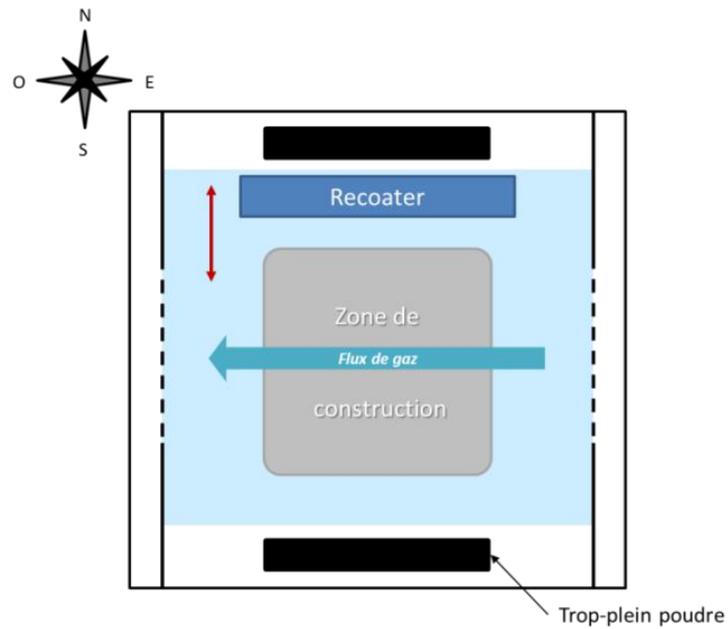


FIGURE 3-5 : POSITIONNEMENT DU PATEAU DE CONSTRUCTION DANS LA CHAMBRE DE CONSTRUCTION

La figure 3-5 présente une vue de dessus de la chambre de construction, avec le référentiel associé. Ce référentiel sera utilisé dans la suite de ce manuscrit. On appellera *Nord* les faces orientées vers le fond de la chambre de construction. Ainsi, le recoater se déplace suivant l'axe *Nord/Sud*, et le flux de gaz est dirigé d'*Est* en *Ouest*.

Nous avons pu voir dans le premier chapitre qu'un moyen de limiter le phénomène d'anisotropie des pièces fabriquées par SLM est de préchauffer le plateau de construction. Ainsi une préchauffe du plateau à 150 °C est systématiquement appliquée pour l'ensemble de nos fabrications et nous avons fait le choix de ne pas étudier ce facteur dans le cadre de ces travaux.

d) Banc optique et laser

Le banc optique est le seul élément dont l'accès est strictement réglementé par le constructeur machine. Il est constitué du laser qui est la source d'énergie nécessaire à la fusion de la poudre, d'un scanner (ou tête galvanométrique) *Scanlab*, se composant de miroirs rotatifs qui dévient le faisceau laser dans les directions X et Y et le guident ainsi sur les zones à fusionner, et d'une lentille. L'ensemble est schématisé sur la figure 3-6.

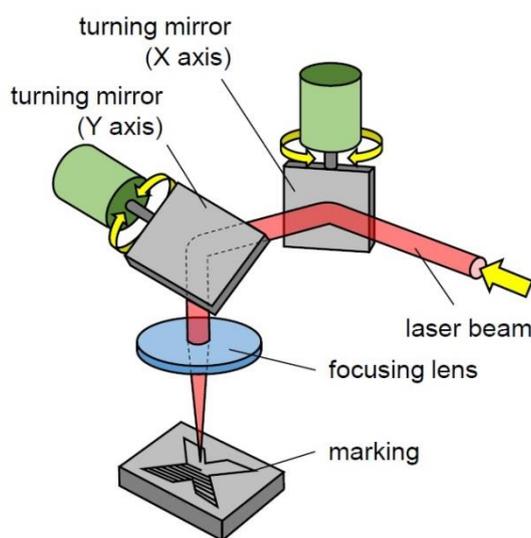


FIGURE 3-6 : PRINCIPE DU BANC OPTIQUE [IONIX, 2018]

Notre machine est équipée d'un seul laser IPG Yb:fiber de longueur d'onde 1070 nm et de puissance nominale de 400W qui émet en mode continu. La divergence θ du faisceau est de 139 mrad et sa qualité M^2 est de 1,07. La focalisation du faisceau laser est contrôlée par une mesure de caustique, comme présentée sur la figure 3-7. Le faisceau est correctement réglé lorsque le point focal, qui correspond au point où l'énergie est la plus intense, se trouve précisément au niveau du plateau de

construction. Il est toutefois possible, dans la paramétrie, de faire varier ce facteur de focal, ce qui permet de jouer sur la densité surfacique d'énergie transmise au matériau lors de la fusion de la poudre.

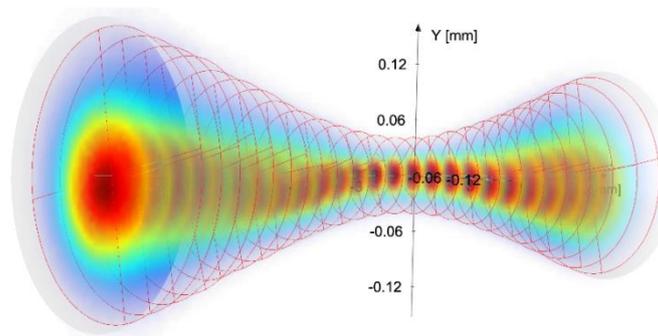


FIGURE 3-7: ANALYSE DE FAISCEAU LASER EFFECTUE SUR LA SLM280HL

L'analyse de notre faisceau montre bien la conformité du réglage de notre laser. Le diamètre de spot, c'est-à-dire le diamètre du faisceau laser au point focal, peut varier de 80 μ m à 115 μ m selon les spécifications du constructeur machine. Dans toute mon étude, j'ai fixé ce diamètre à 80 μ m. Ce dispositif de lasage permet d'atteindre un débit de construction supérieur à 55cm³.h⁻¹.

3.1.2 La matière première

Nous verrons dans la suite de ce chapitre que la qualité de la matière première employée lors d'une production SLM a des conséquences importantes sur la qualité finale de la production. C'est pourquoi la poudre métallique utilisée doit respecter un cahier de charge rigoureux pour garantir une production de pièces avec une bonne santé matière. Les caractéristiques présentées ci-après sont indépendantes du matériau choisi.

Comme nous avons pu le voir précédemment, l'alimentation en matière première du système est assurée par gravité. La poudre, stockée en partie supérieure de la machine, doit pouvoir s'écouler sans encombre et de façon homogène sur l'ensemble de la zone de construction. La coulabilité et la fluidité de la poudre sont donc des facteurs de premier ordre à prendre en compte. La fluidité d'une poudre est liée à plusieurs caractéristiques intrinsèques : géométrie des particules, répartition granulométrique, humidité de la poudre ou encore sa densité. De plus, la présence de défauts initiaux au sein des particules de poudre, tels que des porosités intra-particulaires ou la présence de satellites, vont générer *a fortiori* des défauts dans les pièces produites.

En SLM, les poudres métalliques utilisées sont généralement obtenues par atomisation gazeuse. Le principe de l'atomisation est la pulvérisation en fines gouttelettes d'un filet de matière en fusion grâce à un jet de gaz sous haute pression (figure 3-8). Les gouttelettes se solidifient et donnent la poudre.

Par ce procédé, il est possible de maîtriser la granulométrie de la poudre ainsi que la géométrie des particules, de forme sphérique.

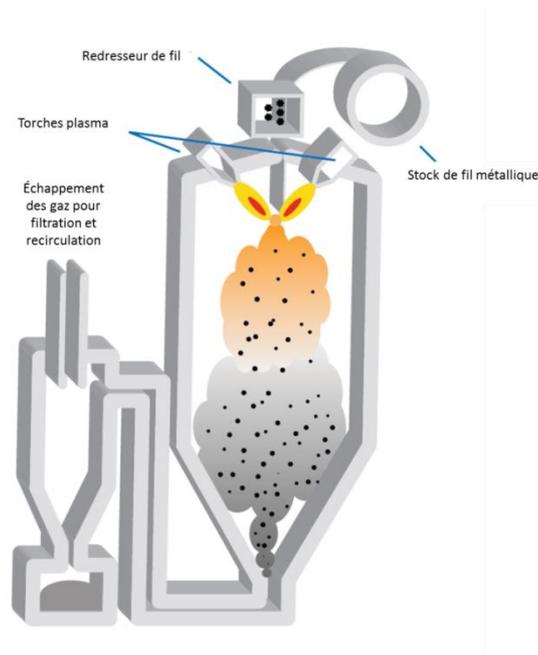
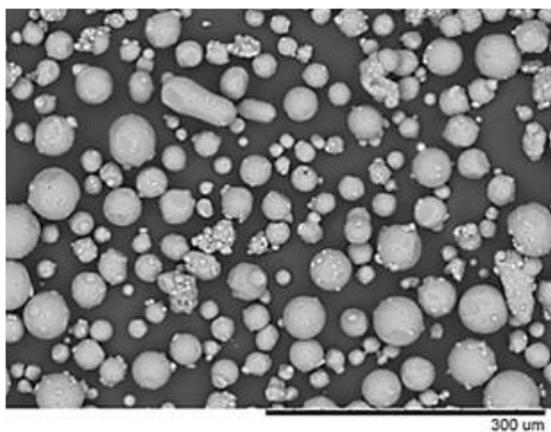
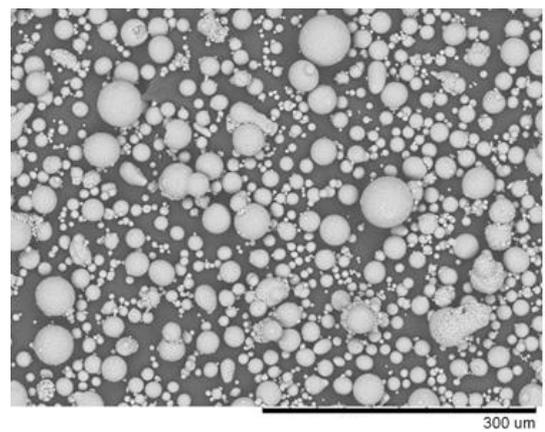


FIGURE 3-8 : PRINCIPE DE L'ATOMISATION A GAZ

La sphéricité des particules dépend fortement de la composition des alliages mis en œuvre. Par exemple, nous pouvons observer sur la figure 3-9 que les particules d'alliage AM205 obtenues sont plus sphériques que celle issues des lingots d'AlSi7Mg0,6. Dans le cas de nos alliages d'aluminium, l'atomisation est faite sous gaz inertes (Ar ou He) afin de limiter le risque d'oxydation de la poudre.



AlSi7Mg0,6



AM205

FIGURE 3-9 : EXEMPLES DE GEOMETRIES DE PARTICULES OBTENUES PAR ATOMISATION D'ALLIAGES D'ALUMINIUM (MEB)

La gamme granulométrique préconisée pour la SLM 280^{HL} est 20-63 μ m. Avant d'introduire la poudre dans la machine, un tamisage systématique est effectué. Pour cela on utilise l'appareil *PSM 100 (SLM Solution)* qui permet d'éliminer les particules dont le diamètre est supérieur à 100 μ m. Cette opération s'effectue sous Argon, toujours dans un souci d'éviter l'oxydation des particules de poudre.

L'hygrométrie de la poudre est maîtrisée à l'aide de sachets de silicate, que ce soit dans les bidons étanches de stockage ou dans le réservoir machine. Toutes les autres solutions testées par les partenaires industriels du projet FUTURPROD, (i) poudre brute de réception et (ii) poudre étuvée, n'ont pas donné satisfaction. Dans le cadre de nos études, une poudre dont l'hydrométrie dépasse un taux de 2%HR est rebutée. De plus, on fixe un délai de minimum 10 heures entre le chargement de la poudre dans la machine et le lancement de la production. L'objectif est de laisser le temps à la poudre de s'homogénéiser en température et en hygrométrie.

La réutilisation des poudres métalliques est un avantage de la fabrication additive quant à la disponibilité de la matière première. Toutefois, cela représente également un facteur d'influence sur la qualité finale des pièces, la poudre évoluant d'une production à l'autre (scories, oxydations, pollutions, etc.). Par conséquent, nous avons choisi de n'utiliser que de la poudre neuve. Toutes les productions réalisées pour les études présentées aux chapitres 4 et 5 sont faites à partir d'un même lot de matière, validé suivant la méthodologie décrite au chapitre 2.

3.1.3 La paramétrie

Régler la paramétrie du procédé SLM signifie donner les conditions d'élaboration des pièces à la machine, qu'ils s'agissent de caractéristiques de lasage (puissance laser, vitesse de balayage, focalisation, trajectoire du laser, nombres de couches à laser, etc.), des commandes d'alimentation de la zone de construction en poudre (taux de remplissage du recoater, vitesse de dépôt, hauteur de descente du plateau, etc.) ou encore des spécifications du flux de gaz. Comme nous l'avons déjà spécifié, on considère qu'il existe près de 170 paramètres variables sur la *SLM 280^{HL}*. La paramétrie se divise en 3 sous catégories : le *slicing*, le *hatching* et le *scanning*. Seules les principales fonctionnalités seront décrites dans la suite de ce paragraphe.

a) Le *slicing*

Le *slicing* définit la manière de découper la production « en tranche ». Cette sous-catégorie regroupe tous les paramètres relatifs au plateau de construction. Toutes les données concernant le positionnement du faisceau laser sur le plateau (par exemple la calibration du point focal pour le balayage du faisceau) entrent donc dans cette classe. L'épaisseur de poudre déposée, qui correspond à la hauteur de descente du plateau couche après couche, fait également partie des paramètres de

slicing. Nous verrons dans le chapitre 4 qu'il est possible de fabriquer sur un même plateau, des pièces à épaisseurs variables, sous réserve qu'elles soient toutes multiples de l'épaisseur la plus fine lasée (par exemple, sur un même plateau, il est possible d'avoir des pièces de paramétries variables avec des épaisseurs de lasage multiples de 50 μ m telles que 100 μ m ou 350 μ m). La machine permet de réaliser des couches de 30 μ m minimum. Pour des questions de productivité, notre choix a été d'étudier en priorité des couches de 50 μ m, considérée comme épaisseur de référence.

b) Le hatching

Le *hatching* correspond au paramétrage du mouvement du laser sur une couche (ou *slice*) de la production. Comme illustré sur la figure 3-10, il existe trois classes de *hatching* différentes, qui dépendent de la partie de la pièce qui est lasée : le *down-skin*, le *volume* et l'*up-skin*. Le lasage de *volume* est celui le plus utilisé sur une pièce massive. Les deux autres classes sont utilisées dans un souci d'amélioration des états de surfaces. En effet, le lasage *down-skin* permet, via une modification locale des paramètres de *scanning*, la construction de contre-dépouilles de faibles amplitudes (<5 mm pour les alliages d'aluminium) sans avoir besoin d'utiliser de supports. Le lasage *up-skin* quant à lui permet de lisser les surfaces supérieures des pièces, comme le montre la figure 3-11. Cette étape consiste à fusionner à nouveau la dernière couche lasée sans apport de matière première.

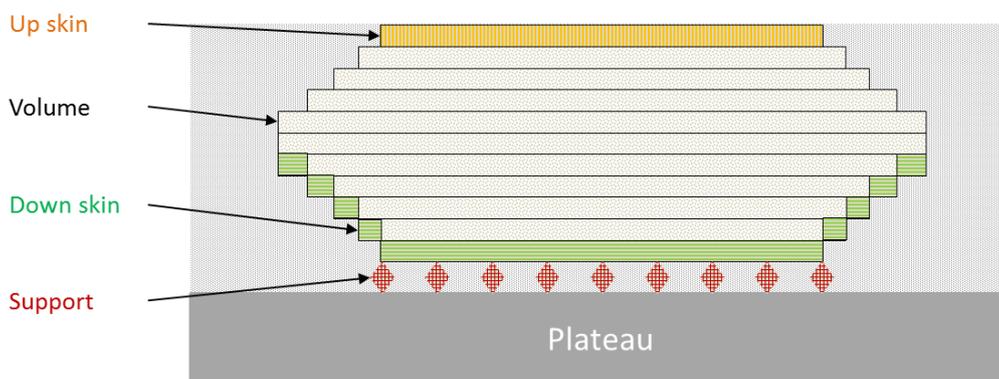


FIGURE 3-10 : LES CLASSES DE HATCHING



FIGURE 3-11 : EFFET DU UP-SKIN

À cela s'ajoute les supports, qui correspondent aux couches sacrificielles de début de production (4mm par défaut) et dont le principal but est de pouvoir détacher facilement les pièces du plateau en fin de production. Le placement des supports ainsi que leur conception peuvent avoir une importance notable sur les propriétés finales des pièces, notamment en fonction du matériau étudié (par exemple pour les alliages de titane). Toutefois au vu des géométries simples employées dans le cadre de la thèse (principalement des cubes ou haltères) ce paramètre n'a pas été étudié. Quelques constatations seront cependant données dans la suite de ce chapitre.

La stratégie de lasage, ou *pattern*, d'un échantillon est la trajectoire que va effectuer le faisceau laser pour fusionner la poudre constitutive de la pièce. Il existe une large variété de *pattern*, les deux principaux étant le *stripes*, qui correspond à un lasage rectiligne de la surface, et le *chess*, qui est un remplissage en damier (figure 3-12). On peut imaginer que le choix de la stratégie de lasage peut avoir une potentielle influence sur les propriétés finales des pièces, en terme par exemple de microstructure. En général la stratégie *stripes* est appliquée aux alliages d'aluminium et c'est celle que nous avons choisie d'utiliser dans le cadre de cette étude.

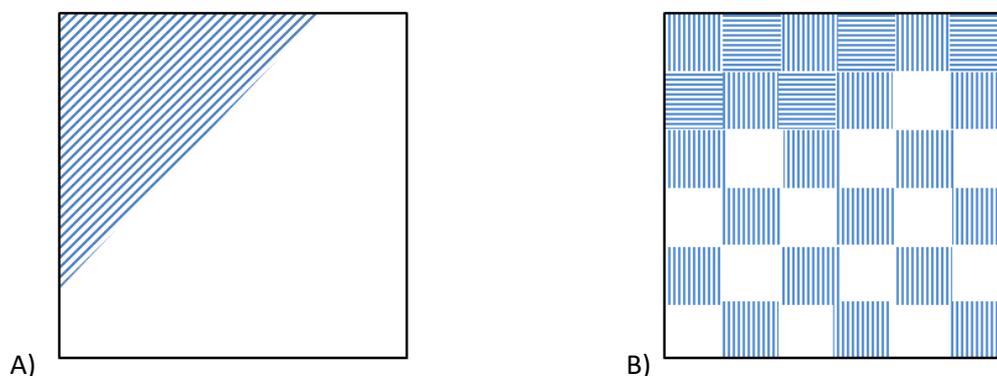


FIGURE 3-12 : PATTERNS LES PLUS COURANTES, A) STRIPES, B) CHESS

Quel que soit le pattern employé, le lasage d'une surface se fait en différentes étapes. Les deux principales sont généralement la réalisation d'un contour (*border*) suivi du remplissage du cœur de la pièce (*Hatch outer hull*) (figure 3-13). On définit une longueur maximale de lasage L_v . Au-delà de cette valeur, une autre bande est lasée. La distance h représente la longueur de l'intervalle entre deux passages du laser. Elle sera appelée distance inter-cordons dans la suite.

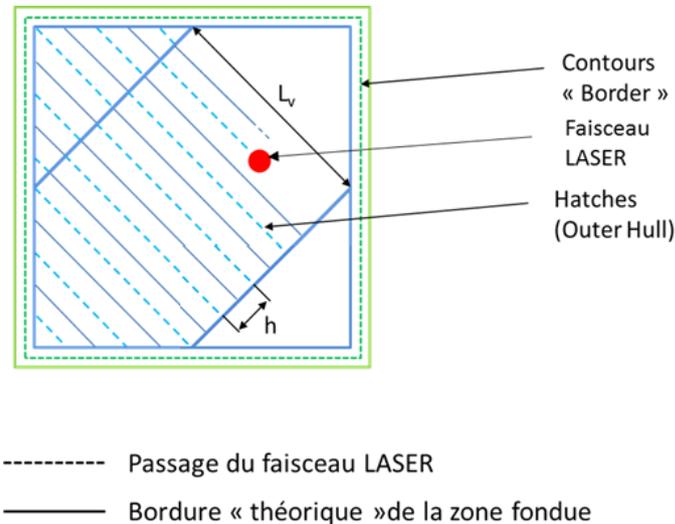


FIGURE 3-13 : ÉTAPES DE LASAGE DE LA STRATEGIE STRIPE

L'ordre de lasage, c'est-à-dire le séquençement des différentes étapes de lasage, et la façon dont celui-ci s'effectue, influencent directement la microstructure de la pièce (figure 3-14). En effet, au cœur de la pièce, le laser ne va pas fusionner la poudre suivant la même trajectoire d'une couche à l'autre puisqu'on réalise une rotation de lasage de 67° à chaque couche. Par contre, sur les contours, la poudre est toujours fondue suivant le même chemin. Cela explique la régularité de l'empilement des couches observées à droite sur la figure 3-14.

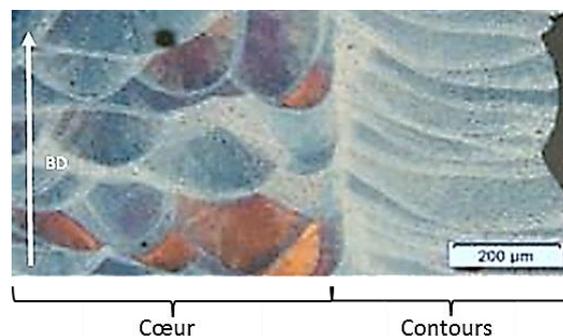


FIGURE 3-14 : INFLUENCE DE L'ORDRE DE LASAGE SUR LA MICROSTRUCTURE

Différents modes laser sont disponibles sur la machine SLM 280^{HL}. Le principe de fonctionnement du mode *Delay* est schématisé sur la figure 3-15. Le laser est en fonctionnement exactement au même moment où le scanner se « déplace ». Le mouvement du scanner ne couvre que la distance correspondant à la zone précise à laser. Or, en début et fin de vecteur de lasage (mark), la vitesse de scan, c'est-à-dire la vitesse de balayage souhaitée selon le jeu de paramètres défini, est légèrement inférieure à la vitesse de croisière attendue. Ainsi, localement, la densité d'énergie ψ envoyée à la matière est supérieure, ce qui affecte donc la matière.

Afin de pallier ce défaut, un nouveau mode laser *Skywriting* a été développé par les constructeurs, dont le principe est donné sur la figure 3-16. Avec cette nouvelle configuration, le laser ne s'allume que sur une distance réduite (flèche rouge) tandis que le scanner effectue un déplacement plus long (flèche rouge et jaune). Cela permet de compenser l'accélération et la décélération du scanner et ainsi d'éviter les surplus d'apport d'énergie à la matière. Les conséquences de l'utilisation d'un mode laser ou l'autre (*delay* ou *skywriting*) sera discuté dans la suite du chapitre.

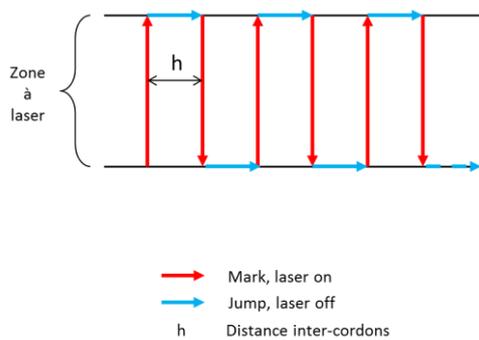


FIGURE 3-15 : PRINCIPE DU MODE DELAY

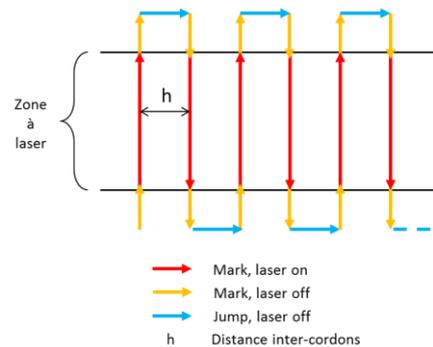


FIGURE 3-16 : PRINCIPE DU MODE SKYWRITTING

c) Le scanning

Le *scanning* correspond au réglage des paramètres propres au laser. Ainsi, pour chaque étape du lasage, l'utilisateur peut définir la puissance du laser P , la vitesse de balayage v du faisceau laser, et la focalisation du faisceau laser. C'est principalement ces paramètres que nous avons étudiés dans les travaux présentés aux chapitres 4 et 5.

3.2. Étude de la matière première

3.2.1 Répartition granulométrique et étalement de la poudre

La repartition granulométrique d'une poudre a une grande influence sur sa capacité à l'écoulement, comme nous avons pu l'observer sur des essais effectués avec différents lots de poudres d'alliages

d'aluminium. C'est à partir des constats et résultats obtenus que le cahier des charges poudres, présenté au chapitre 2, a été déterminé.

a) Influence de la répartition granulométrique sur l'étalement de la poudre

Comme nous avons pu le voir au début de ce chapitre, la circulation de la poudre au sein de la machine est principalement assurée par l'effet de la gravité. Trois lots différents de poudres d'alliages d'AlSi7Mg0,6 sont testés. Les trois lots sont conformes aux spécifications fabricant, à savoir que leur distribution granulométrique est dans la gamme [20-63 µm]. Le tableau 3-1 résume les diamètres D_{10} , D_{50} , D_{90} et D_{moy} caractéristiques de chaque lot.

TABLEAU 3-1 : DONNEES GRANULOMETRIQUES DES LOTS DE POUDRE ETUDIES

| | Lot A | Lot B | Lot C |
|----------------------------------|--------------|--------------|--------------|
| D_{10} (µm) | 24,60 | 19,71 | 22,94 |
| D_{50} (µm) | 42,93 | 41,58 | 39,12 |
| D_{90} (µm) | 72,19 | 68,50 | 62,29 |
| D_{moy} (µm) | 45,96 | 43,11 | 41,08 |

On constate sur la figure 3-17 une légère différence sur le lot B, à savoir que contrairement aux deux autres lots, sa répartition granulométrique n'est pas monomodale avec une population non négligeable de fines particules de diamètres inférieurs à 20 µm.

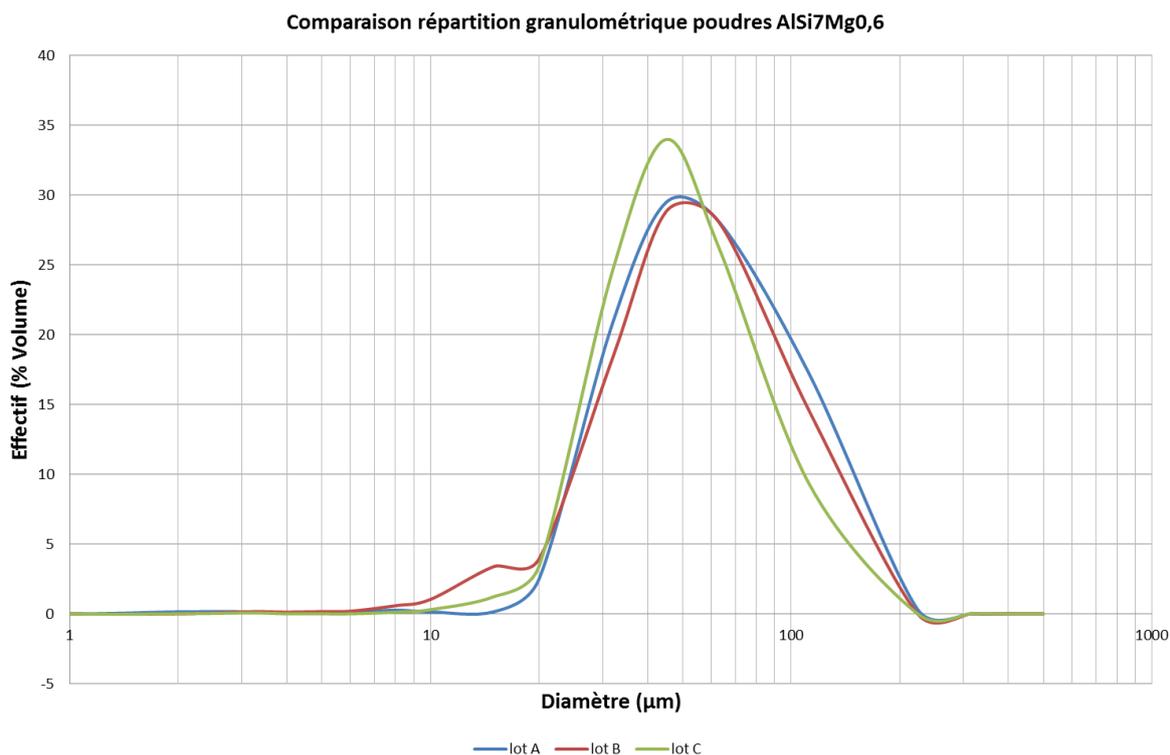


FIGURE 3-17 : REPARTITIONS GRANULOMETRIQUES EN VOLUME DES POUDRES A, B ET C

Trois productions identiques ont été réalisées à partir de ces différentes poudres. Avec le lot B, nous avons constaté un défaut récurrent d'étalement, principalement situé en bordure ouest du plateau de construction. Un phénomène d'effondrement du lit de poudre a aussi été constaté en cours de production. La photo (figure 3-18) témoigne de cet effondrement lors de l'étalement de la 100^{ème} couche, soit peu de temps avant l'arrêt forcé de la production.

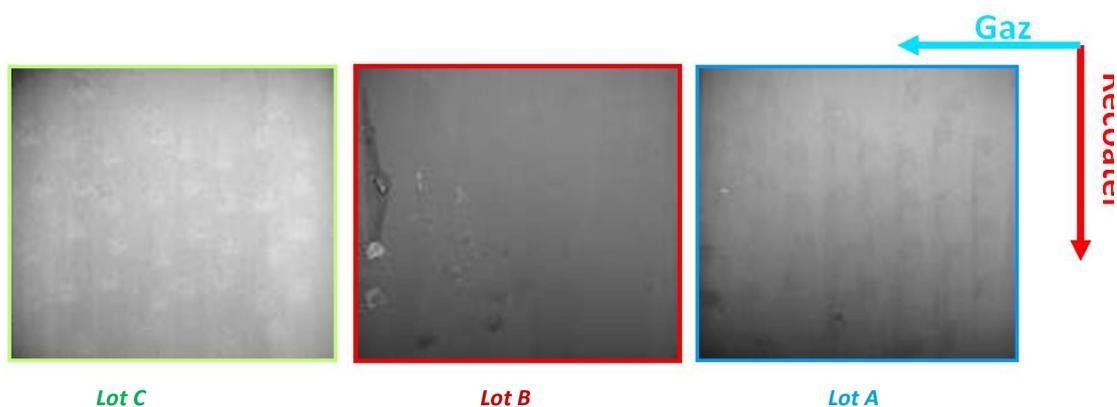


FIGURE 3-18 : CONSEQUENCE D'UN DEFAUT D'ETALEMENT DES POUDRES DU A UNE MAUVAISE REPARTITION GRANULOMETRIQUE

La présence d'une population importante en volume de fines particules de poudre est un cas favorable à la formation d'agglomérats de poudres, et par conséquent il s'agit d'une condition antagoniste à la

bonne fluidité de la poudre et donc à son étalement convenable et homogène sur l'ensemble de la zone de construction.

b) Influence de la répartition granulométrique suivant le sens de dépôt du recoater

Comme nous l'avons déjà évoqué précédemment, afin d'obtenir des propriétés finales de pièces homogènes sur une même production, il est crucial d'étaler la poudre de façon régulière sur l'ensemble du plateau de travail. Nous avons pu voir au début de ce chapitre que la distribution en poudre sur la zone de construction est effectuée par le recoater, dont la capacité de chargement en poudre est suffisante pour effectuer deux passages. Cependant, du fait de la conception en quinconce des canaux d'alimentation, la distribution sur le plateau est différente en fonction de la direction prise par le recoater (Nord → Sud ou Sud → Nord). Cela peut avoir une influence sur la santé matière des pièces produites, comme nous l'avons constaté.

La figure 3-19 présente des images de l'étalement de 2 couches successives réalisées lors d'une production pour laquelle aucun problème significatif n'avait été signalé par la machine en cours de fonctionnement. La production était réalisée avec la poudre du lot A. L'analyse post-production des photographies de contrôle du lit de poudre a révélé un défaut récurrent d'étalement sur la zone Sud-Ouest du plateau. En effet, à chaque fois que le recoater se déplaçait du Nord vers le Sud, les pièces situées dans cette zone n'étaient pas recouvertes de poudre. Ainsi, certaines pièces subissaient une refusion locale sans apport de matière première et par un faisceau de densité d'énergie non maîtrisée car *a priori* le faisceau n'était plus focalisé, la zone fondue se situant sous le niveau théorique du lit de poudre.

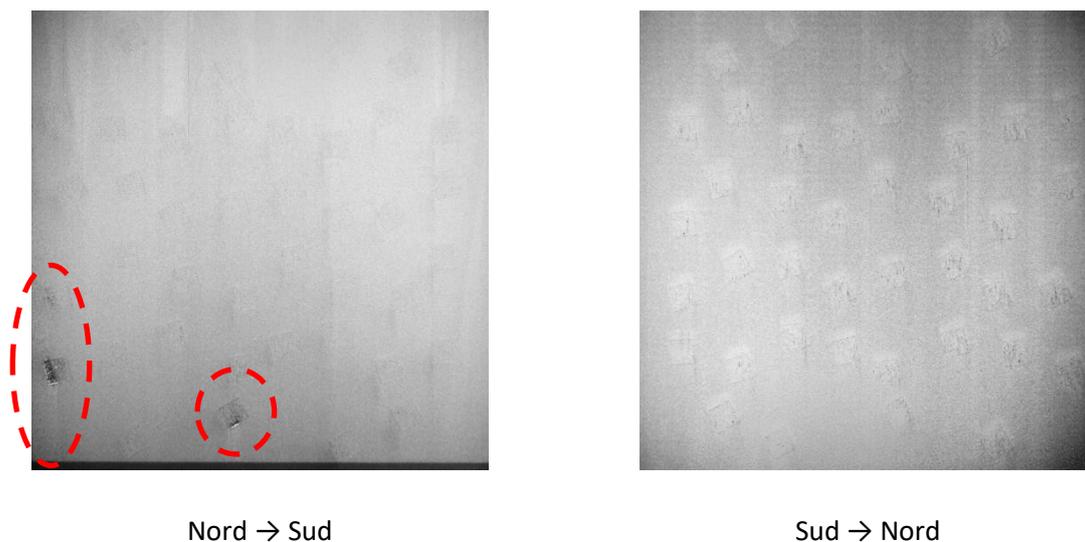


FIGURE 3-19 : DIFFERENCE DE DEPOSE ENTRE DEUX ETALEMENTS SUCCESSIFS

Pour que ce genre de défaut entraîne un arrêt de production, en conditions standards d'élaboration, il doit être répété trois fois consécutivement. Or le problème n'apparaissant qu'une couche sur deux, la production a pu continuer et être menée à son terme. Nous verrons par la suite que les conséquences sur les pièces ne sont pas négligeables. Encore une fois, un petit défaut de fluidité de la poudre semble responsable du problème. Des agglomérats se sont formés au sein du recoater, comme le montre la figure 3-20, empêchant la distribution de la quantité nécessaire de poudre sur le plateau.



FIGURE 3-20 : RESIDUS DE POUVRE DANS LE RECOATER

c) Conséquences directes d'un mauvais étalement de la poudre

Les conséquences d'un mauvais étalement de poudre peuvent être multiples. Comme nous l'avons déjà évoqué, suivant la récurrence du problème, cela peut engendrer l'arrêt net de la production. Mais, en admettant que le défaut ne soit pas d'amplitude suffisante pour être détecté par la machine dans les conditions standards d'utilisation, il n'en reste pas moins que les propriétés finales des pièces seront affectées. Prenons l'exemple donné sur la figure 3-21.



FIGURE 3-21 : EXEMPLE DE MAUVAISE DEPOSE DE POUVRE, COUCHE 132, DIRECTION NORD-SUD.

Lors de la fabrication, nous avons constaté qu'une pièce n'était entièrement recouverte de poudre qu'une fois sur deux. Durant l'une des 2 phases de dépôt, seule la moitié de la surface de la pièce était recouverte de poudre. La figure 3-22 présente une coupe longitudinale de cet échantillon après attaque chimique au réactif Keller. Concernant la microstructure, on constate une différence dans la régularité des couches, bien observable au niveau du lasage des contours (voir figure 3-14). On voit que sur la zone ouest de l'échantillon, il y a des fusions et refusions de couches sans apport de matière première. De plus, sur cette zone, on remarque une forte densité de porosités de grandes dimensions et de géométrie allongée, témoins d'un phénomène de défaut de lasage. Ce type de porosités est très critique en termes de tenue mécanique du matériau, comme nous en avons déjà discuté au chapitre 1.

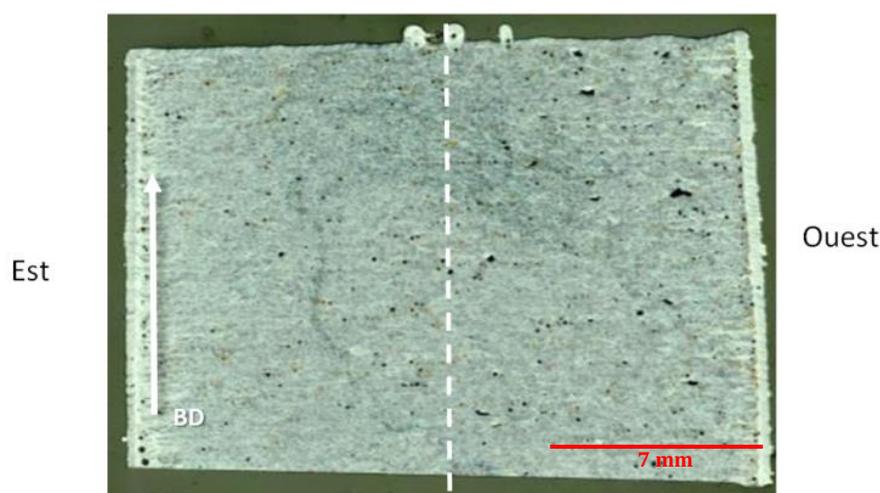


FIGURE 3-22 : COUPE TRANSVERSALE D'UN PIÈCE PRÉSENTANT DES DÉFAUTS CARACTÉRISTIQUES D'UN MANQUE DE MATIÈRE PREMIÈRE

En résumé, un mauvais étalement de poudre sur la zone de travail peut entraîner une modification de la microstructure, une augmentation du taux et de la taille des porosités, et par conséquent, une diminution des propriétés mécaniques (due à la présence de porosités de géométrie aciculaire, favorables à l'amorçage de fissures), une hétérogénéité locale des propriétés au sein d'une même pièce et enfin une hétérogénéité globale des propriétés des pièces de l'ensemble du plateau.

3.2.2 Évolution de la poudre lors de la production

La densité vraie de notre poudre a été vérifiée pour différentes étapes du processus. L'objectif est de voir comment la poudre réagit après un passage en machine (oxydation, pollution, etc.). Quatre

prélèvements ont été réalisés (figure 3-23). Chacun de ces prélèvements est représentatif de la poudre à un instant donné de la production :

- O : poudre « à réception », neuve et non tamisée ;
- A : poudre « main tank », neuve et tamisée une fois ;
- B : poudre « plateau », récupérée à la fin d'une production, sur le plateau, avant le nettoyage de la zone de construction ;
- C : poudre « sortie de production », prélevée dans une bouteille de récupération des poudres.

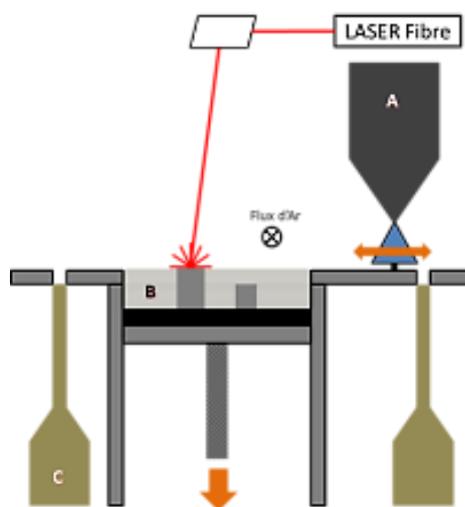


FIGURE 3-23 : ZONE DE PRELEVEMENT DE LA POUDRE EN COURS DE PROCEDURE

Le tableau 3-2 résume les résultats de densités vraies mesurées par pycnomètre à hélium. Si, de façon globale, la poudre présente une densité vraie inférieure à la densité du matériau massif (2,68 [ASM, 1993]), des écarts significatifs sont observés entre les prélèvements.

TABLEAU 3-2 : DENSITES VRAIES DE LA POUDRE PRELEVEE LE LONG DE SON PARCOURS DANS LA MACHINE

| Zone de prélèvement | O | A | B | C |
|---------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|
| d_{vraie} | $2,6630^{\pm 2.10^{-4}}$ | $2,6647^{\pm 5.10^{-4}}$ | $2,5412^{\pm 3.10^{-4}}$ | $2,6595^{\pm 4.10^{-4}}$ |

Le faible écart (<1%) entre la densité vraie des poudres neuves (O) et la densité du matériau massif prouve que les particules de poudres sont relativement peu poreuses et/ou peu oxydées. Les coupes microscopiques faites sur la poudre neuve (figure 3-24) confirment la faible présence de porosités intra-particulaires.

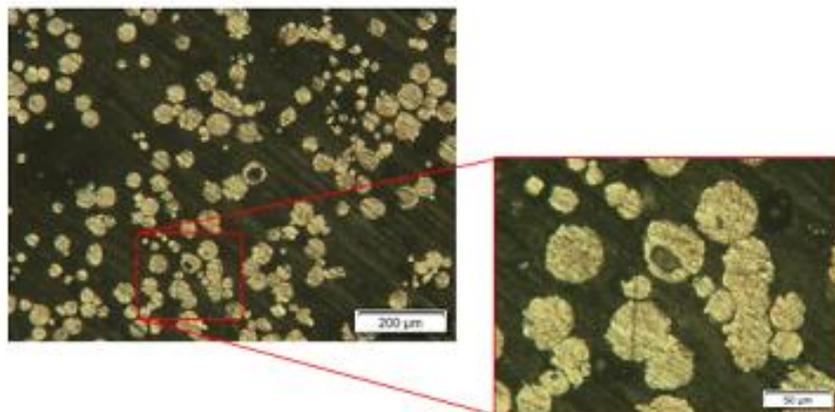


FIGURE 3-24 : OBSERVATION EN SECTION POLIE DE POUDRE NEUVE

Les poudres prélevées sur le plateau (B) ont une densité vraie significativement plus faible (>5%). Cet écart peut s'expliquer par une oxydation des poudres de surface (qui sont généralement éliminées lors du nettoyage). Cela est provoqué par l'effet combiné de l'apport d'oxygène due à l'ouverture de la chambre, ainsi que la température de la chambre (~40°C) favorisant le phénomène d'oxydation. On constate généralement une différence de couleur caractéristique des poudres situées en surface du plateau et sur les bords (proches de la sortie du flux de gaz).

3.3. Étude de la répétabilité des productions sur SLM 280^{HL}

L'une des voies d'optimisation du procédé SLM consiste à d'être capable de répéter un grand nombre de fois une même production. La répétabilité des productions assure la stabilité de la qualité des pièces produites. Dans ce but, il est nécessaire d'étudier l'influence d'une répétition de production sur la qualité de pièces obtenues avec la machine SLM280^{HL}.

3.3.1 Démarche expérimentale

L'objectif ici est d'étudier le caractère répétable des propriétés des pièces produites par SLM, qu'il s'agisse de pièces fabriquées sur un même plateau ou lors de deux productions distinctes. La répétabilité a été appréhendée par l'étude des densités relatives et des comportements mécaniques. Pour ce faire, deux plateaux ont été conçus, l'un pour l'étude des densités relatives, contenant 100 éprouvettes de dimensions 15x15x15 mm³, l'autre pour la caractérisation mécanique, où 27 altères de traction ont été produites par plateau. Ces plateaux ont été produits à 2 reprises, avec exactement les mêmes conditions expérimentales et à partir du même lot de matière première. Seule une partie des

résultats, obtenus à iso-paramétrie, seront présentés dans ce paragraphe. Toutefois les conclusions apportées sont valables pour l'ensemble des paramétries testées.

3.3.2 Répétabilité des densités relatives

La densité relative de l'ensemble des 200 échantillons a été déterminée par la méthode d'Archimède, suivant le protocole décrit au chapitre 2. La figure 3-25 présente les cartographies des plateaux réalisés à partir des mesures effectuées. Les nuances colorées correspondent à une variation de densité relative de 0,05%.

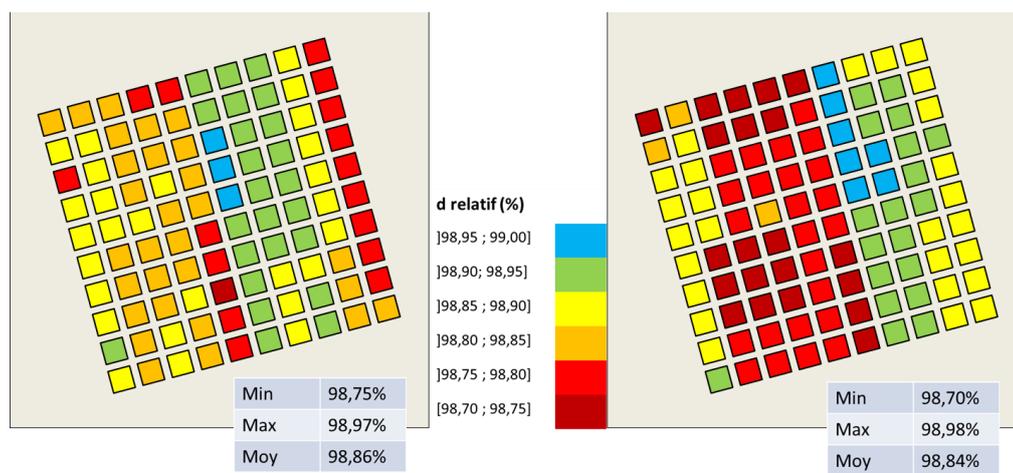


FIGURE 3-25 : CARTOGRAPHIES DES DENSITES RELATIVES OBTENUES SUR LES DEUX PLATEAUX REPETES

De façon globale, on constate que les densités relatives obtenues sur les deux plateaux sont les mêmes. En effet, les densités moyennes des plateaux 1 et 2 sont respectivement de 98,86% et 98,84%, soit un écart très faible de 0,02%. Les dispersions sur les deux plateaux sont, elles aussi, comparables. Nous pouvons noter que sur le second plateau, les densités obtenues sont plus hétérogènes, l'écart type moyen étant de 0,02% contre 0,01% pour le premier. Au vu de ces résultats, nous pouvons dire qu'en termes de densité relative, dans les conditions opératoires standards, nous sommes capables de produire des pièces de façon répétable, que cela soit lors d'une même production ou sur deux productions distinctes.

3.3.3 Répétabilité des propriétés mécaniques

Dans ce paragraphe sont présentés les résultats de répétabilités des propriétés mécaniques obtenues sur des pièces réalisées avec une même paramétrie. D'autres comparaisons menées avec des variations paramétriques conduisent à des conclusions similaires mais ne seront pas présentées ici.

La figure 3-26 compare le comportement mécanique de 4 éprouvettes produites de façon identique lors de 2 productions. Sur cette figure, les éprouvettes sont identifiées selon leur origine, sous la forme

Axy, où A représente la paramétrie employée, x le plateau d'appartenance de l'éprouvette et y le numéro d'incrémentation sur un même plateau.

Globalement, les comportements mécaniques des 4 éprouvettes est le même. Cependant, les propriétés mécaniques des éprouvettes issues du second plateau sont légèrement plus faibles que celle issues du premier plateau. Ainsi, la limite d'élasticité $\sigma_{0.2}$ moyenne du premier plateau est de 274 MPa contre 254 MPa pour le second, soit environ 7% de différence entre les deux plateaux. Cet écart peut être lié à la différence du taux de porosités des pièces sur les 2 plateaux. En effet, les mesures de leurs densités relatives ont révélé une dispersion de 0,4%, la plus faible densité ayant été mesurée sur le plateau présentant les plus faibles limites d'élasticité. Au sein d'un même plateau, la différence de limite élastique entre deux éprouvettes est inférieure à 1%, dans le spectre d'erreur de mesure.

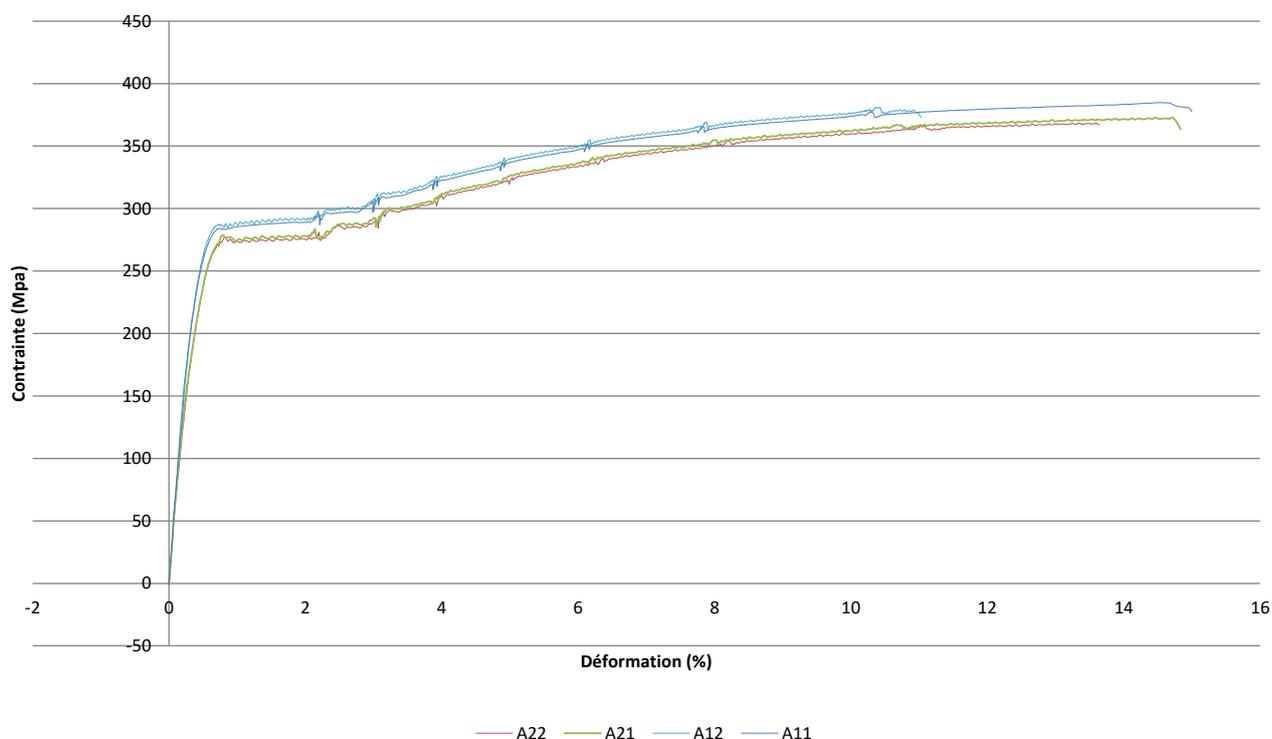


FIGURE 3-26 : EXEMPLE DE REPETABILITE DES PROPRIETES MECANQUES OBTENUES

Néanmoins, on note une différence de l'allongement à la rupture pour les éprouvettes issues du premier plateau (A11 et A12). Cet écart peut être dû à un état de surface localement différent des éprouvettes, qui dans un cas aurait été favorable à l'initiation de la rupture. Nous verrons au chapitre 5 comment l'état de surface peut influencer les propriétés mécaniques des pièces fabriquées par SLM.

3.4. Étude de la zone de construction

3.4.1 Plateau expérimental

Pour étudier la zone de construction et l'influence du positionnement d'une pièce sur le plateau nous nous sommes concentrés sur deux aspects principaux : le flux de gaz et le mouvement du recoater. En parallèle nous nous sommes intéressés à l'influence de l'orientation des pièces vis-à-vis du recoater et du support employé, sur les propriétés finales. Le plateau schématisé sur la figure 3-27 a été conçu dans ce sens.

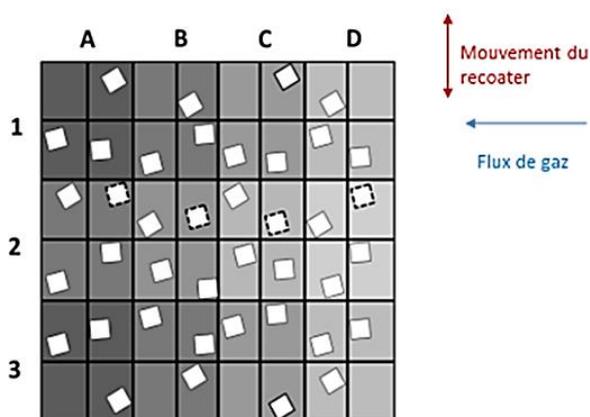


FIGURE 3-27 : PLATEAU CONÇU POUR L'ETUDE DE LA ZONE DE CONSTRUCTION

Le plateau est quadrillé à partir des colonnes A, B, C et D, pour l'étude de l'influence de la position des éprouvettes vis-à-vis du flux de gaz, et des lignes 1, 2 et 3 pour étudier l'influence du mouvement du recoater. Dans chaque zone ainsi délimitée (A1, A2, etc.) trois éprouvettes sont disposées, avec un angle d'attaque du recoater différent (30°, 15° et 5°). Chaque échantillon est donc référencé de la façon suivante : Xij où X représente la colonne, i le numéro de la ligne et j l'angle d'attaque. Ainsi, l'échantillon B230 se situe sur la colonne B, ligne 2 et est orienté de 30° par rapport au racleur.

Deux types de supports sont testés : les supports *volume* qui correspondent à un remplissage complet du volume de supportage, et les supports *block*, supports classiquement employés pour la réalisation de pièces aluminium en SLM, qui consistent à la création d'une grille sous la pièce. Les échantillons ayant un support *block* sont repérés par un contour pointillé sur le plan de la figure 3-27, avec à chaque fois un angle d'attaque du recoater de 15°. Les résultats associés sont marqués d'un astérisque.

3.4.2 Influence du positionnement sur le plateau sur la densité relative

Suite aux différentes investigations réalisées quant à l'influence de la méthode (cf. chapitre précédent), la détermination de la densité relative a été effectuée sur l'ensemble des échantillons du plateau par la méthode d'Archimède : on observe une très faible dispersion des résultats avec une densité relative variant de 98,86% à 99,15% pour une valeur moyenne de 98,99% (figure 3-28).

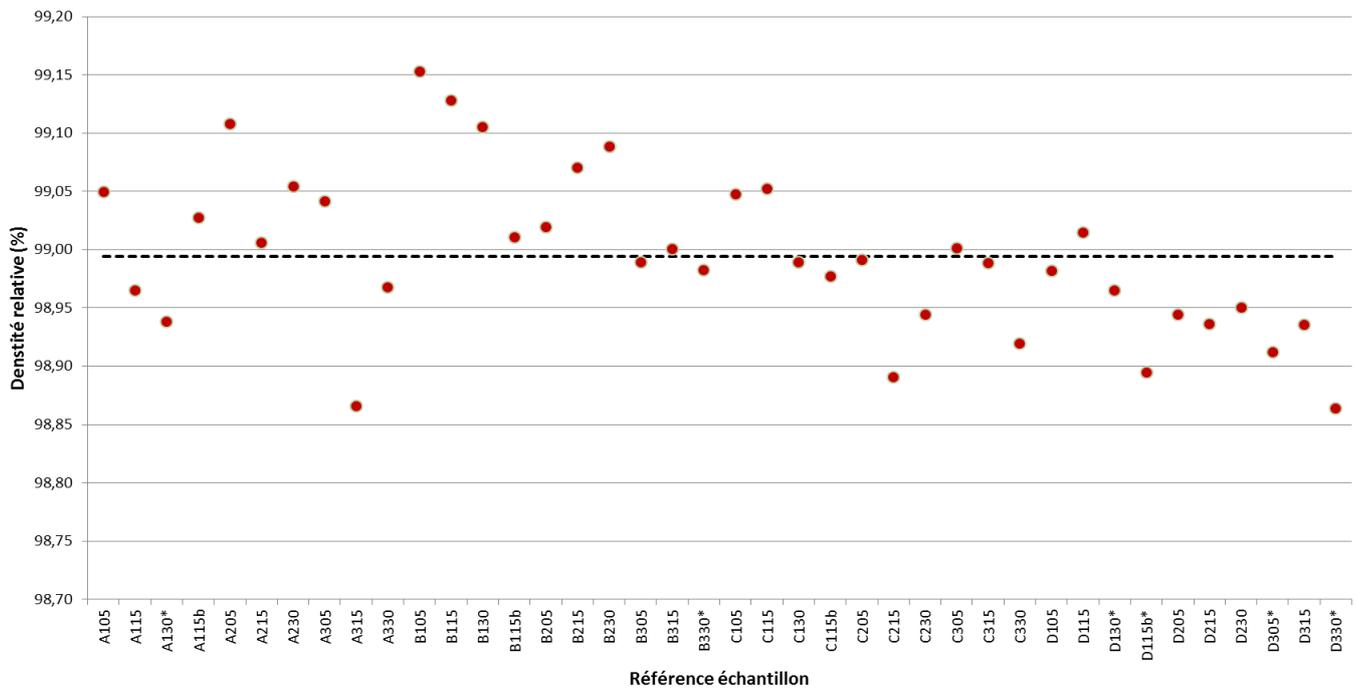


FIGURE 3-28 : DISPERSION DES DENSITES RELATIVES SUR UN MEME PLATEAU

Cependant, en regardant en détail, on peut noter quelques tendances (figure 3-29). Les changements de couleur correspondent à une variation de 0,05% de densité relative :

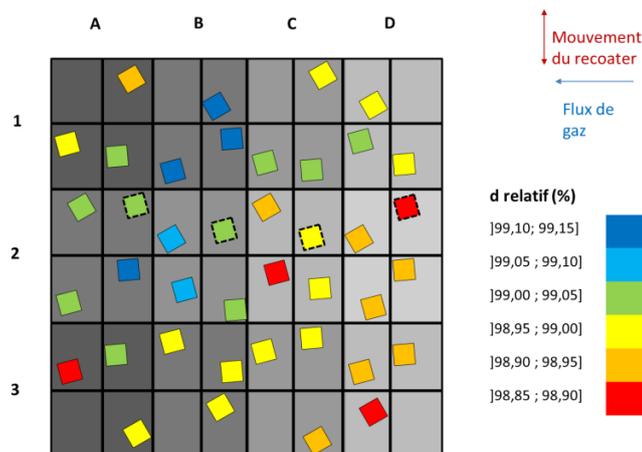


FIGURE 3-29 : CARTOGRAPHIE DES DENSITES DES ECHANTILLONS SUIVANT LEUR POSITION SUR LE PLATEAU

- La première est celle liée au mouvement du recoater et donc au dépôt du lit de poudre. En effet, on peut remarquer que les densités obtenues sur les échantillons de la zone 1 ont tendance à être dans les valeurs les plus élevées tandis que celles relatives aux échantillons de la zone 3 présentent les valeurs les plus faibles de l'intervalle. Ce problème a déjà fait l'objet de discussions au paragraphe précédent.
- On note également que les pièces lasées en dernier, proche de l'entrée du flux gazeux (colonnes C et D) présentent une densité relative plus faible que les pièces lasées en premier, situées proche de la sortie du gaz.
- Par contre, aucune tendance relative à l'orientation des pièces vis-à-vis du recoater ni relative au type de supports employés (volume ou block) ne ressort.

3.4.3 Influence du flux de gaz sur les projections

Lors de la préparation CAO des plateaux, il est préconisé de placer les pièces ayant une surface de lasage importante proche de la sortie du flux de gaz, i.e. en zone ouest selon notre référentiel. La pollution du lit de poudre (oxydes, scories, etc.) est reconnue pour être une potentielle source de défauts au sein des pièces issues du SLM. Les projections engendrées par la fusion laser de la poudre sont des pollutions auxquelles nous nous sommes intéressés. Lors de la fabrication d'un des plateaux présentés précédemment, nous avons suivi à l'aide d'une caméra rapide la formation de 3 pièces alignées sur le flux de gaz, marquées par une croix sur la figure 3-30.

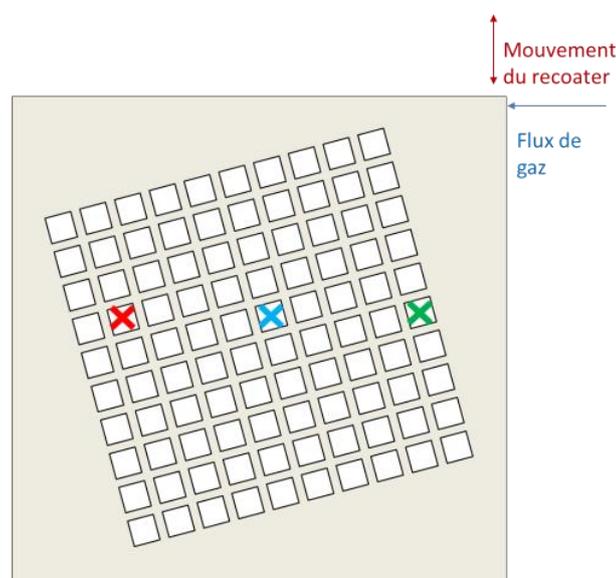


FIGURE 3-30 : POSITIONNEMENT DES PIÈCES DONT LA FORMATION A ÉTÉ SUIVIE PAR CAMERA RAPIDE

Les observations révèlent que le mouvement des projections est principalement lié au mouvement du faisceau laser. Toutefois des différences ont été constatées en fonction de la zone étudiée et sont

schématisées dans le tableau 3-3. Ces descriptions se basent sur les premières observations effectuées.

TABLEAU 3-3 : ASPECTS DES PROJECTIONS SUIVANT LA LOCALISATION DE L'ECHANTILLON SUR LE PLATEAU

| Localisation | OUEST | CENTRE | EST |
|--------------------------------|-------|--------|-----|
| Schématisation des projections | | | |

A l'ouest du plateau, les projections sont à la fois dirigées par le mouvement du faisceau laser mais sont également attirées par l'aspiration du flux de gaz. La majorité des scories se déposent à la droite de la zone lasée. Au centre du plateau, le flux de gaz ne semble pas influencer le mouvement des projections. Les scories se dirigent suivant l'axe de lasage. Enfin à l'est du plateau, le mouvement des projections est un panache des deux modes précédemment décrits. Les scories sont légèrement déportées par le flux de gaz, à droite de la zone lasée.

3.4.4 Influence du flux de gaz sur les états de surfaces

Ayant constaté que le flux de gaz pouvait avoir une influence sur le déplacement des projections en fonction du positionnement de l'éprouvette sur le plateau, nous avons voulu évaluer les conséquences sur la qualité des surfaces des obtenues. Pour cela nous avons mesuré la rugosité des échantillons marqués d'une croix sur la figure 3-31 suivant le protocole donné au chapitre 2.

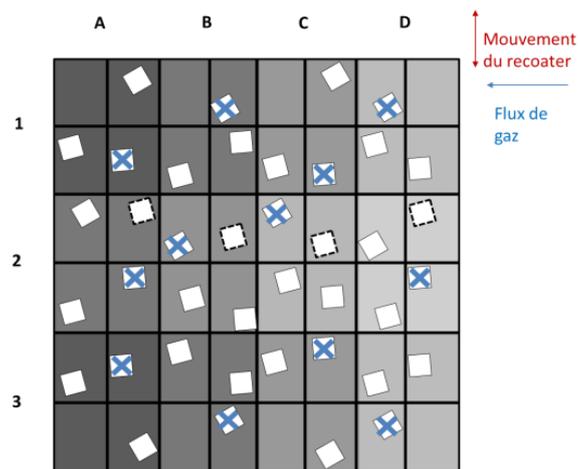


FIGURE 3-31 : REPARTITION SPATIALE DES ECHANTILLONS TESTES PAR RUGOSIMETRIE

Nous avons choisi un échantillon par zone d'influence (A1, A2 etc). Seules les orientations extrêmes vis à vis du recoater (5° ou 30°) ont été testées. À partir de ces mesures, nous avons cherché à déterminer l'existence de tendances (vis-à-vis du flux de gaz, du mouvement du recoater, de la face étudiée, etc) (figures 3-32, 3-33 et 3-34).

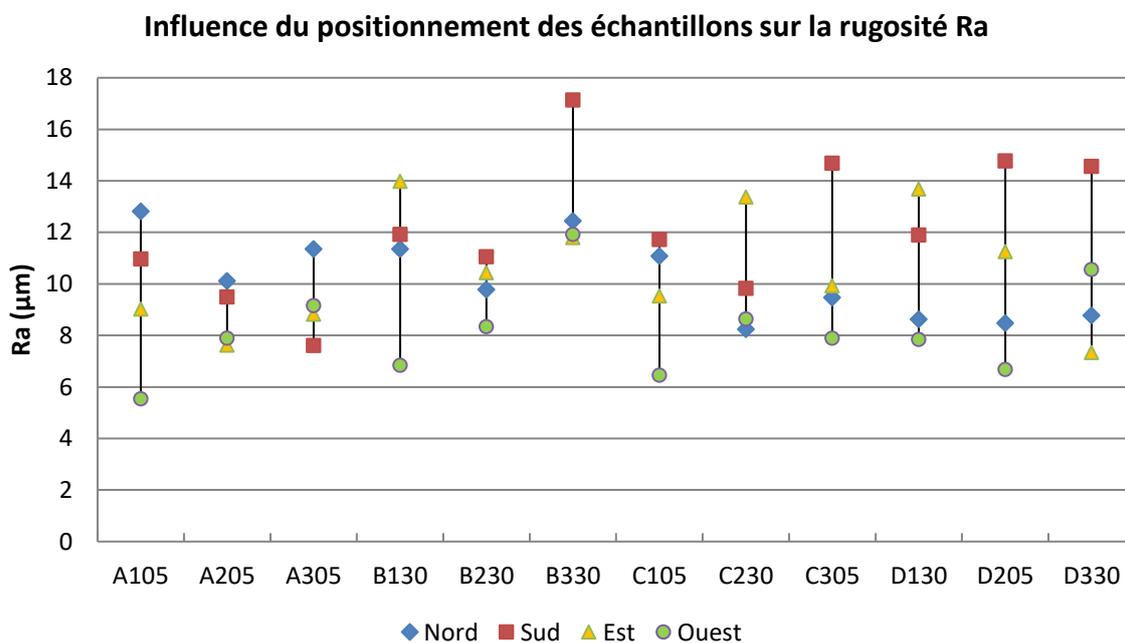


FIGURE 3-32 : RUGOSITE MOYENNE PAR FACE DES ECHANTILLONS

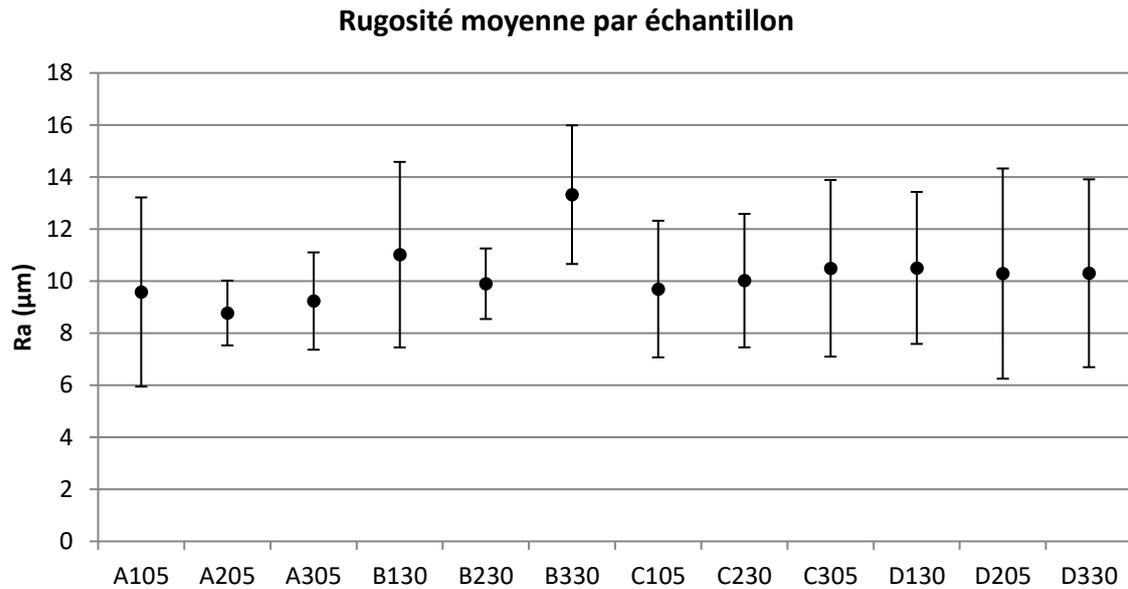


FIGURE 3-33 : RUGOSITE MOYENNE PAR ECHANTILLON

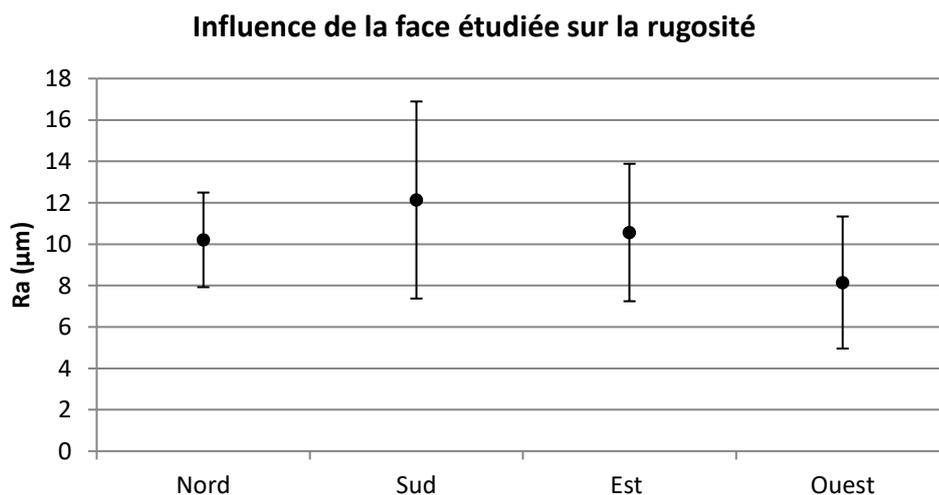


FIGURE 3-34 : RUGOSITE MOYENNE DE L'ENSEMBLE DES ECHANTILLONS PAR FACE

Les trois figures 3-32, 3-33 et 3-34 nous permettent de constater qu'il n'existe aucune tendance notable au vu des dispersions non négligeables des mesures (plusieurs μm). De façon globale, avec les conditions opératoires telles qu'employées, nous obtenons des rugosités, équivalentes Ra, aux alentours de $10\mu\text{m}$. Ainsi avec une paramétrie standard et des pièces brutes de fabrication, nous ne sommes pas en mesure d'obtenir des surfaces fonctionnelles telles que généralement attendues dans l'industrie ($Ra < 6\mu\text{m}$). Un travail paramétrique est donc nécessaire pour l'amélioration de ce critère.

3.4.5 Influence du positionnement sur les propriétés mécaniques

Comme discuté au chapitre 2, la mesure de la dureté d'un échantillon est un moyen rapide pour obtenir des premières informations sur les propriétés mécaniques d'un matériau. Nous avons décidé pour cette étude de caractériser, lorsque cela était possible, un échantillon par zone définie suivant le découpage présenté précédemment. La figure 3-35 présente le positionnement des échantillons testés.

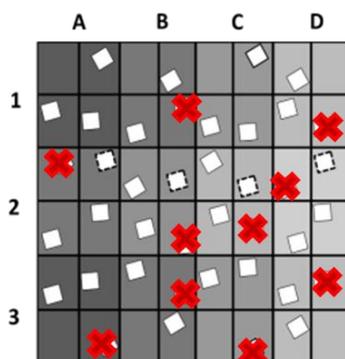


FIGURE 3-35 : POSITIONNEMENT DES ECHANTILLONS CARACTERISES PAR ESSAIS VICKERS

L'ensemble des 10 échantillons caractérisés présente une dureté Vickers peu dispersée. En moyenne, la dureté de ces échantillons bruts de SLM est de $130,2 \pm 1,7$ HV5. À titre comparatif, un alliage AlSi7Mg0,6 issu de la fonderie classique et ayant subi un traitement thermique durcissant T6, a une dureté moyenne de 101 HV5 [ASM, 1993]. Ainsi, les pièces fabriquées par SLM et n'ayant subi aucun post-traitement présentent une dureté plus élevée, ce qui peut être expliqué par la finesse de la microstructure obtenue (cf. chapitre 4.4). Aucune dispersion et/ou tendance, liée au positionnement des éprouvettes sur le plateau, n'est constatée.

3.5. Choix du mode laser

Dans le paragraphe 3.1.3.b), nous avons discuté de l'existence de 2 modes laser, le mode *Delay* et le mode *Skywriting*. Afin d'étudier l'influence du choix du mode laser sur la santé matière des échantillons, des observations en coupe transversale (perpendiculaire à l'axe de construction) ont été réalisées (figures 3-36 et 3-37). Une attaque chimique a été faite dans l'objectif de révéler la stratégie de lasage employée.

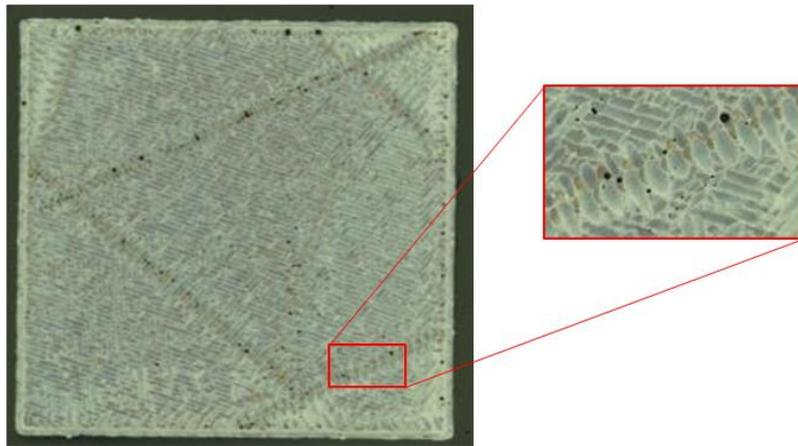


FIGURE 3-36 : COUPE TRANSVERSALE - MODE DELAY

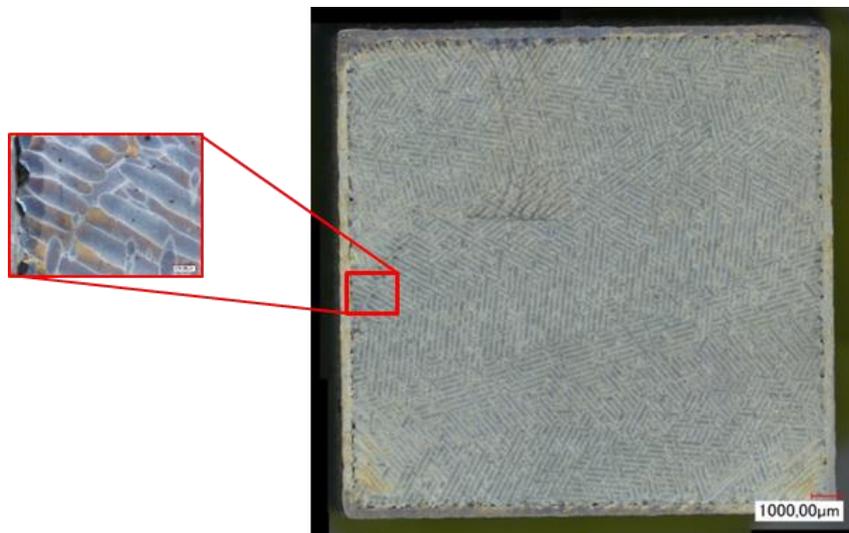


FIGURE 3-37 : COUPE TRANSVERSALE - MODE SKYWRITTING

Pour rappel, le pattern employé ici est de type *Stripe*, ce qui correspond à un lasage suivant des lignes de dimensions définies L_v . Ainsi les pièces sont lasées par bande. Ces bandes se retrouvent très clairement sur les micrographies. La différence entre les modes laser employés est clairement observable au niveau de la jonction entre deux bandes (encadrés rouges). En mode *Delay*, on observe ce qui semble être des traces de lasage plus larges que les autres observées au milieu des bandes. De plus, ces jonctions correspondent à des zones de concentrations de grosses porosités (diamètre $> 10\mu\text{m}$) également observées sur des échantillons non attaqués. Tous ces éléments tendent à valider l'hypothèse d'un apport énergétique plus important sur ces parties, qui correspondent à des débuts et fins de vecteurs de lasage. Ce surplus d'énergie locale, dû à une augmentation de la densité d'énergie ψ (à cause d'une diminution de la vitesse de balayage du laser) entraîne un élargissement

du bain de fusion et l'apparition de phénomènes de keyhole, conduisant à la formation des porosités. En mode *Skywriting*, aucun de ces phénomènes n'a été observé à cœur de l'échantillon.

Par ailleurs, quel que soit le mode utilisé, des alignements de porosités sont localisés à l'interface entre le contour de la pièce et son cœur. Nos essais mettent en évidence l'importance d'ajouter une étape supplémentaire de lasage intermédiaire (qu'il convient de définir précisément) entre le contour et le remplissage du volume, étape développée par les constructeurs (*Fill-contour*).

Conclusions

Le moyen de production *SLM 280HL* se révèle être un outil complexe à maîtriser. De la matière première choisie au mode laser employé, nous avons pu constater au cours de notre étude qu'un grand nombre de facteurs peut avoir une influence sur les propriétés des pièces produites. Ainsi, nous avons mis en relief l'importance du choix de la poudre et de ses propriétés, notamment en termes de répartition granulométrique. Une distribution plurimodale de la population de particules entrainera des défauts d'étalement, les conséquences pouvant être une simple dégradation de la santé matière finale, à l'impossibilité de produire.

D'autres éléments ont une influence notable, tel que le mouvement du recoater, le balayage de la zone de construction par le flux d'Argon. Ainsi, la façon de positionner une pièce sur le plateau sera une étape de la préparation d'une fabrication à ne pas négliger. Ces éléments ont un impact sur la densité des pièces, leurs propriétés de surfaces et leurs propriétés mécaniques.

La prise en considération de ces éléments dès la conception d'un plateau, constitue donc un premier pas vers l'optimisation des conditions opératoires. Toutefois, pour obtenir la meilleure santé matière sur les pièces en alliages d'aluminium fabriquées par SLM, il est nécessaire de travailler sur la paramétrie de production. Cet aspect d'optimisation fait l'objet des études présentées dans les chapitres suivants.

Chapitre 4

Santé matière des pièces en alliages AlSi7Mg0,6 fabriquées par SLM

| | | |
|--------|--|-----|
| 4.1. | Conditions expérimentales..... | 122 |
| 4.1.1 | Choix du facteur de l'étude : la densité d'énergie ψ | 122 |
| a) | <i>La puissance laser P</i> | 122 |
| b) | <i>La vitesse de balayage du laser v</i> | 123 |
| c) | <i>L'épaisseur de poudre déposée e</i> | 123 |
| d) | <i>La distance inter-cordons h</i> | 124 |
| e) | <i>Le débit de construction B</i> | 125 |
| f) | <i>Définitions des densités d'énergie</i> | 125 |
| 4.1.2 | Choix de la stratégie de lasage..... | 127 |
| 4.1.3 | Caractérisation de la matière première..... | 127 |
| 4.2. | Variations de la densité d'énergie linéique ψ_L : étude de cordons de lasage monocouche..... | 129 |
| 4.2.1 | Étude expérimentale des lignes de fusion..... | 129 |
| 4.2.2 | Simulation thermique d'un cordon monocouche..... | 133 |
| a) | <i>Représentativité du modèle thermique choisi</i> | 134 |
| b) | <i>Influence des paramètres P et v sur la géométrie du cordon</i> | 135 |
| 4.3. | Études paramétriques de la densité d'énergie volumique ψ | 138 |
| 4.3.1 | Étude à densité d'énergie volumique Ψ variable | 138 |
| a) | <i>Méthodologie</i> | 138 |
| b) | <i>Évolution de la densité relative en fonction de la densité d'énergie volumique</i> | 139 |
| c) | <i>Évolution de la rugosité en fonction de la densité d'énergie volumique</i> | 142 |
| d) | <i>Bilan</i> | 143 |
| 4.3.2 | Étude à densité d'énergie volumique ψ fixe..... | 143 |
| a) | <i>Méthodologie</i> | 143 |
| b) | <i>Influence des paramètres sur de la densité relative</i> | 144 |
| c) | <i>Influence des paramètres sur la rugosité</i> | 147 |
| b) | <i>Bilan</i> | 148 |
| 4.4. | Modélisation 1D en vue d'une optimisation du critère de densité d'énergie volumique | |
| ψ | 148 | |

| | | |
|-------|---|-----|
| 4.5. | Caractérisation de la santé matière du matériau à paramétrie fixée | 151 |
| 4.5.1 | Caractérisation des porosités | 151 |
| 4.5.2 | Étude de la microstructure SLM : organisation multi-échelle et genèse d'une microstructure métastable..... | 155 |
| a) | <i>Une organisation microstructurale multi-échelle, observations et analyses</i> | 156 |
| b) | <i>Une histoire thermique complexe.....</i> | 166 |
| c) | <i>Quelles peuvent-être les conséquences de la présence initialement importante d'oxyde sur la microstructure ?</i> | 169 |
| 4.5.3 | Propriétés mécaniques | 170 |
| a) | <i>Influence du procédé d'élaboration</i> | 170 |
| b) | <i>Influence de l'état de surface.....</i> | 173 |
| | Conclusion et perspectives | 177 |

Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés à l'influence des variations paramétriques sur la santé matière de pièces fabriquées par SLM en alliage AlSi7Mg0,6 en nous concentrant particulièrement sur l'étude de la densité d'énergie ψ . Dans nos conditions expérimentales, l'étude des bains de fusion, la détermination de la densité relative, l'observation des défauts caractéristiques et l'évaluation des états de surfaces ont permis de converger vers une paramétrie optimale. Des caractérisations mécaniques et des analyses microstructurales, ont été menées sur ce matériau afin de comprendre les phénomènes mis en jeu lors de la fusion de pièces par SLM.

4.1. Conditions expérimentales

4.1.1 Choix du facteur de l'étude : la densité d'énergie ψ

Comme nous avons pu le voir aux chapitres précédents, il existe une multitude de paramètres ayant une influence directe sur le processus de construction, et donc sur la qualité de la pièce. Parmi ces paramètres, ceux ayant retenu le plus d'attention au cours de ces dernières années dans la littérature sur l'optimisation des conditions opératoires du procédé SLM sont la puissance du laser P , la vitesse de lasage v , la distance inter-cordons h et l'épaisseur de poudre déposée e (cf. chapitre 1).

a) La puissance laser P

La puissance du faisceau laser représente la principale source d'énergie nécessaire à la fusion de la poudre. Plus la valeur de la puissance est élevée, plus il y aura d'énergie transmise à la poudre et des températures plus élevées seront atteintes au niveau du bain de fusion. Une puissance laser trop faible ne permet pas une fusion suffisante de la matière première, ce qui aura des conséquences sur la santé matière de la pièce produite, comme discuté au chapitre 1 (porosités, particules non-fondues, inclusions, etc.). A l'inverse, une puissance laser trop élevée peut entraîner des phénomènes d'évaporation d'éléments constitutifs des alliages et engendrer, au niveau du bain de fusion, des effets *keyhole* (et *a fortiori* la présence de porosités).

La machine SLM 280^{HL} dont nous disposons permet de travailler jusqu'à des puissances maximales de 400W. Les conditions de fusion d'une poudre sont dépendantes de ses propriétés matériaux, notamment sa conductivité thermique et de sa réflectivité. Ainsi, la détermination de la puissance adéquate à l'obtention de pièces de qualité est liée au matériau initial.

La puissance laser représente donc une quantité d'énergie transmise à la poudre par unité de temps. Ainsi, pour savoir comment le matériau va réagir à cet apport énergétique, il est nécessaire de savoir combien de temps il y sera exposé. Cette donnée est maîtrisée via la vitesse de balayage v .

b) La vitesse de balayage du laser v

La vitesse de balayage v est la caractéristique temporelle de déplacement du faisceau laser sur la zone de travail ; elle s'exprime en $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$. Le choix de v dépend du temps d'exposition nécessaire de la poudre au laser pour permettre un transfert d'énergie suffisant pour réaliser la fusion. Si ce temps d'exposition est trop faible, cela entraînera des manques de fusion locaux, ainsi que l'apparition de défauts tels que des porosités. *A contrario*, une vitesse de balayage trop faible induira un transfert trop important d'énergie vers la poudre et par conséquent un risque élevé d'évaporation d'éléments d'alliage et donc, là encore, d'apparition de porosités. Nous verrons par la suite que le choix de la vitesse de balayage optimal est assez délicat à obtenir sachant qu'il est aussi fortement dépendant de la puissance laser sélectionnée.

c) L'épaisseur de poudre déposée e

S'il est évident que plus l'épaisseur de poudre e déposée est grande, plus rapide sera la production, il est important de noter que ce paramètre aura une influence sur la précision géométrique (figure 4-1) de la pièce et *a fortiori* sur son état de surface.

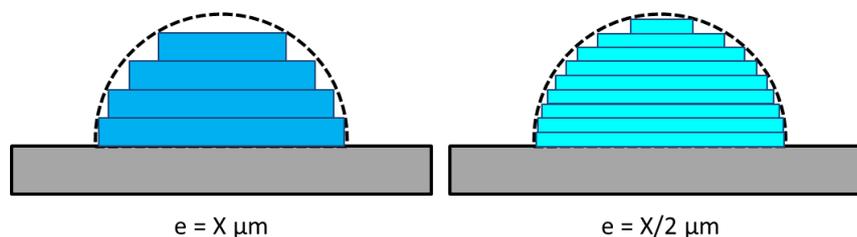


FIGURE 4-1 : INFLUENCE DE L'ÉPAISSEUR DE POUDRE DÉPOSÉE SUR LA PRÉCISION GÉOMÉTRIQUE DE LA PIÈCE FINALE

Outre l'aspect de précision géométrique, nous avons aussi constaté lors de nos essais l'existence de défauts d'accroches inter-couches pour les pièces fabriquées à partir de fortes épaisseurs de poudre, ce qui entraîne un risque élevé d'arrachement de la pièce, ou tout au moins d'une partie de la pièce, en cours de production, par exemple lors du passage du recoater. La figure 4-2 illustre ce phénomène dans le cas de murs mono-cordons.

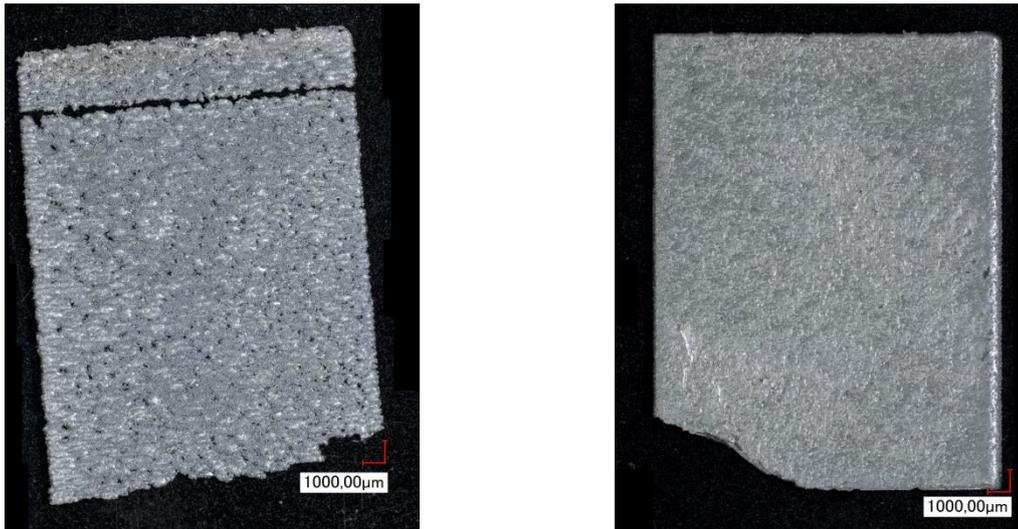


FIGURE 4-2 : INFLUENCE DE L'ÉPAISSEUR DE POUDRE SUR L'ACCROCHE INTER-COUCHE : A GAUCHE $P=350W$, $v=1150MM.S^{-1}$, $e=250\mu M$; A DROITE $P=350W$, $v=1150MM.S^{-1}$, $e=50\mu M$

d) La distance inter-cordons h

Définir la stratégie de lasage consiste à définir comment le laser va se déplacer sur l'aire de poudre à fusionner. Comme nous en avons discuté au chapitre 3, il existe différents choix possibles pour la trajectoire effectuée par le laser. Lorsque le faisceau laser chauffe le lit de poudre, une aire spécifique absorbe l'énergie et une partie de celle-ci fond : cette zone de fusion définit le bain de fusion. La distance inter-cordons h , exprimée en mm, représente l'écartement de deux vecteurs lasers adjacents et donc la distance entre les deux lignes moyennes de deux cordons voisins (figure 4-3).

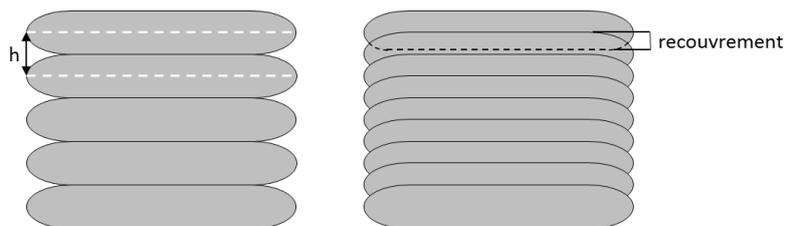


FIGURE 4-3 : DIFFÉRENTS CHOIX DE DISTANCES INTER-CORDONS h : A GAUCHE, CAS DE CORDONS ADJACENTS ; A DROITE, CAS DE RECOUVREMENT DES CORDONS

Comme nous le verrons par la suite, il est fréquent, dans les conditions optimales de puissance et vitesse laser, d'obtenir un cordon de lasage de largeur légèrement irrégulière. Pour pallier le problème d'un éventuel défaut de fusion inter-cordons dû à cette irrégularité de largeur de bain, on favorise un léger recouvrement des cordons de lasage, tel qu'illustré sur la figure 4-3.

Ainsi pour définir la distance inter-cordons optimale, il faut être capable de définir le taux de recouvrement idéal afin de contrecarrer les défauts de stabilité des bains de fusion, tout en évitant d'avoir un taux de recouvrement trop important qui pourrait engendrer une nouvelle fusion des

premiers cordons lasés. Nous verrons en effet par la suite que ce phénomène est néfaste à la qualité finale de la pièce en entraînant la formation de porosités, des évolutions de la microstructure, etc.

e) Le débit de construction B

Compte tenu de l'importance des 3 paramètres v , e et h sur la productivité et la bonne santé matière du produit final, l'un des critères de performance d'une machine SLM est, d'un point de vue industriel, le débit de construction B , c'est-à-dire sa capacité à élaborer des pièces de qualité en un minimum de temps. Il est défini comme étant le produit de la distance inter-cordons h , avec l'épaisseur de poudre déposée e et la vitesse de balayage v (relation (4.1)). Il s'exprime traditionnellement en $\text{cm}^3 \cdot \text{h}^{-1}$.

$$B = e \cdot h \cdot v \quad (4.1)$$

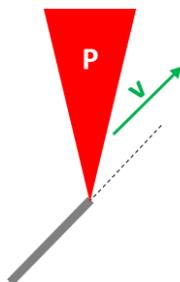
Cette définition du débit de construction ne prend pas en compte certaines étapes chronophages du processus de fabrication. Par exemple, le temps de recouvrement n'est pas considéré. Ce facteur, paramètre modifiable par l'utilisateur, peut avoir une influence non négligeable sur le temps global de fabrication. Si nous faisons par exemple varier ce temps de 8 à 12 secondes par couche, sur une production comptant 1500 couches, le temps de production sera augmenté de plus de 1h30.

f) Définitions des densités d'énergie

Comme nous l'avons déjà évoqué au paragraphe 1.3.1 b) du chapitre 1, un grand nombre d'études concernant l'optimisation des conditions opératoires du procédé SLM se concentre sur l'étude du facteur de densité d'énergie. Suivant le point de vue adopté, ce facteur peut se définir de différentes manières, en se basant sur les paramètres présentés précédemment.

• **La densité d'énergie linéique ψ_L**

La densité d'énergie linéique ψ_L correspond à la quantité d'énergie, par unité de longueur, transmise par le laser sur une ligne de lasage (figure 4-4). Elle se calcule comme étant le rapport de la puissance laser P avec la vitesse de balayage v (relation (4.2)) et s'exprime en $\text{J} \cdot \text{mm}^{-1}$.

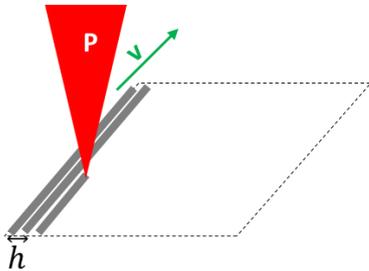


$$\psi_L = \frac{P}{v} \quad (4.2)$$

FIGURE 4-4 : DEFINITION DE LA DENSITE D'ENERGIE LINEIQUE

• **La densité d'énergie surfacique ψ_s**

La densité d'énergie surfacique représente la quantité d'énergie, par unité de surface, transmise par le laser pour fusionner toute la surface spécifique lasée sur une couche (figure 4-5). C'est le rapport de la densité d'énergie linéaire ψ_L avec la distance inter-cordons h (relation (4.3)) et s'exprime en $J.mm^{-2}$.

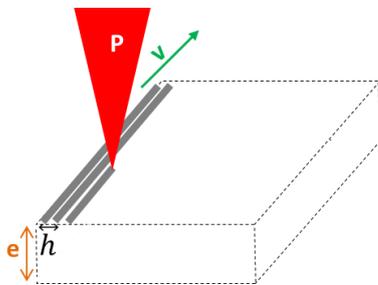


$$\psi_s = \frac{\psi_L}{h} = \frac{P}{h \cdot v} \quad (4.3)$$

FIGURE 4-5: DEFINITION DE LA DENSITE D'ENERGIE SURFACIQUE

• **La densité d'énergie volumique ψ**

Cette définition de la densité d'énergie est celle la plus couramment employée. Elle correspond à la quantité d'énergie, par unité de volume, que transfère le faisceau laser à l'ensemble du volume de travail (figure 4-6). Il s'agit du rapport de la densité d'énergie surfacique ψ_s et de l'épaisseur de poudre déposée e et elle s'exprime traditionnellement en $J.mm^{-3}$.



$$\psi = \frac{\psi_s}{e} = \frac{\psi_L}{e \cdot h} = \frac{P}{e \cdot h \cdot v} \quad (4.4)$$

FIGURE 4-6 : DEFINITION DE LA DENSITE D'ENERGIE VOLUMIQUE

Ces définitions de densités d'énergie sont de plus en plus contestées [PRASANTH, 2017] car elles ne prennent pas en compte un certain nombre de paramètres tels que le diamètre du spot laser, la direction du flux de gaz ou encore le pattern de lasage. Toutefois elles restent une entrée en matière intéressante en vue d'une première approche d'optimisation des conditions opératoires du procédé SLM appliqué aux alliages d'aluminium.

4.1.2 Choix de la stratégie de lasage

Comme nous en avons discuté au chapitre 3, il existe une multitude de combinaisons de stratégie de lasage possible : choix de la trajectoire du faisceau laser (pattern), choix des différentes étapes de lasage (contour, hatching, fill contour, etc.). Pour notre étude, les choix suivants ont été faits :

- (i) Le lasage, dans un 1^{er} temps, de l'ensemble des contours des pièces du plateau, puis celui du cœur de la pièce ;
- (ii) Le choix du *stripe comme* pattern de remplissage (cf. chapitre 3) ;
- (iii) Définition d'une longueur maximale du vecteur de lasage suffisamment grande afin, d'une part, d'éviter le lasage en bande, comme discuté au chapitre précédent, et, d'autre part, de pouvoir laser systématiquement entre 2 extrémités de la surface à réaliser ;
- (iv) Réalisation des contours et des cœurs avec la même puissance laser P et la même vitesse de balayage v et donc la même densité d'énergie linéaire ψ_L .

Nous avons pu constater que nos choix n'étaient pas optimaux, notamment en ce qui concerne les paramètres contour/cœur car pour certaines paramètres testées, une décohésion marquée entre le contour de la pièce et le cœur a été observée (figure 4-7).

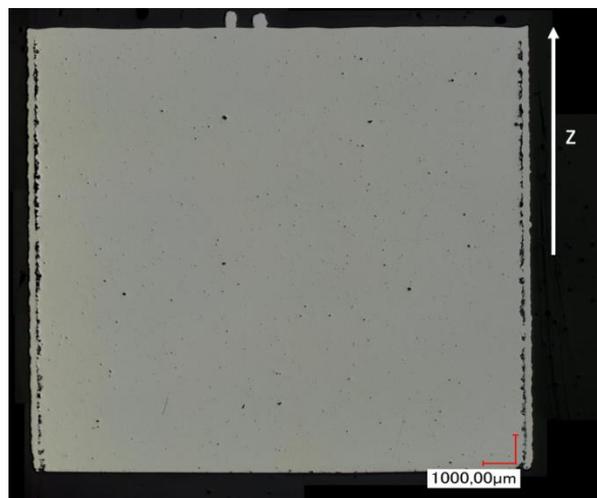


FIGURE 4-7 : EXEMPLE DE DECOHESION CŒUR/CONTOUR, COUPE LONGITUDINALE

4.1.3 Caractérisation de la matière première

La poudre d'aluminium utilisée pour réaliser les échantillons a été obtenue par atomisation à gaz (Hélium). Il en résulte des particules sphériques (figure 4-8). On note que les particules de poudre contiennent des pores. L'analyse quantitative sur une zone alpha (figure 4-9) d'une particule montre

que la phase alpha (grise) est sursaturée en Si. Cela semble cohérent vu les vitesses élevées de refroidissement lors de la fabrication des poudres par atomisation.

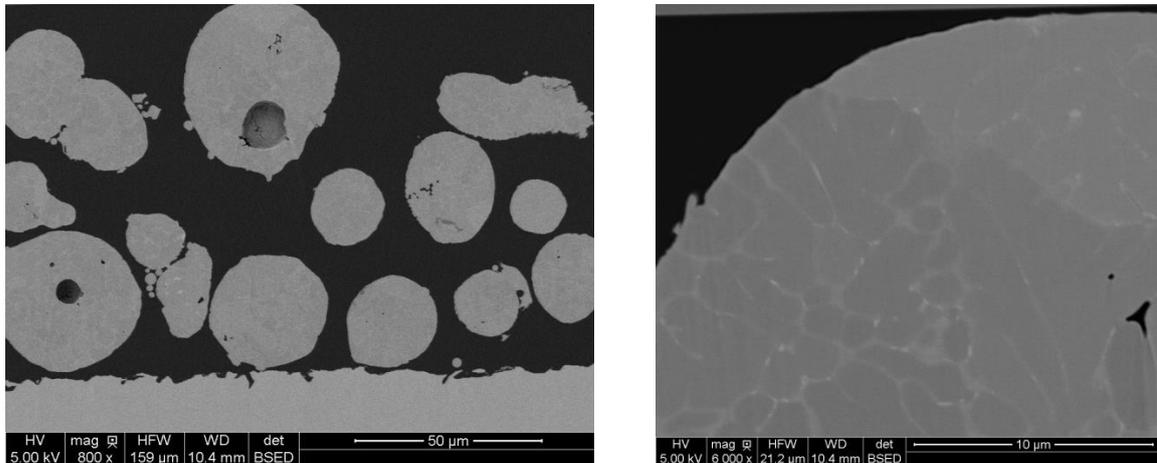


FIGURE 4-8 : OBSERVATIONS MEB DE LA POUDRE D'ALLIAGE ALSI7MG0,6

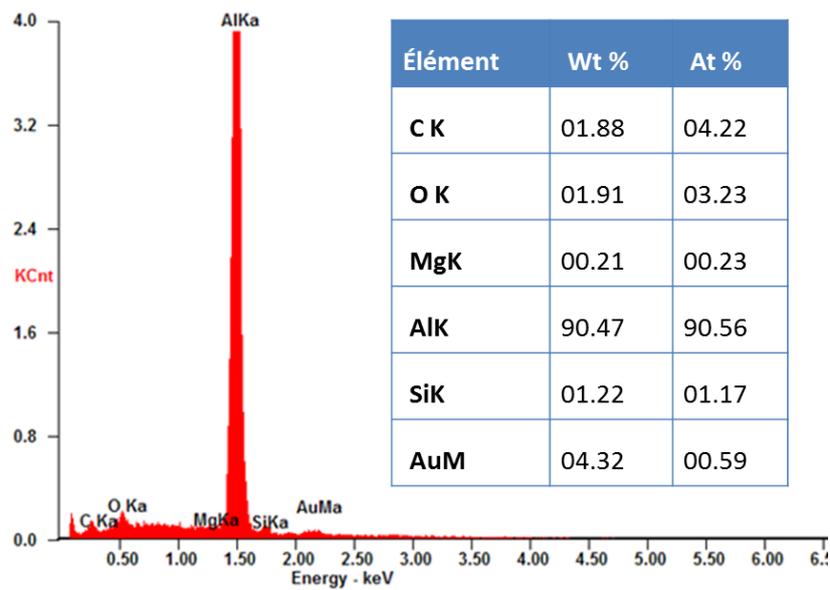


FIGURE 4-9 : ANALYSE SEMI-QUANTITATIVE EDX DE LA POUDRE D'ALSI7MG0,6 (ZONE GRISE)

La répartition granulométrique est présentée sur la figure 4-10. Les valeurs de D_{10} , D_{50} et D_{90} de la poudre sont respectivement de 22,94 μm , 39,12 μm et 62,29 μm . Seules des poudres neuves, c'est-à-dire n'étant jamais passées en machine SLM, ont été utilisées.

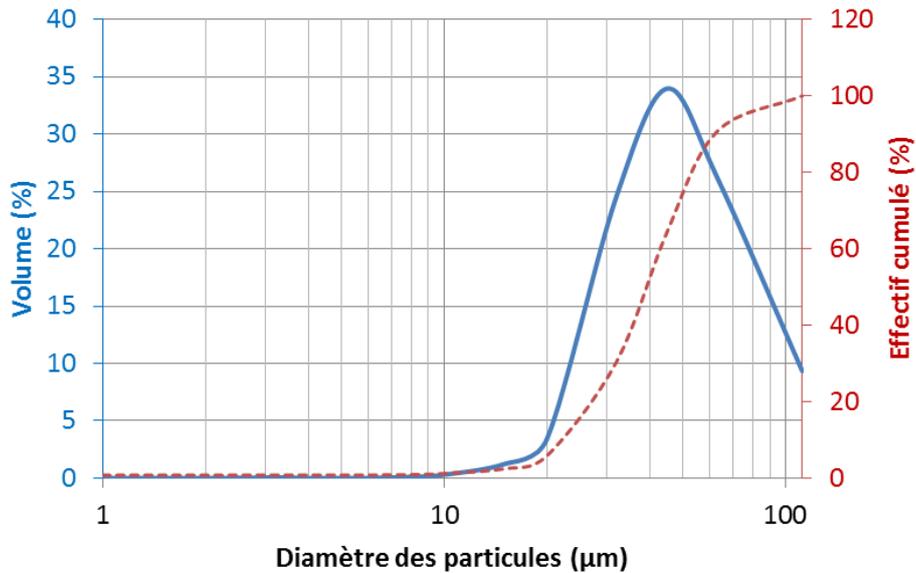


FIGURE 4-10 : REPARTITION GRANULOMETRIE DE LA POUDRE D'ALLIAGE AlSi7Mg0,6 UTILISEE POUR L'ETUDE

4.2. Variations de la densité d'énergie linéique ψ_L : étude de cordons de lasage monocouche

4.2.1 Étude expérimentale des lignes de fusion

Le constituant élémentaire des pièces fabriquées par SLM est le cordon de lasage monocouche. Comprendre son élaboration et les phénomènes mis en jeu lors de sa création représente donc une première étape pour la compréhension finale des interactions matériau/procédé dans le cas de la mise en œuvre d'alliages d'aluminium par SLM.

De premiers travaux sont réalisés afin d'étudier l'influence de la paramétrie sur la géométrie des cordons obtenus. Cette étude est centrée autour d'une variation de la densité d'énergie linéique ψ_L . La puissance laser P varie de 175 W à 395 W, et la vitesse de balayage v de 285 mm.s⁻¹ à 2850 mm.s⁻¹. L'épaisseur de poudre déposée e sur le plateau de construction est fixée à 50 μm. La géométrie des cordons est observée en microscopie optique. Les cordons sont classés en deux catégories, à savoir les cordons dits « stables », c'est-à-dire d'aspect parfaitement régulier, et les cordons dits « instables », c'est-à-dire présentant des irrégularités telles que des manques de fusion, des pincements, de l'effet *balling* ou encore des porosités de tailles conséquentes. La figure 4-11 illustre les deux cas envisagés.



FIGURE 4-11 : CATEGORIE DE CORDONS, a) CORDON CONSIDERE STABLE, b) CORDON INSTABLE

La largeur moyenne des cordons a été mesurée à l'aide du microscope Keyence VHX 2000. Pour chacun des cordons, la mesure est effectuée sur une longueur jugée représentative du cordon. À partir d'une tangente au cordon, cinq points de mesures aléatoires sont effectués (figure 4-12). Les largeurs de cordons données par la suite sont les moyennes arithmétiques de ces cinq mesures.

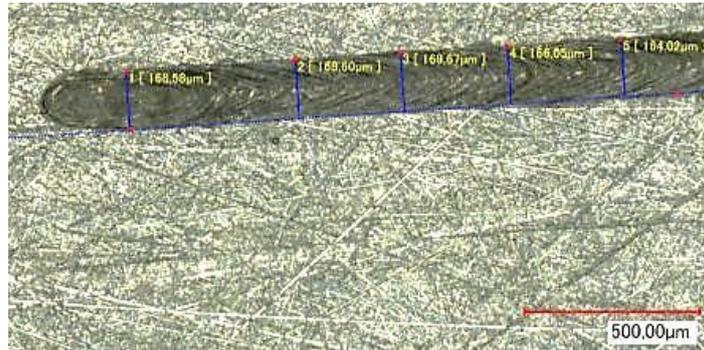


FIGURE 4-12: EXEMPLE DE MESURE DE LA LARGEUR DES CORDONS

Les figures 4-13 et 4-14 récapitulent les résultats obtenus. Les résultats sont présentés sans barres d'erreurs car ils sont peu sensibles au choix des 5 points de mesures.

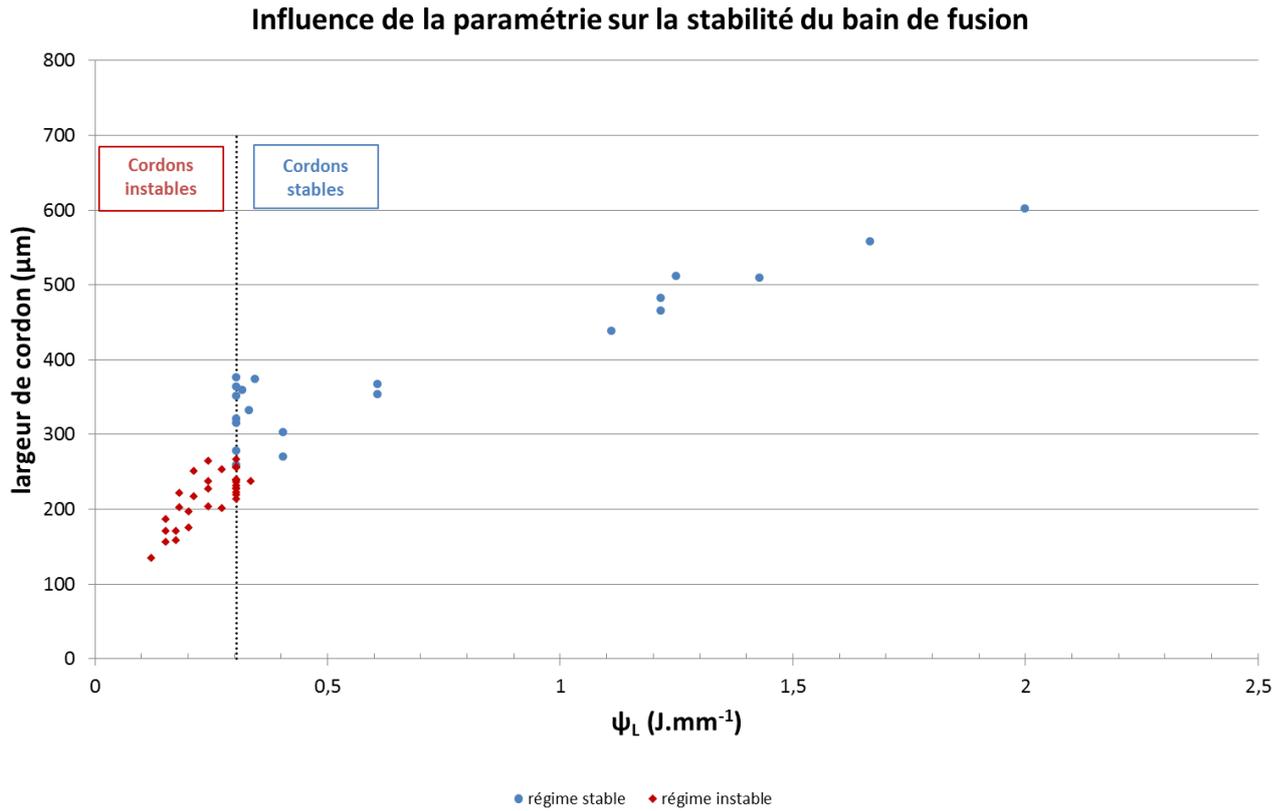


FIGURE 4-13 : INFLUENCE DE LA PARAMETRIE SUR LA LARGEUR DU BAIN DE FUSION

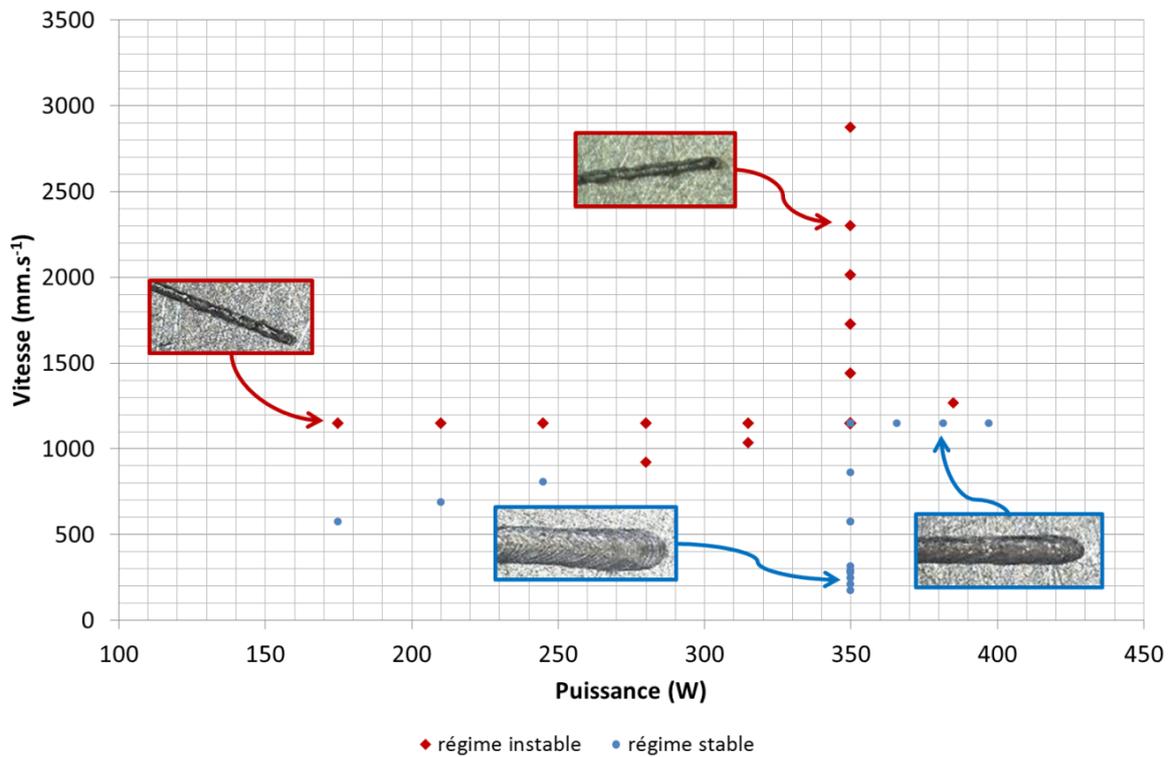


FIGURE 4-14 : INFLUENCE DE LA PARAMETRIE SUR LA STABILITE DU CORDON

De plus, pour un temps et une longueur donnés, on peut faire une analogie entre la densité d'énergie linéique ψ_L et le flux de chaleur q apporté par la source laser, tel que défini au chapitre 2 (4.5) :

$$q = \frac{2AP}{\pi r_b^2} e^{-2\frac{r^2}{r_b^2}} \quad (4.5)$$

où A est l'absorptivité d'énergie laser du matériau, P la puissance du laser, r_b le rayon du spot laser et r le rayon du bain de fusion.

Le rayon focal r_b étant fixé, $\frac{1}{v}$ se comporte donc comme le terme $e^{-2\frac{r^2}{r_b^2}}$ de la source de chaleur numérique, ce qui confirme les résultats expérimentaux rassemblés sur la figure 4-15 : pour une densité linéique constante, la largeur du cordon augmente avec la vitesse de balayage.

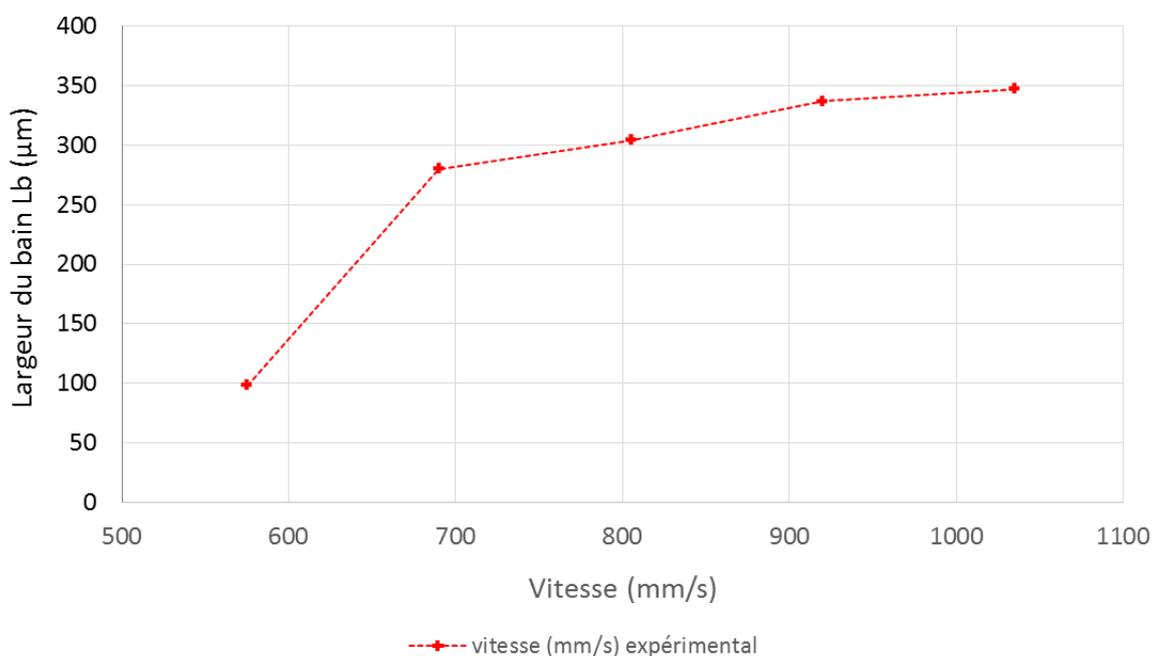


FIGURE 4-15 : ÉVOLUTION DE LA LARGEUR DU CORDON EN FONCTION DE LA VITESSE DE BALAYAGE POUR UNE DENSITE LINEIQUE CONSTANTE ($\psi_L = 0,3$)

Les instabilités de fusion peuvent être la genèse de nombreux défauts, de nature variable, telles que des porosités, des inclusions, des arrachements inter-couches, etc. Les figures 4-16 et 4-17 représentent la construction de murs mono-cordon respectivement à partir d'une paramétrie donnant une ligne de fusion monocouche instable, et une ligne de fusion stable, pour des épaisseurs de poudre déposée e de 50µm.

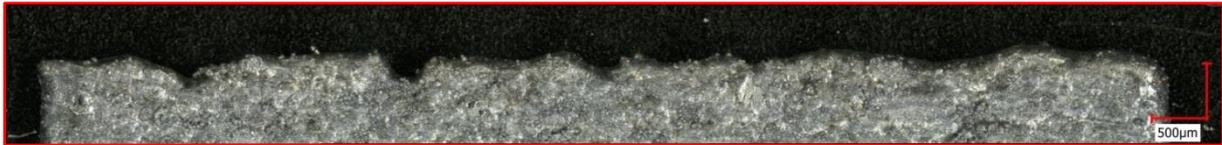


FIGURE 4-16 : EXEMPLE DE MUR MONO-CORDON ISSU D'UNE LIGNE DE FUSION INSTABLE



FIGURE 4-17 : EXEMPLE DE MUR MONO-CORDON ISSU D'UNE LIGNE DE FUSION STABLE

On constate que l'accumulation de défauts de fusion le long du cordon entraîne des affaissements de matière de plusieurs centaines de microns. On imagine aisément que ces affaissements vont être à l'origine de défauts locaux d'étalement de la poudre et d'hétérogénéités du lit de poudre, pouvant, entre autre, entraîner les conséquences discutées au chapitre 3 (de la mauvaise santé matière jusqu'à l'arrêt de production).

4.2.2 Simulation thermique d'un cordon monocouche

Afin de comprendre les mécanismes mis en jeu lors du lasage des cordons en SLM, nous avons simulé thermiquement la réalisation d'un cordon monocouche dans les conditions expérimentales du paragraphe 4.2.1 à l'aide du logiciel *Abaqus*. La description du protocole employé est donnée au chapitre 2. Notre objectif ici est de calculer les dimensions caractéristiques du bain de fusion, à savoir sa largeur L_B , qui caractérise la largeur du cordon et, et sa profondeur P_B qui sera un premier indicateur du nombre de couches thermiquement affectées lors de la fusion.

Les propriétés matériaux employées pour les éléments sont soit des données issues de la littérature, soit des valeurs obtenues expérimentalement, à partir des différentes méthodes décrites aux chapitres 2. Le tableau 4-2 résume ces propriétés.

Le rayon de spot r_0 de la source de chaleur est égal à $40\mu\text{m}$, l'émissivité du matériau est égale à 0,3 quel que soit l'état de celui-ci et le coefficient d'échange de chaleur par convection h est fixé à $80\text{W}/\text{m}^2/\text{K}$. Le domaine numérique choisi a une largeur de $500\mu\text{m}$ et une longueur de $2500\mu\text{m}$. Bien que ces dimensions soient inférieures au domaine expérimental, correspondant aux cordons monocouches étudiés de longueur 15 mm, nous avons fait le choix de réduire le domaine d'étude afin de gagner en temps de calcul. Nous avons constaté qu'à partir $2000\mu\text{m}$ de poudre déposée, les phénomènes thermiques étaient en régime stable. Suite aux tests de convergence effectués, une dimension de maille de $25*25*25\mu\text{m}^3$ a été retenue.

TABLEAU 4-2 : PROPRIETES MATERIAUX EMPLOYEES SOUS ABAQUS

| | Substrat | Couche | |
|---|---|---------------|---|
| État d'activation | 0 | 0 | 1 |
| Épaisseur (μm) | 1000 | 50 | |
| Densité | 2,68 [ASM] | 1,72 * | 2,68 |
| Conductivité thermique (W.m⁻¹.K⁻¹) | 152 si T < 828K 304 si T > 888K [ASM] | 0,2 | 152 si T < 828K 304 si T > 888K [ASM] |
| Chaleur latente (J.kg⁻¹) | 389000 | | |
| Température de liquidus (K) | 888 | | |
| Température de solidus (K) | 828 | | |
| Chaleur spécifique (J.kg⁻¹.K⁻¹) | 963 | | |

a) Représentativité du modèle thermique choisi

Dans un premier temps, nous avons voulu nous assurer que notre modèle thermique était représentatif des dimensions des cordons monocouches réalisés et présentés précédemment. Sur la figure 4-18, nous avons représenté l'ensemble des mesures expérimentales effectuées et les résultats des simulations numériques. La largeur de cordon calculée correspond à la largeur de la zone de matière dont la température atteinte, après le passage de la source de chaleur, était supérieure à la température de liquidus de l'alliage, soit 888 K.

Nous constatons que les mêmes tendances sont observées entre les mesures expérimentales et les résultats de simulation, ce qui est satisfaisant pour cette première approche numérique menée. Premièrement, les résultats numériques confirment qu'il est impossible de raisonner uniquement en termes de densité d'énergie linéique. En effet, les points obtenus pour ψ_L égal à 0,3 J.mm⁻¹ témoignent d'une variabilité de comportement du matériau, directement dépendant du couple (P,v) appliqué, comme cela avait été observé expérimentalement.

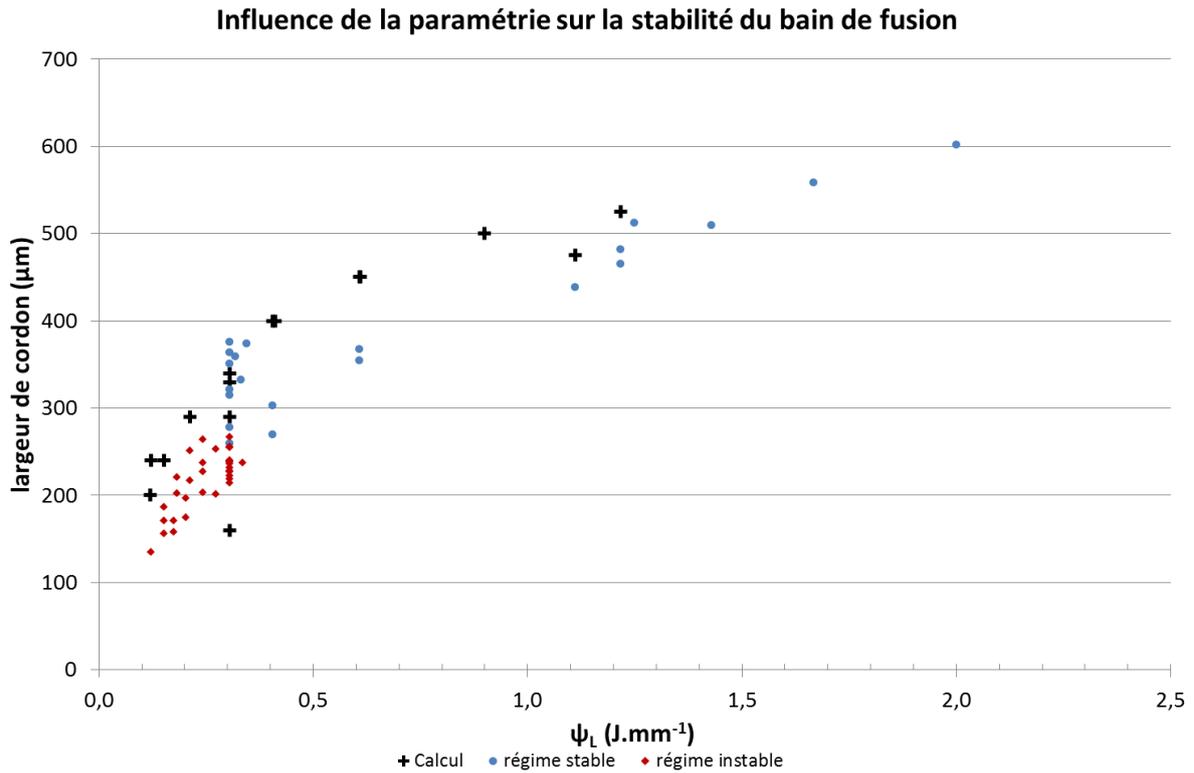


FIGURE 4-18 : COMPARAISON DES LARGEURS DES CORDONS MONOCOUCHE EXPERIMENTAUX ET DES LARGEURS SIMULEES

De plus, nous notons une surestimation de la taille des cordons monocouches par le calcul numérique, qui peut s'expliquer en particulier par le choix du rendement de la source de chaleur appliquée, mais aussi par la non prise en compte par la source de chaleur de phénomènes liés aux phénomènes de convection dans le bain de fusion. Notre but n'étant pas ici de simuler numériquement strictement le procédé SLM, mais au contraire, d'acquiescer une information qualitative de la thermique mis en jeu lors de la fusion d'un élément élémentaire d'une pièce fabriquée par SLM (ie. un cordon de lasage monocouche), nous avons jugé notre modèle conforme à nos attentes.

b) Influence des paramètres P et v sur la géométrie du cordon

Afin de déterminer l'influence de la puissance et de la vitesse de lasage sur la géométrie des cordons de lasage, nous avons simulé différents cas de figures en faisant varier alternativement chacun des paramètres et en laissant le second fixe. De plus, trois calculs ont été faits à densité d'énergie linéique identiques, mais pour des couples (P,v) différents. Les résultats sont présentés sur la figure 4-19.

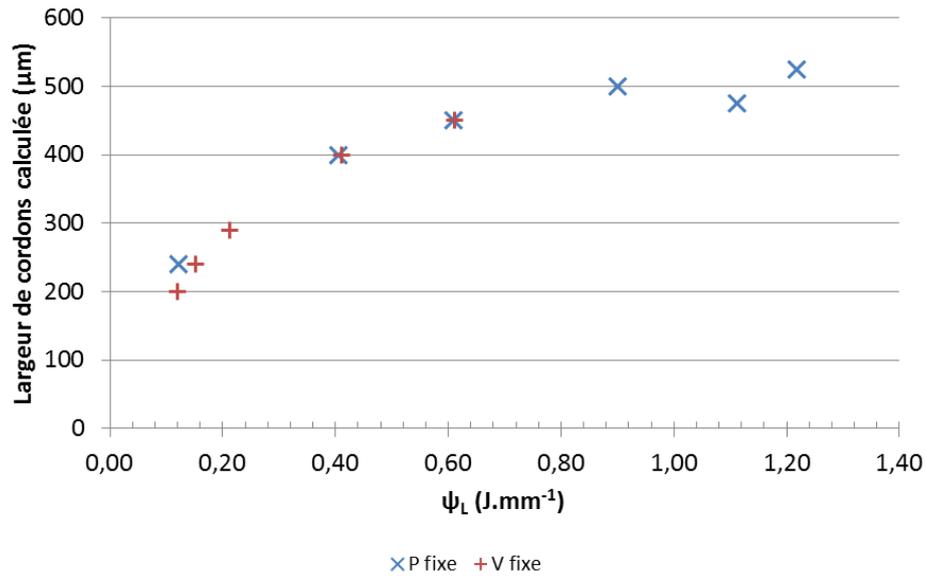


FIGURE 4-19 : INFLUENCE DE LA PUISSANCE LASER ET DE LA VITESSE DE LASAGE SUR LA GEOMETRIE DES CORDONS MONOCOUCHEs PAR SIMULATION NUMERIQUE

Nous n'avons constaté que peu de différence de comportement suivant les variations de puissance ou de vitesse de lasage.

Les essais menés ont été choisis de manière aléatoire. Les résultats obtenus ont été traités de façon statistique avec le logiciel Minitab®, utilisés de façon standard, en tant que plan d'expériences avec surfaces de réponses. Le modèle réduit non codé est donné par la relation (4.6), où P représente la puissance laser en W et v la vitesse de balayage en mm.s⁻¹. L'exploitation du plan d'expériences indique que tous les termes du modèle sont significatifs.

$$L_b = 98,5 - 0,0821 * v + 1,6250 * P + 0,0045 * v^2 - 0,000773 * P^2 - 0,000459 * v * P \quad (4.6)$$

Ce modèle présente une excellente corrélation avec le modèle numérique thermique adopté ($R^2 > 0,98$) (figure 4-20).

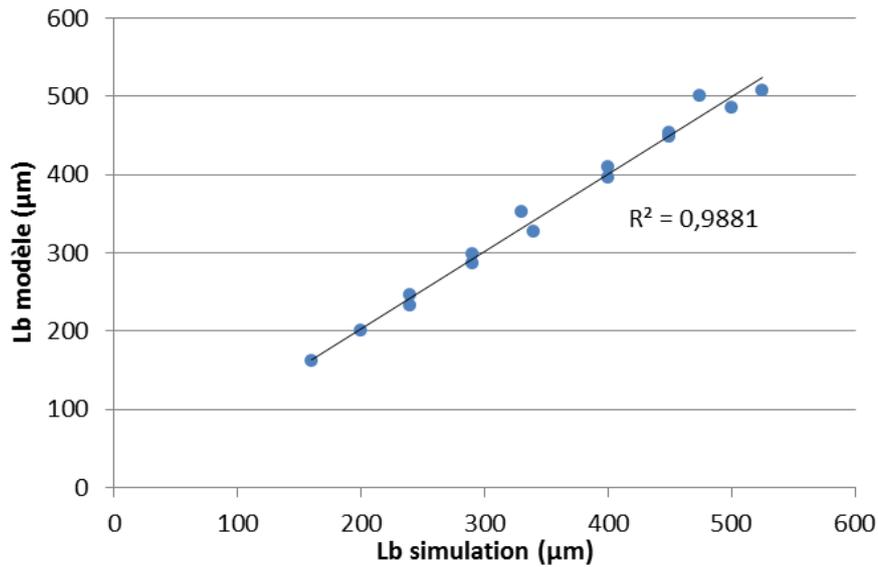


FIGURE 4-20 : CORRELATION MODELE/SIMULATION SUR LES LARGEUR DE BAIN DE FUSION

De façon analogue, les valeurs de profondeur de bain P_b issus des calculs numériques ont été exploitées sur Minitab[®]. Le modèle réduit non codé est donné par la relation (4.7).

$$P_b = 31,7 - 0,0378 * v + 0,7326 * P + 0,000018 * v^2 - 0,000361 * P^2 - 0,000184 * v * P \quad (4.7)$$

Ce modèle présente une corrélation un peu moins bonne avec le modèle numérique thermique adopté que le précédent ($R^2=0,97$ (figure 4-21)).

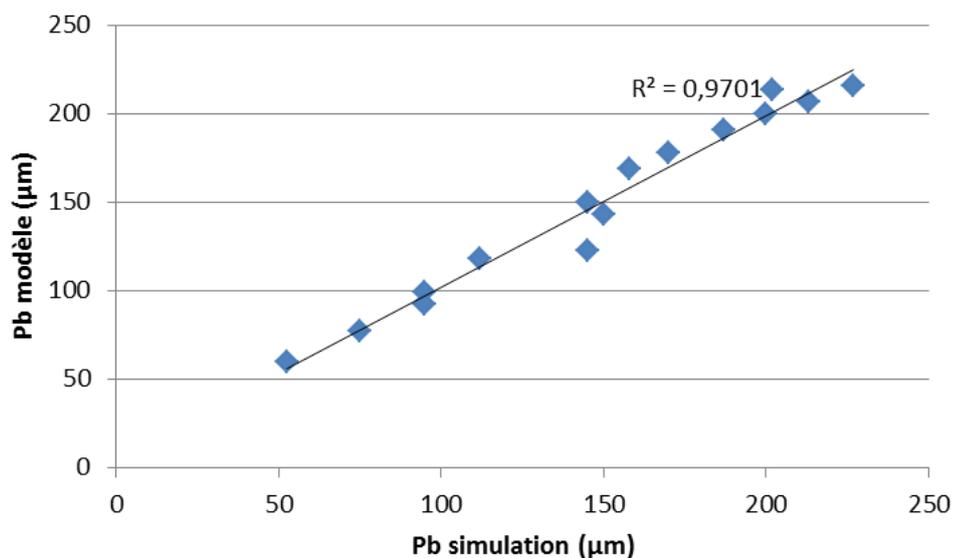


FIGURE 4-21 : CORRELATION MODELE/SIMULATION SUR LES PROFONDEURS DE BAIN DE FUSION

L'étude du constituant élémentaire que représente un cordon de lasage monocouche vis-à-vis d'une pièce 3D fabriquée par SLM apporte un grand nombre d'informations permettant de prédire la qualité finale de la pièce. Nous avons ainsi pu mesurer expérimentalement et estimer numériquement que la géométrie d'un cordon était fortement lié au régime de lasage employé (stable ou instable) en fonction des couples (P,v).

4.3. Études paramétriques de la densité d'énergie volumique Ψ

Dans la suite de ce chapitre, nous nous sommes intéressés à l'étude de la densité d'énergie volumique Ψ que nous avons définie précédemment. Deux cas ont été considérés : dans un premier temps nous avons cherché à déterminer expérimentalement une valeur optimale de Ψ , suite à quoi, à partir de la valeur déterminée, nous avons cherché à comprendre l'influence des différents facteurs définissant la densité d'énergie volumique sur les propriétés finales des pièces, en termes de densités relatives et d'états de surfaces.

4.3.1 Étude à densité d'énergie volumique Ψ variable

a) Méthodologie

Partant de la paramétrie de référence fournie par SLM Solutions (P=350W, v= 1150 mm.s⁻¹, h= 0,17 mm et e=0,05 mm), nous avons dans un premier temps fait varier un à un les 4 facteurs définissant la densité d'énergie volumique Ψ : la puissance laser, la vitesse de balayage laser, la distance inter-cordons et l'épaisseur de poudre déposée. Le tableau 4-3 présente les différentes paramétries testées.

Pour l'ensemble de ces paramétries, des cubes de 15x15x15 mm³ ont été fabriqués, dans les conditions expérimentales décrites au début de ce chapitre. Les résultats obtenus, en termes de densités relatives et de rugosités, sont discutés dans la suite de ce paragraphe.

TABEAU 4-3 : VARIATIONS PARAMETRIQUES A DENSITE D'ENERGIE VOLUMIQUE VARIABLE

| Puissance laser | Vitesse de balayage | Distance inter-cordons | Épaisseur de couche | Densité d'énergie |
|------------------------|---------------------------------|-------------------------------|----------------------------|---------------------------------|
| <i>W</i> | <i>mm.s⁻¹</i> | <i>mm</i> | <i>mm</i> | <i>J.mm⁻³</i> |
| 350 | 287,5 | 0,170 | 0,05 | 143,22 |
| 350 | 575 | 0,170 | 0,05 | 71,61 |
| 350 | 862,5 | 0,170 | 0,05 | 47,74 |
| 350 | 1150 | 0,170 | 0,05 | 35,81 |
| 350 | 1437,5 | 0,170 | 0,05 | 28,64 |
| 350 | 1725 | 0,170 | 0,05 | 23,87 |
| 350 | 2012,5 | 0,170 | 0,05 | 20,46 |
| 350 | 2300 | 0,170 | 0,05 | 17,90 |
| 350 | 2875 | 0,170 | 0,05 | 14,32 |
| 350 | 175 | 0,170 | 0,05 | 235,29 |
| 350 | 1150 | 0,170 | 0,05 | 35,81 |
| 365,75 | 1150 | 0,170 | 0,05 | 37,42 |
| 381,5 | 1150 | 0,170 | 0,05 | 39,03 |
| 397,5 | 1150 | 0,170 | 0,05 | 40,66 |
| 175 | 1150 | 0,170 | 0,05 | 17,90 |
| 210 | 1150 | 0,170 | 0,05 | 21,48 |
| 245 | 1150 | 0,170 | 0,05 | 25,06 |
| 280 | 1150 | 0,170 | 0,05 | 28,64 |
| 315 | 1150 | 0,170 | 0,05 | 32,23 |
| 350 | 1150 | 0,068 | 0,05 | 89,51 |
| 350 | 1150 | 0,094 | 0,05 | 64,75 |
| 350 | 1150 | 0,119 | 0,05 | 51,15 |
| 350 | 1150 | 0,145 | 0,05 | 41,98 |
| 350 | 1150 | 0,170 | 0,05 | 35,81 |
| 350 | 1150 | 0,196 | 0,05 | 31,06 |
| 350 | 1150 | 0,221 | 0,05 | 27,54 |
| 350 | 1150 | 0,247 | 0,05 | 24,64 |
| 350 | 1150 | 0,272 | 0,05 | 22,38 |
| 350 | 1150 | 0,170 | 0,25 | 7,16 |
| 350 | 1150 | 0,170 | 0,15 | 11,94 |

b) Évolution de la densité relative en fonction de la densité d'énergie volumique

Dans le cadre de la thèse, nous avons fait le choix de n'étudier que des épaisseurs de poudre déposée e multiples de 50 µm. Sans variations des autres paramètres (P, v ou h) il a été impossible de fabriquer des pièces avec une épaisseur de poudre déposée supérieure à 250 µm. En effet, au-delà de cette valeur, la densité d'énergie transmise au matériau ne permet pas la fusion complète de la couche ainsi que l'accroche inter-couche du matériau. Nous avons constaté des arrachements systématiques de la matière pour de telles paramétries. Aussi, travaillant sur des épaisseurs multiples de 50µm, nous n'avons pas de résultats correspondant à des épaisseurs de couche plus faibles (pour rappel il est

possible sur la machine de travailler à minima avec des couches de $30\mu\text{m}$). De même, la machine SLM 280^{HL} dont nous disposons est limitée à une puissance maximale de 400W, ce qui borne l'étude à cette valeur maximale.

La figure 4-22 présente l'évolution de la densité relative des échantillons issus de cette première campagne d'essais en fonction de l'énergie laser spécifique appliquée lors de la construction. À partir des valeurs de référence, seule une variable (vitesse de lasage, puissance, distance inter-cordon ou épaisseur de poudre déposée) a été modifiée à chaque fois.

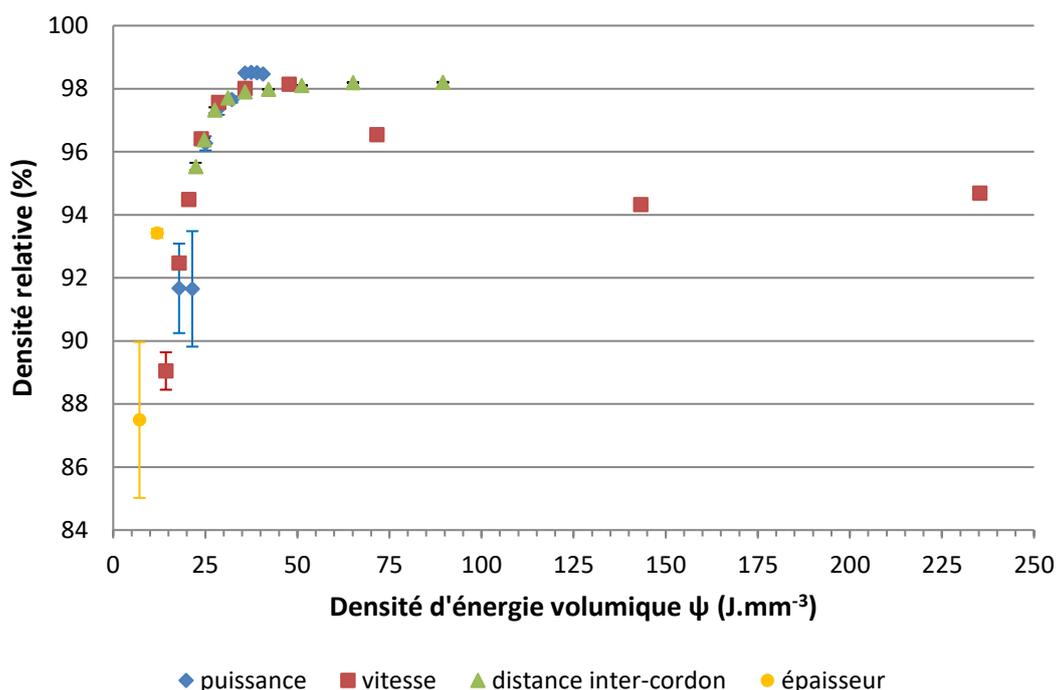


FIGURE 4-22 : ÉVOLUTION DE LA DENSITE RELATIVE EN FONCTION DE LA DENSITE D'ENERGIE VOLUMIQUE APPLIQUEE.

Les densités relatives obtenues varient de $87,49\pm 2,5\%$ à $98,51\pm 0,01\%$. Pour la majorité des paramètres testés, la plage optimale de densité relative que l'on peut obtenir débute pour une valeur de densité d'énergie volumique ψ d'environ $30 \text{ J}\cdot\text{mm}^{-3}$. On constate également que, suivant le paramètre qui varie, la plage de densités relatives optimales est plus ou moins étendue, dans les conditions d'expérimentation choisies, ce qui démontre que la seule connaissance de la densité d'énergie volumique ψ ne permet pas de conclure sur la santé matière en termes de taux de porosité.

Pour les essais à puissance variable, les densités relatives maximales sont obtenues pour une valeur de ψ comprise entre 35 et $40 \text{ J}\cdot\text{mm}^{-3}$ ce qui correspond à des puissances laser comprises entre 350 et $397,5\text{W}$. Nous ne pouvons pas, en l'état, conclure sur l'influence de puissances laser plus élevées sur le taux de porosité final.

Concernant les essais réalisés à vitesse variable, on note un optimum de densité relative pour ψ compris entre 35 et 50 J.mm⁻³, ce qui correspond aux essais faits à des vitesses de balayage comprises entre 850 et 1150 mm.s⁻¹. Au-delà de ces valeurs, la densité relative des échantillons chute. Nous avons pu constater lors de l'étude des lignes de fusion, que la vitesse de balayage est le paramètre prédominant sur la stabilité du bain de fusion. Dans l'étude présente sur une construction 3D (équivalent à une juxtaposition et un empilement de lignes de fusion) on observe qu'il n'est pas bon d'avoir :

- (i) une vitesse de balayage trop importante car les instabilités de fusion discutées précédemment engendrent des défauts (observations faites sur les lignes de fusion),
- (ii) mais aussi une vitesse de balayage trop faible. Dans ce dernier cas, deux points principaux peuvent être générateurs de défauts. Premièrement, nous avons pu constater qu'une diminution de la vitesse de balayage entraîne un élargissement du cordon, ce qui, pour une distance inter-cordons fixée, implique un taux de recouvrement inter-cordons plus important, de la re-fusion et donc potentiellement de la génération de porosités.

La densité relative des échantillons semble être moins influencée par les variations de la distance inter-cordons h . En effet, on note que pour des densités d'énergie volumiques ψ comprises entre 30 et 100 J.mm⁻³, correspondant à une variation de h allant de 68 μ m à 170 μ m, la densité relative des échantillons stagne aux alentours de 98,00% \pm 0,02. Réduire la distance inter-cordons h favorise le recouvrement inter-cordons. Le résultat nous prouve qu'il est inutile d'avoir un taux de recouvrement trop important car cela ne modifie pas la densité relative mais fait perdre du temps de production. Dans notre cas, une distance inter-cordons de 170 μ m est suffisante.

En résumé, nos résultats expérimentaux permettent de mettre en évidence que si la connaissance de ψ pour étudier la santé matière est nécessaire, elle n'est pas toujours suffisante. En effet, dans le cas où on ne fait varier qu'un seul paramètre, pour des ψ compris entre 35 et 40 J.mm⁻³ les densités relatives apparaissent optimales et faiblement dépendantes des 4 paramètres P , v , h et e . Toutefois, il est aussi possible d'avoir une densité relatives optimale pour des ψ allant jusqu'à 100 J.mm⁻³, à condition de choisir le « bon » jeu de paramètres (P , v , h , e).

On constate aussi que l'erreur de mesures associée aux échantillons fabriqués avec une densité d'énergie volumique faible est importante (i.e.>1%). Cela est dû à la forte présence de porosités ouvertes, favorisant l'introduction de l'éthanol au sein du matériau lors de la mesure, comme illustré sur la figure 4-7.

c) Évolution de la rugosité en fonction de la densité d'énergie volumique

Pour rappel, les pièces produites ont été réalisées avec la même paramétrie en contour et au cœur de la pièce. La méthode utilisée au cours de cette thèse pour déterminer la rugosité des échantillons est extrêmement chronophage, comme présenté au chapitre 2. Nous avons ici fait le choix de mesurer uniquement la rugosité des échantillons pour les paramètres extrêmes des plages testées, ce qui représente donc deux échantillons par paramètre, soit un total de 8 échantillons. La figure 4-23 présente l'évolution de la rugosité en fonction de la densité d'énergie volumique appliquée. Les variations de densités d'énergie volumiques sont à chaque fois associées à la variation d'un paramètre unique, à savoir soit la puissance laser, soit la vitesse de balayage, soit la distance inter-cordons, soit l'épaisseur de poudre déposée.

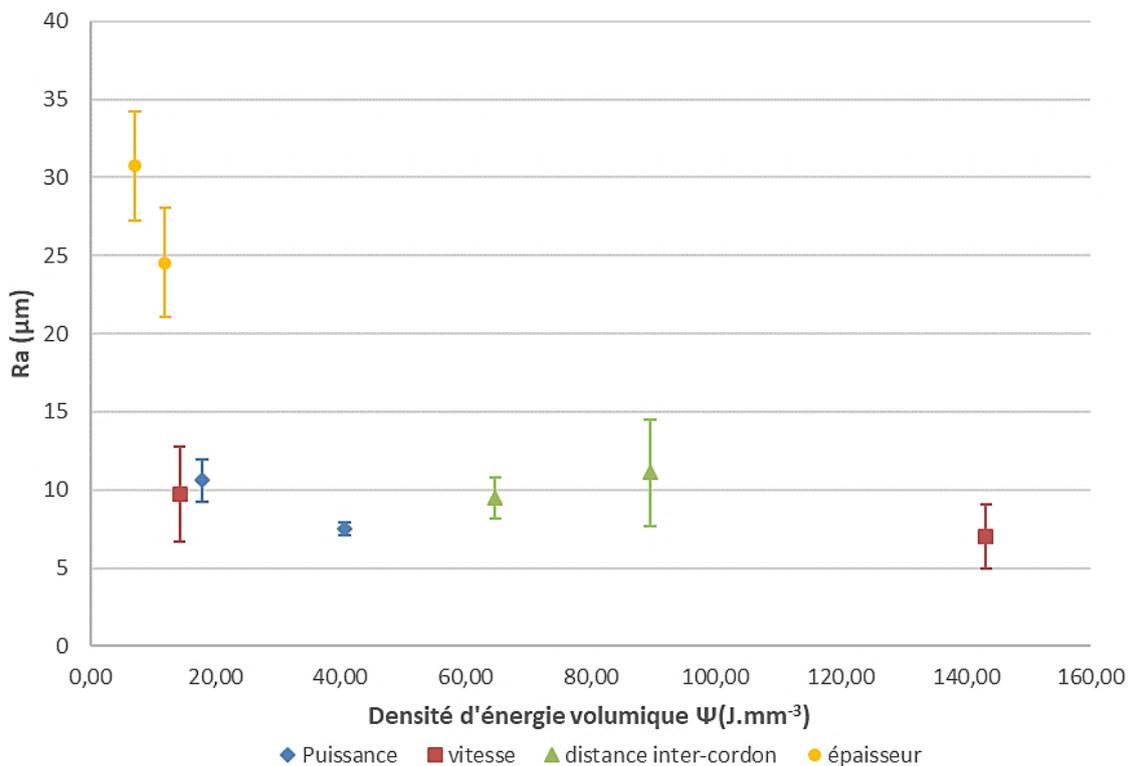


FIGURE 4-23 : INFLUENCE DE LA DENSITE D'ENERGIE VOLUMIQUE SUR LA RUGOSITE

On constate que les variations de rugosité associées aux changements de puissance, vitesse de balayage et distance inter-cordons sont faibles en comparaison des variations observées avec l'épaisseur de couche. A la lecture des barres d'erreurs associées aux différentes mesures, nous ne pouvons pas conclure sur une quelconque tendance sur la rugosité associée aux paramètres précédemment cités. Seule la variation d'épaisseur de poudre déposée fait drastiquement varier le Ra, passant d'une valeur comprise entre 5 et 10 μm pour une épaisseur de couche de 50μm, jusqu'à un Ra supérieur à 30 μm pour une épaisseur de couche de 250μm.

Au vu des essais menés, il est difficile de conclure à l'existence d'une valeur optimale de densité d'énergie volumique permettant l'obtention de la plus faible rugosité.

d) Bilan

Les résultats obtenus lors de cette étude nous permettent de mettre en relief l'existence d'une plage semblant optimale de la densité d'énergie volumique ψ compris entre 35 et 40 J.mm⁻³, à appliquer au matériau dans l'objectif d'atteindre la meilleure santé matière possible, notamment en ce qui concerne la densité relative. Nous avons toutefois noté une différence plus ou moins marquée sur les résultats suivant le paramètre que nous faisons varier. En effet, dans un souci d'optimisation des conditions opératoires, la variation un à un des paramètres est nécessaire mais non suffisante. La seule connaissance de ψ en dehors de la plage 35-40 J.mm⁻³, et pour des valeurs supérieures à 40 J.mm⁻³, n'est pas suffisante pour conclure sur la santé matière de la pièce. Nous avons donc poursuivi les investigations sur la recherche d'une paramétrie optimale en fixant la valeur de la densité d'énergie volumique ψ .

4.3.2 Étude à densité d'énergie volumique ψ fixe

a) Méthodologie

Afin d'affiner le choix des paramètres optimaux ainsi que d'étudier les interférences pouvant exister entre les paramètres, une seconde étude paramétrique a été menée sur l'alliage AlSi7Mg0,6. A la différence de la première étude, la valeur de la densité d'énergie volumique ψ est fixée à 35,8 J.mm⁻³, valeur obtenue à partir de la paramétrie standard SLM Solution nous servant de référence. Des cubes de 15x15x15 mm³ ont été fabriqués avec les paramétries résumées dans le tableau 4-4, afin d'étudier la densité relative et la rugosité des pièces ainsi construites. Une trop forte augmentation de l'épaisseur de couche e peut entraîner des difficultés liées à des défauts d'accroches inter-couches de la matière fusionnée. Pour prendre en compte l'influence de l'épaisseur de couche tout en gardant ψ fixe, seule la vitesse de balayage a été modifiée (trois dernières lignes du tableau 4-4).

TABLEAU 4-4 : VARIATIONS PARAMETRIQUES A DENSITE D'ENERGIE VOLUMIQUE FIXE

| Puissance laser | Vitesse de balayage | Distance inter-cordons | Épaisseur de couche | Densité d'énergie |
|-----------------|--------------------------|------------------------|---------------------|--------------------------|
| <i>W</i> | <i>mm.s⁻¹</i> | <i>mm</i> | <i>mm</i> | <i>J.mm⁻³</i> |
| 350 | 1150 | 0,170 | 0,05 | 35,81 |
| 350 | 1437,5 | 0,136 | 0,05 | 35,81 |
| 350 | 1725 | 0,113 | 0,05 | 35,81 |
| 350 | 2012,5 | 0,097 | 0,05 | 35,81 |
| 350 | 862,5 | 0,227 | 0,05 | 35,81 |
| 350 | 575 | 0,340 | 0,05 | 35,81 |
| 350 | 287,5 | 0,680 | 0,05 | 35,81 |
| 350 | 1150 | 0,170 | 0,05 | 35,81 |
| 385 | 1150 | 0,187 | 0,05 | 35,81 |
| 315 | 1150 | 0,153 | 0,05 | 35,81 |
| 280 | 1150 | 0,136 | 0,05 | 35,81 |
| 245 | 1150 | 0,119 | 0,05 | 35,81 |
| 210 | 1150 | 0,102 | 0,05 | 35,81 |
| 175 | 1150 | 0,085 | 0,05 | 35,81 |
| 350 | 1150 | 0,170 | 0,05 | 35,81 |
| 385 | 1265 | 0,170 | 0,05 | 35,81 |
| 315 | 1035 | 0,170 | 0,05 | 35,81 |
| 280 | 920 | 0,170 | 0,05 | 35,81 |
| 245 | 805 | 0,170 | 0,05 | 35,81 |
| 210 | 690 | 0,170 | 0,05 | 35,81 |
| 175 | 575 | 0,170 | 0,05 | 35,81 |
| 350 | 383 | 0,170 | 0,15 | 35,81 |
| 350 | 230 | 0,170 | 0,25 | 35,81 |
| 350 | 164 | 0,170 | 0,35 | 35,81 |

b) Influence des paramètres sur de la densité relative

Les figures 4-24, 4-25 et 4-26 présentent l'évolution de la densité relative suivant les variations respectives de vitesse de balayage *v*, de distance inter-cordons *h* et de puissance laser appliquée *P*. L'objectif ici est de rechercher l'existence éventuelle de couplages de paramètres plus influents que d'autres sur les niveaux de densités relatives obtenus sur les pièces finales.

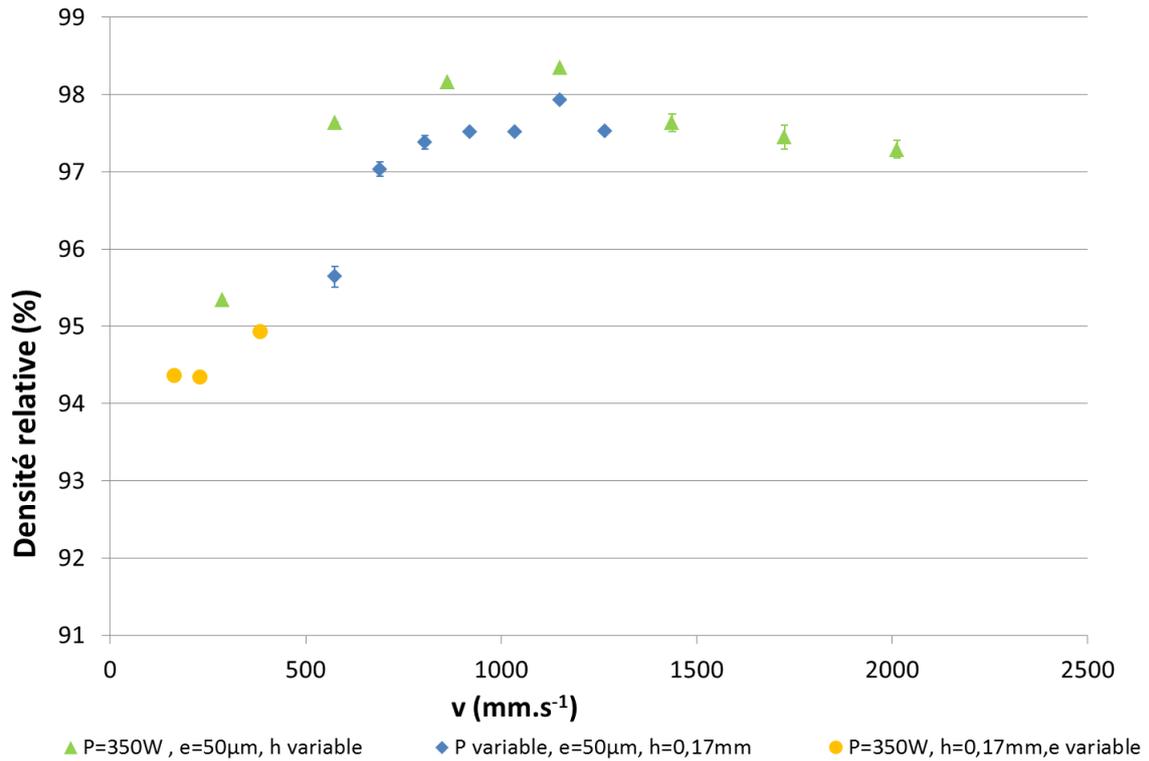


FIGURE 4-24 : ÉVOLUTION DE LA DENSITÉ RELATIVE EN FONCTION DE LA VITESSE DE BALAYAGE V , A DENSITÉ D'ÉNERGIE VOLUMIQUE FIXÉE

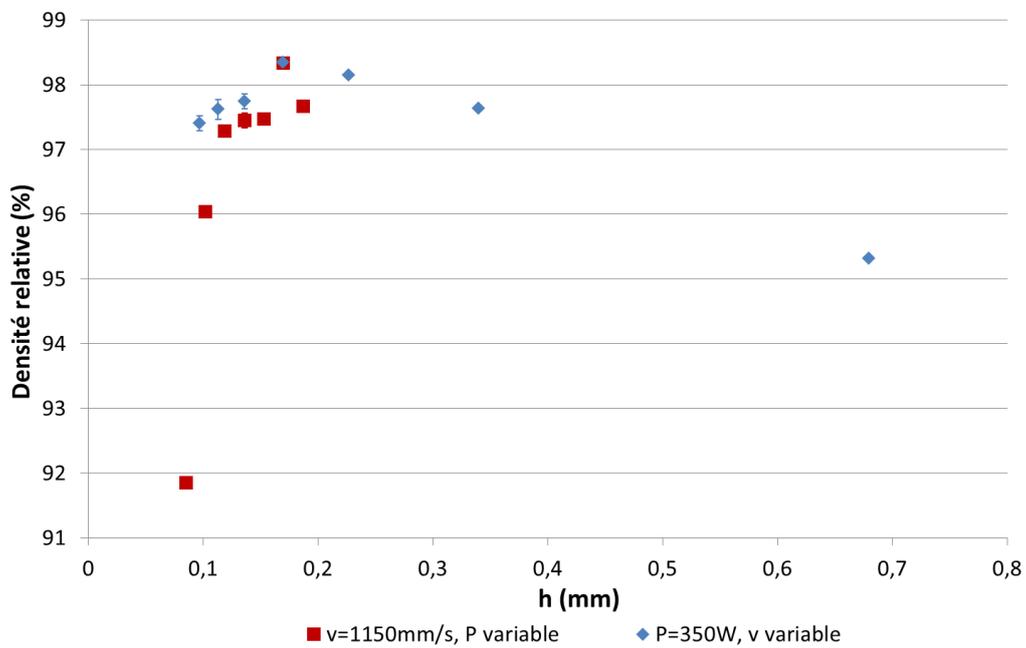


FIGURE 4-25 : ÉVOLUTION DE LA DENSITÉ RELATIVE EN FONCTION DE LA DISTANCE INTER-CORDONS H , A DENSITÉ D'ÉNERGIE VOLUMIQUE FIXÉE

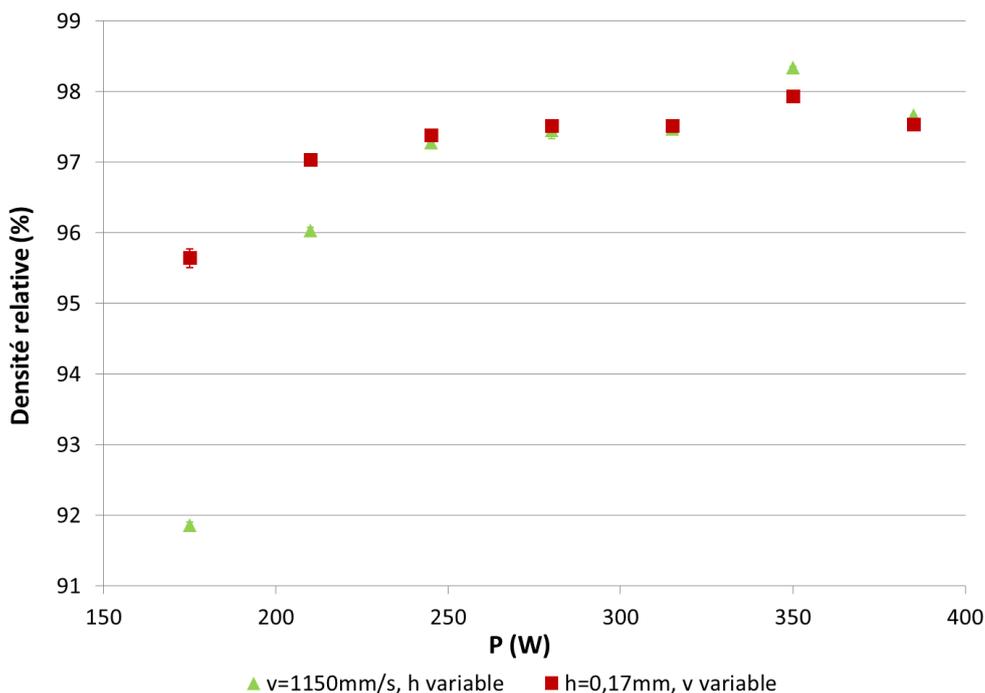


FIGURE 4-26 : ÉVOLUTION DE LA DENSITE RELATIVE EN FONCTION DE LA PUISSANCE LASER APPLIQUEE, A DENSITE D'ENERGIE VOLUMIQUE FIXEE

Pour une densité d'énergie volumique ψ donnée, nous constatons que la densité relative des échantillons varie de $91,84 \pm 0,04\%$ à $98,36 \pm 0,01\%$, soit un écart significatif de plus de 6%. En regardant un à un les variations liées aux différents couples de paramètres, plusieurs points sont à relever :

- (i) La variation du couple (P,h) entraîne des différences très marquées de densité relative ($\Delta D_{relative} = 6,52\%$)(figure 4-24), ce qui laisse à penser qu'il existe une faible interaction entre ces deux paramètres. Si l'on considère que la puissance laser agit principalement sur la pénétration du bain de fusion et non sur sa largeur (discussion du paragraphe 4.2.1), il est difficile d'envisager une compensation du phénomène par un simple écartement des cordons de lasage.
- (ii) La relative stabilité de la densité relative à partir de 200W démontre que les variations de puissance (figure 4-25) sont facilement compensables par une variation de la vitesse de lasage. Étant donné que la densité d'énergie volumique est fixée, tout comme les valeurs de h et e, cela signifie que le rapport P/V reste égal ici à $0,3 \text{ J.mm}^{-1}$. Or, nous avons pu constater précédemment que pour cette valeur de densité d'énergie linéique, la largeur des cordons évolue de $220\mu\text{m}$ à $380\mu\text{m}$. On peut donc en conclure qu'il existe une forte interdépendance de la puissance laser et de la vitesse de balayage.
- (iii) L'influence de la variation de la distance inter-cordons sur la densité relative semble faible. En effet, les tendances d'évolution de la densité relative en fonction de la distance inter-cordons

h lorsqu'on fait varier P ou v (figure 4-25) sont les mêmes que celles obtenues en fonction de la densité d'énergie (figure 4-22).

On peut aussi remarquer que la densité relative la plus élevée est obtenue avec la paramétrie nous ayant servi de référence, à savoir une puissance de 350W, une vitesse de balayage de 1150mm.s⁻¹, une distance inter-cordons de 0,17mm et une épaisseur de poudre déposée de 50µm.

c) Influence des paramètres sur la rugosité

De façon globale, les tendances observées sur l'évolution du Ra sont similaires aux observations faites précédemment lors de l'étude paramétrique à densité d'énergie volumique variable (figure 4-23). Nous avons alors fait le choix de présenter les résultats uniquement en fonction de la vitesse de balayage, les autres représentations n'apportant pas d'informations complémentaires. La figure 4-27 présente l'évolution de la rugosité de surface Ra en fonction de la vitesse de balayage v, sachant que parmi les 3 autres paramètres P, h et e, deux d'entre eux sont fixés et le 3^{ème} est variable.

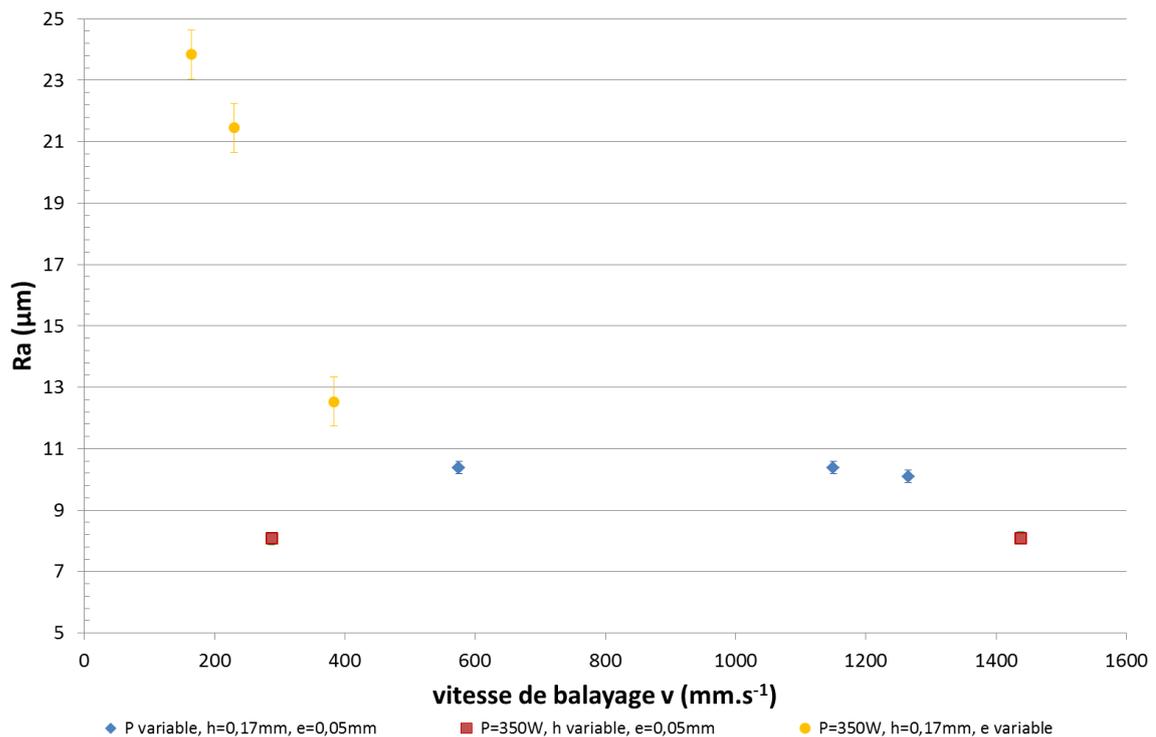


FIGURE 4-27 : ÉVOLUTION DE LA RUGOSITE RA EN FONCTION DES VARIATION DE VITESSE DE BALAYAGE V, A DENSITE D'ENERGIE VOLUMIQUE FIXE

Les rugosités obtenues ici varient entre 8µm et 24,5µm. Comme nous avons pu le constater précédemment, le paramètre prédominant sur la variabilité du Ra est l'épaisseur de poudre déposée e. Par limitations technologique et temporelle, nous n'avons pas pu approfondir l'étude de ce

paramètre sur les états de surface. En termes de couplage de paramètres, nous pouvons ici observer que les rugosités associées aux variations des couples (P, v) et (h, v) sont relativement stables. Cependant, nous ne pouvons pas conclure que ces paramètres sont interdépendants, et cela pour plusieurs raisons. Premièrement, les tendances observées sont très proches de celles faites lors de l'étude précédente, où seul un paramètre était changé à la fois. De plus, le nombre d'essais par couple paramétrique testé est faible.

b) Bilan

Nous avons pu révéler à travers cette étude que pour optimiser une paramétrie SLM, si le simple choix d'une densité d'énergie volumique ψ est nécessaire, il n'est cependant pas suffisant. En effet l'étude de la densité relative a mis en avant l'existence d'interdépendance forte entre la puissance laser et la vitesse de lasage.

Aux termes de ces deux études, le jeu de paramètres nous ayant permis d'obtenir la densité relative la plus élevée associée à une faible rugosité R_a est le suivant : $P=350W$, $v=1150mm.s^{-1}$, $h=0,17mm$, le tout pour une épaisseur de poudre déposée de $50\mu m$. Ce jeu de paramètres est jugé optimal dans les conditions d'études que nous nous sommes fixées et qui ont été présentées au début de ce chapitre. Il sera encore possible d'améliorer les propriétés du matériau final, notamment en travaillant sur la paramétrie contour et la transition cœur/contour.

4.4. Modélisation 1D en vue d'une optimisation du critère de densité d'énergie volumique ψ

L'ensemble des résultats expérimentaux, sur l'étude de la densité d'énergie linéique ψ_L et de la densité d'énergie volumique ψ , a montré l'importance du choix du couple (P,v) sur les résultats. Nous avons alors cherché à exploiter le modèle numérique développé pour décrire l'histoire thermique lors du dépôt d'une couche de poudres pour définir un critère sur la distance inter-cordons h optimale en termes de santé matière.

Dans notre modèle l'épaisseur de couche e est égale à $50\mu m$ et la distance inter-cordon h à $170\mu m$ qui est celle jugée optimale suite aux résultats expérimentaux du paragraphe précédent.

À partir des modèles établis précédemment, estimant la géométrie du cordon de lasage monocouche à partir des paramètres initiaux P et v , nous cherchons à déterminer les dimensions critiques de recouvrement inter-cordons C_{ic} et l'épaisseur minimale de matière qui sera fondue lors du lasage d'une couche, $P_{b\ min}$ avec ce recouvrement C_{ic} (figure 4-28).

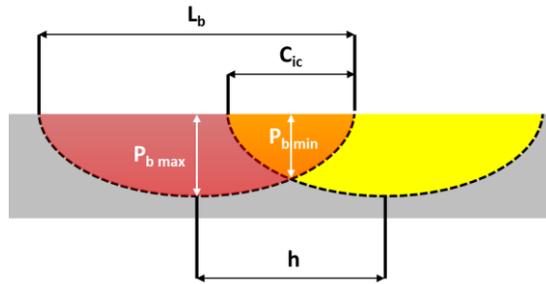


FIGURE 4-28 : DIMENSIONS CRITIQUES LORS DE LA FUSION D'UNE COUCHE DE POUDRE

Faisons l'hypothèse simplifiée qu'un cordon de lasage peut être représenté par une demi-ellipse dont le grand diamètre serait la largeur du bain de fusion L_b et le petit diamètre serait égal à $2xP_{b\ max}$ (figure 4-28). Connaissant la valeur des paramètres d'entrée que sont P , la puissance laser, v la vitesse de lasage et e l'épaisseur de poudre déposée, il est possible de déterminer les distances inter-cordons minimale et optimale à appliquer. En effet, nous savons qu'un recouvrement inter-cordons est nécessaire pour assurer une bonne cohésion de la matière intra-couche. Toutefois un recouvrement C_{ic} trop grand est néfaste en termes de productivité et de qualité des pièces. Ainsi, une surfusion trop importante, entraînera l'apparition de défauts tels que des porosités, ainsi qu'une évolution locale de la microstructure. De plus, afin d'assurer une productivité efficace, on cherchera à minimiser le nombre de vecteurs de lasage, et par conséquent à augmenter au maximum h .

À partir de l'ellipse de demi grand axe $L_b/2$ et de demi petit axe $P_{b\ max}$ on en déduit la valeur de $P_{b\ min}$ en fonction de h (4.8) :

$$P_{b\ min} = P_{b\ max} \sqrt{1 - \frac{h^2}{L_b^2}} \quad (4.8)$$

Le critère minimal à respecter afin d'assurer la cohésion inter-couche est d'avoir fondu, lors du passage du laser, au minimum l'équivalent de l'épaisseur de poudre déposée e , ce qui se traduit par le critère (4.9) :

$$P_{b\ min} \geq e \quad (4.9)$$

A partir des simulations numériques, nous avons calculé les couples $(L_b, P_{b\ max})$ en fonction des paramètres opératoires P et v (tableau 4-5). Nous avons alors déduit $P_{b\ min}$ pour chaque configuration à partir de la relation (4.8) et la longueur de recouvrement à partir de la relation (4.10) :

$$C_{ic} = L_b \cdot h \quad (4.10)$$

TABLEAU 4-5 : CALCUL DU RECOUVREMENT C_{ic} POUR UN COUPLE (P,v) VARIABLE, $e=50\mu\text{m}$ ET $h=170\mu\text{m}$

| P | V | ψL | ψ | P_{bmax} | P_{bmin} | nombre de couches fusionnées équivalentes | Lb | C_{ic} |
|-----|--------------------|--------------------|--------------------|---------------|---------------|---|---------------|---------------|
| W | mm.s^{-1} | J.mm^{-1} | J.mm^{-3} | μm | μm | | μm | μm |
| 350 | 1150 | 0,30 | 35,81 | 145 | 124 | 2,9 | 330 | 160 |
| 350 | 2875 | 0,12 | 14,32 | 95 | 67 | 1,9 | 240 | 70 |
| 350 | 287,5 | 1,22 | 143,22 | 227 | 215 | 4,5 | 525 | 355 |
| 350 | 575 | 0,61 | 71,61 | 187 | 173 | 3,7 | 450 | 280 |
| 350 | 315 | 1,11 | 130,72 | 202 | 189 | 4,0 | 475 | 305 |
| 350 | 862,5 | 0,41 | 47,74 | 158 | 143 | 3,2 | 400 | 230 |
| 175 | 1150 | 0,15 | 17,90 | 95 | 67 | 1,9 | 240 | 70 |
| 245 | 1150 | 0,21 | 25,06 | 112 | 91 | 2,2 | 290 | 120 |
| 200 | 657 | 0,30 | 35,81 | 145 | 117 | 2,9 | 290 | 120 |
| 50 | 164 | 0,30 | 35,87 | 52,5 | - | 1,1 | 160 | -10 |
| 500 | 1643 | 0,30 | 35,80 | 150 | 130 | 3,0 | 340 | 170 |
| 138 | 1150 | 0,12 | 14,12 | 75 | 39,5 | 1,5 | 200 | 30 |
| 702 | 1150 | 0,61 | 71,82 | 200 | 185 | 4,0 | 450 | 280 |
| 472 | 1150 | 0,41 | 48,29 | 170 | 154 | 3,4 | 400 | 230 |
| 350 | 389 | 0,90 | 105,85 | 213 | 200 | 4,3 | 500 | 330 |

Les résultats montrent d'une part que le critère (4.9) est respecté quel que soit le couple (P,v) imposé sauf pour le cas $P = 138 \text{ W}$ et $v = 1150 \text{ mm.s}^{-1}$. De plus, on peut constater qu'un recouvrement compris entre $120 \mu\text{m}$ et $170 \mu\text{m}$ est obtenu pour la densité optimale ψ égale à $35,8 \text{ J.mm}^{-3}$ soit un recouvrement compris entre 2,5 et 4 fois environ l'épaisseur de la couche déposée ($e = 50 \mu\text{m}$). Cependant, le seul critère du recouvrement n'est pas suffisant pour définir les conditions optimales de lasage. En effet, nous obtenons aussi un recouvrement égal à $120 \mu\text{m}$ pour une densité ψ égale à $25,1 \text{ J.mm}^{-3}$ qui n'est pas la densité optimale. Au critère de recouvrement, il convient donc d'ajouter un critère sur le nombre de couches fusionnées au cours du lasage. Nous constatons en effet que dans les conditions optimales ($\psi = 35,8 \text{ J.mm}^{-3}$), le nombre de couches fusionnées est d'environ égal à 2,5 alors que le nombre de couches fusionnées avec une densité ψ égale à $25,1 \text{ J.mm}^{-3}$ n'est que de 1,8.

Il est à noter également que pour les densités très supérieures à la densité optimale ($\psi > 106 \text{ J.mm}^{-3}$), la longueur de recouvrement est supérieure à 6 fois l'épaisseur de couche déposée ce qui confirme le constat fait précédemment, à savoir qu'une longueur de recouvrement trop importante est une source d'apparition de porosités. De même, pour des densités trop faibles ($\psi < 20 \text{ J.mm}^{-3}$), la longueur de recouvrement est de l'ordre de grandeur de l'épaisseur de couche déposée, recouvrement qui est insuffisant pour assurer une bonne santé matière.

Ce modèle défini pour le dépôt d'une couche a donc permis de dégager un critère optimal (distance inter-cordons, nombre de couches fusionnées) pour la santé matière. La simulation numérique de l'histoire thermique de l'empilement de plusieurs couches permettra d'affirmer et de compléter ce premier critère.

4.5. Caractérisation de la santé matière du matériau à paramétrie fixée

Après avoir défini un jeu de paramètres optimal, dans les conditions opératoires choisies, une étude détaillée du matériau ainsi fabriqué a été réalisée. Ce paragraphe présente les résultats obtenus sur des pièces fabriquées avec cette paramétrie, en termes de caractérisations de porosités, d'essais mécaniques et d'analyses microstructurales.

4.5.1 Caractérisation des porosités

Lors de l'étude bibliographique menée sur les difficultés associées au procédé SLM sur les alliages d'aluminium, présentée au chapitre 1, les porosités se sont révélées être les défauts les plus étudiés dans la littérature. La géométrie ou encore la dimension de la porosité est caractéristique du phénomène qui l'a provoquée [FRAZIER, 2014]. Nous avons pu voir que selon leur taille, il était possible de classer les porosités en deux catégories, à savoir les porosités métallurgiques et les porosités paramétriques.

Les essais menés sur nos échantillons en tomographie ont permis de mettre en évidence ces différents types de porosité sur un volume défini. Les scans ont été effectués avec deux résolutions différentes. La première série de scans, d'une résolution grossière de 24 μm , nous a permis de reconstituer l'intégralité du cube d'aluminium de 15x15x15 mm³. Le pas de scan utilisé ici est de 15 μm . La Figure 4-29 est une reconstitution 3D d'un volume représentatif de l'ensemble de l'échantillon. La hauteur reconstituée est de 750 μm .

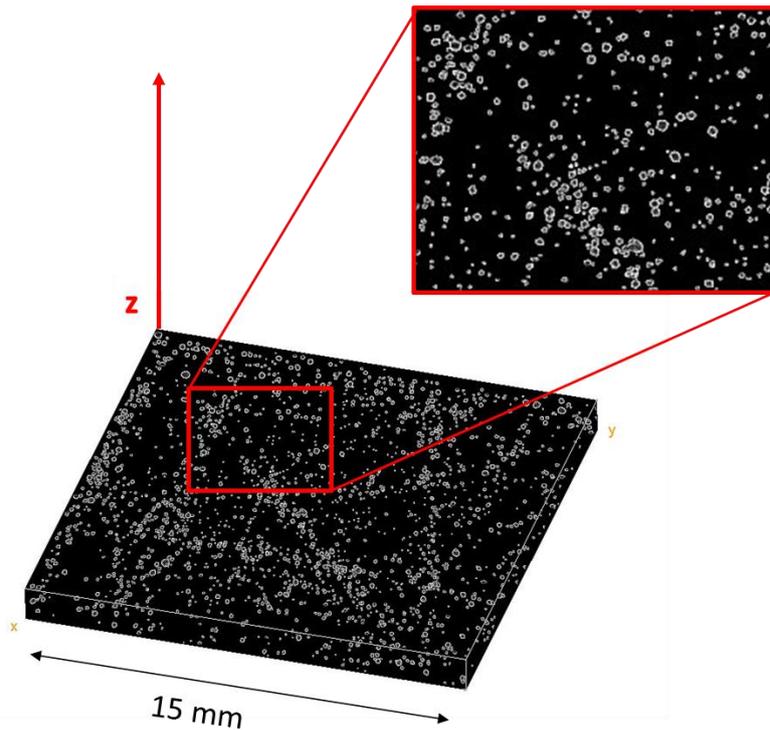


FIGURE 4-29 : RECONSTITUTION 3D DE L'ECHANTILLON, TOMOGRAPHIE

Sur cette figure, on distingue nettement la forte concentration de grosses porosités sur les contours de l'échantillon ainsi qu'au cœur de la pièce. On note que la distribution des porosités de cœur ne semble pas aléatoire mais au contraire semble suivre des lignes prédéfinies. Cela n'est pas sans rappeler les constats faits sur les observations microscopiques présentées au chapitre 3 sur le choix du mode laser. L'échantillon analysé ici en tomographie est en effet issu des premières fabrications menées sur la machine SLM 280^{HL} pour lesquelles le mode laser *Delay* a été employé. L'alignement des porosités à cœur du matériau est caractéristique de ce mode laser. Bien que ça n'apparaisse pas sur la figure 0-28 (qui, par soucis de visibilité ne représente qu'une section à une hauteur donnée), nous avons pu constater un déplacement homogène de ces lignes sur toute la hauteur de l'échantillon. Ainsi les porosités ici observées, avec cette résolution grossière, sont des porosités paramétriques, directement liées au procédé (mode laser). La majorité des porosités observées à cette échelle semble être de forme sphérique.

La seconde série de scans réalisée a été effectuée avec une résolution fine, de l'ordre de 2,4 μm . Seul un petit volume de l'échantillon a été étudié. La figure 4-30 est un scan issu de l'analyse tomographique réalisée. Le scan est normal à l'axe de construction de la pièce.

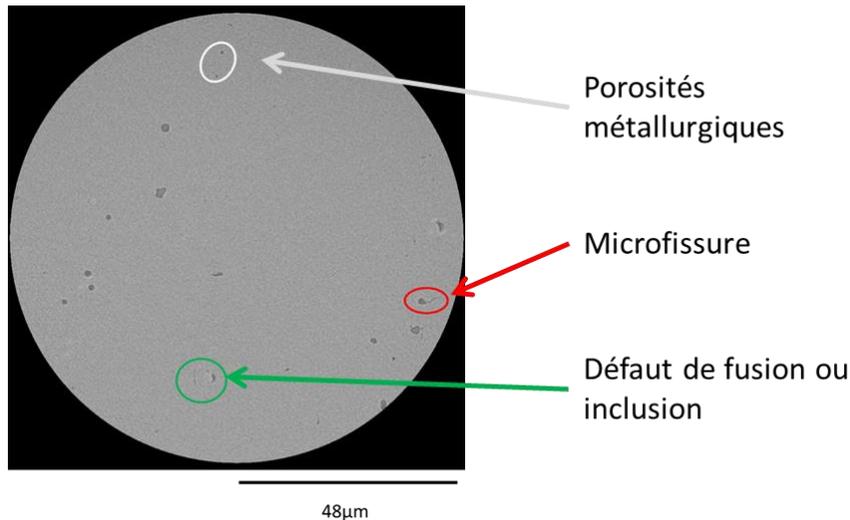


FIGURE 4-30 : DEFATS ET POROSITES CARACTERISTIQUES DU PROCEDE SLM OBSERVES PAR TOMOGRAPHIE (RESOLUTION 2,4 MICRONS))

A cette fine résolution, d'autres défauts ont été révélés. Tout d'abord nous avons pu distinguer des porosités sphériques, de diamètres plus petits que les précédentes (diamètre < 10 μ m). Ces porosités, réparties de manière homogène dans le matériau, sont des porosités métallurgiques, liées comme nous avons pu le voir au chapitre 1, soit à l'évaporation d'éléments légers de l'alliage (e.g. Mg), soit à l'absorption de gaz environnant lors de la fusion (N, O ou H). Suivant le mode d'analyse utilisé pour déterminer la densité relative des échantillons et vu les faibles dimensions de ces porosités, il est fréquent qu'elles ne soient pas prises en compte (limitation liée à la résolution des appareils, en analyse d'images (cf. chapitre 2) tout comme en tomographie). Or, ce type de porosités représente une part, en nombre, non négligeable des défauts observés. De plus, nous pouvons imaginer qu'en cas de traitements thermiques post SLM, ces microporosités vont coalescer et former des porosités de diamètre plus élevé.

Sur ce scan, nous pouvons également observer une microfissure issue d'une porosité paramétrique. Nous ne distinguons sur ce scan qu'une petite partie de la fissure, celle-ci s'étendant sur plusieurs dizaines de microns. Au vu du choix fait sur l'alliage étudié, ce type de défaut est inattendu. En effet, l'AlSi7Mg0,6 est supposé ne pas être sensible à la fissuration. Toutefois, sur l'ensemble du volume testé, seules deux fissures ont été recensées. Nous pouvons donc penser que leur présence n'est pas significative vis-à-vis des autres défauts observés de façon beaucoup plus récurrente.

Enfin, le dernier type est un défaut de fusion et/ou une inclusion. Ce genre d'anomalie est couramment constaté en SLM, en particulier dans le cas des alliages d'aluminium. La figure 4-31 montre un autre exemple de défaut de fusion, observé au MEB. Ce type de défaut, directement lié à la paramétrie, présente une géométrie aciculaire pouvant être problématique en termes de durabilité du matériau.

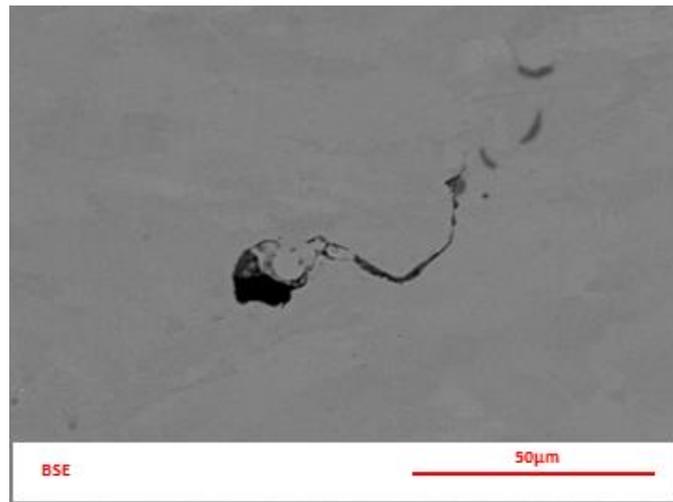


FIGURE 4-31 : DEFAUT DE FUSION OBSERVE AU MEB

La figure 4-32 est une reconstitution 3D d'une porosité paramétrique observée en tomographie avec une résolution fine. Au vu des différents essais menés, cette porosité particulière est jugée représentative de ce défaut. Cette reconstitution met en relief le caractère faussement sphérique de la porosité paramétrique. En effet, nous pouvons noter la présence de parois concaves (à droite) et convexes (à gauche) sur cette porosité. Cette géométrie particulière témoigne d'un mouvement de fluide lors du refroidissement qui confirme bien le critère paramétrique de la formation de la porosité.

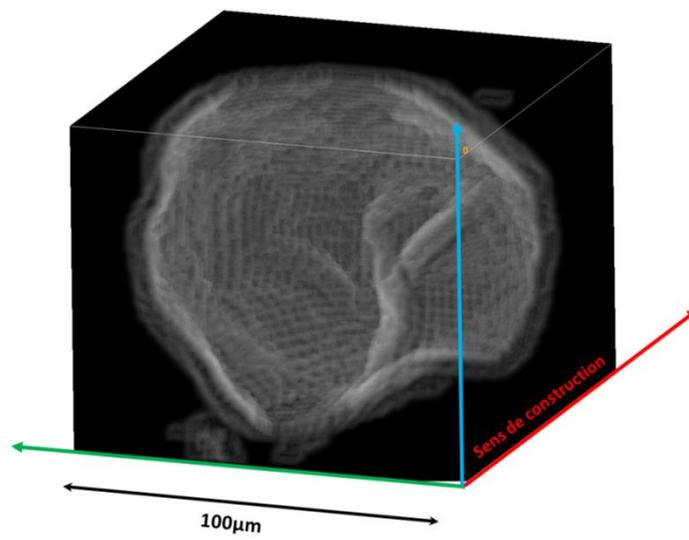


FIGURE 4-32 : RECONSTRUCTION 3D D'UNE POROSITE DE TYPE « PROCEDE »

La figure 4-33 présente des coupes d'une même porosité, issues de la reconstitution 3D de la figure 4-32, la couleur du cadre indiquant l'axe normal à l'observation (couleur identique au repère de la figure 4-32).



FIGURE 4-33 : INFLUENCE DU SENS DE COUPE D'UNE POROSITE

Cela montre l'une des limites associées à l'étude par analyse de coupes métallographiques des porosités paramétriques. En effet, du fait qu'elles ne soient pas sphériques, suivant la façon dont la porosité sera coupée, l'analyse qui en découlera sera différente. Comme nous en avons discuté à l'échelle macroscopique au chapitre 2, le sens de coupe peut avoir une influence à l'échelle de la porosité elle-même, tant sur son interprétation qualitative (origine, conséquences) que sur les mesures quantitatives qui en sont issues. À supposer que toutes les porosités paramétriques présentent la même géométrie suivant le référentiel choisi sur la figure 4-32, le résultat d'une détermination de densité relative par seuillage, comme discuté au chapitre 2, entraînerait une surestimation de la densité en cas de coupe transverse. On peut cependant supposer, vu le nombre de porosités paramétriques présentes et de coupes possibles, que ce cas de figure est peu probable et par conséquent, ce problème n'a pas d'influence sur l'estimation de la densité relative.

La tomographie nous a donc permis d'analyser en détail les porosités présentes au sein des pièces fabriquées à partir de la paramétrie choisie. Nous avons constaté la présence de porosités paramétriques, réparties de façon préférentielle dans le matériau, suivant des lignes définies et sur les contours. Leur géométrie s'est révélée non sphérique. Nous avons également pu mettre en relief la présence importante de petites porosités métallographiques, réparties de façon homogène dans le matériau. Enfin, d'autres défauts ont été décelés, tels que des inclusions, des défauts de fusions ou encore des fissures.

4.5.2 Étude de la microstructure SLM : organisation multi-échelle et genèse d'une microstructure métastable

La microstructure des pièces en alliages d'aluminium fabriquées par SLM a fait l'objet de nombreuses études, chacune cherchant à décrire les micrographies et microanalyses afin de connaître les origines de la microstructure [CHOU, 20125] [KARG, 2014] [KIMURA, 2016] [MA, 2014] [ZHENG, 2015]. De

nombreuses descriptions ont ainsi été réalisées, à différentes échelles, au niveau par exemple des traces de lasage, de quelques centaines de microns [LOUVIS, 2011]. Ces observations ont parfois été corrélées aux propriétés mécaniques [SHIFENG, 2014]. D'autres études ont porté sur la formation de cellules métastables de dimensions inférieures au micron [PRASHANTH, 2017-b].

De nombreux facteurs peuvent expliquer le développement de cette microstructure si particulière observée sur les pièces issues de la fabrication SLM : l'histoire thermique complexe et cyclique subie par le matériau, les températures extrêmes atteintes lors du passage du laser sur un temps très court, la présence non négligeable d'oxydes dans le matériau de base, etc.

À partir des différentes observations et analyses menées sur nos échantillons en AlSi7Mg0,6, nous proposons un mécanisme permettant d'expliquer la genèse de la microstructure métastable des pièces brutes de SLM en alliage AlSi7Mg0,6.

a) Une organisation microstructurale multi-échelle, observations et analyses

Afin de comprendre l'organisation microstructurale des pièces en alliage AlSi7Mg0,6 fabriquées par SLM, des observations microscopiques ont été réalisées à différentes échelles (de la microscopie optique au MEB FEG), sur des sections polies miroir, et pour la plupart attaquées chimiquement au réactif de Keller. Les découpes ont été effectuées soit parallèlement soit perpendiculairement à l'axe de construction z, permettant respectivement des observations transversales et longitudinales des éprouvettes. Les observations ont été complétées par des analyses par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) et par spectrométrie d'électrons Auger (AES) (cf. chapitre 2).

Premièrement, l'attaque chimique met en relief le fait que notre matériau, construit par SLM, est un empilement de cordons de lasage. La figure 4-34 montre une partie de la coupe longitudinale d'un échantillon. Les 2 zones bien distinctes observées témoignent de la différence de construction liée à l'ordre de lasage. En effet, tandis qu'au cœur de la pièce (à gauche de l'image), le laser ne va pas fusionner la poudre suivant la même trajectoire d'une couche à l'autre (rotation de lasage de 67° à chaque couche), sur les contours, la poudre est toujours fondue suivant le même chemin (à droite de l'image).

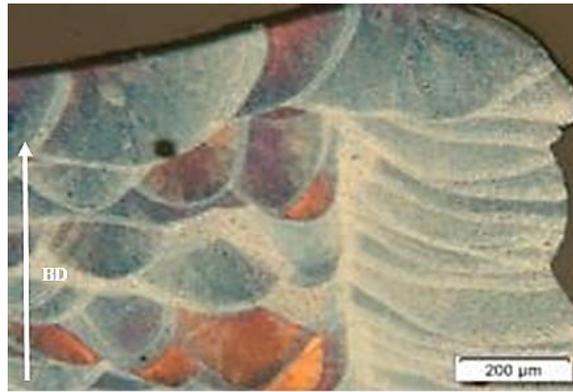


FIGURE 4-34 : COUPE LONGITUDINALE APRES ATTAQUE CHIMIQUE – MICROSCOPIE OPTIQUE

À cœur, nous constatons des irrégularités de géométrie des cordons d'une couche à l'autre, ce qui témoigne de la rotation de lasage lors de l'empilement. On note également que la profondeur du bain de fusion ($\sim 200 \mu\text{m}$) est très supérieure à l'épaisseur de poudre déposée, ici $50 \mu\text{m}$. Cela prouve que lors du lasage d'une couche n , les couches sous-jacentes subissent également une nouvelle fusion. On a *a priori* eu une re-fusion des couches subjacentes plus marquée à cœur, ce qui implique une histoire thermique très différente et par conséquent une microstructure différente entre le cœur de la pièce et les contours.

Nous avons pu constater lors de nos simulations numériques, que l'épaisseur thermiquement impactée lors du lasage dépend directement de la paramétrie employée (puissance et vitesse de lasage). On considère qu'il est nécessaire d'avoir une re-fusion de 2 à 4 couches pour permettre une bonne accroche inter-couches [THIJS, 2013], ce qui est le cas sur l'échantillon observé.

De façon analogue, la figure 4-35 présente une coupe transversale d'un échantillon attaqué au réactif de Keller.



FIGURE 4-35 : COUPE TRANSVERSALE POST-ATTAQUE CHIMIQUE – MICROSCOPIE NUMERIQUE

Sur cette image, on remarque que la matière s'est organisée suivant le balayage du rayon laser, en cordons rectilignes. Là encore, on peut noter une différence d'organisation entre le contour et le cœur de la pièce ainsi que les alignements de porosités paramétriques à l'interface cœur/contour. Ces premières observations laissent entrevoir une texturation de la matière typique de celle observée en soudage laser conventionnel.

En observant plus en détail un cordon, on note que l'attaque chimique a révélé une sous organisation à l'échelle du micron (observation en microscopie optique sur la figure 4-36, ou MEB sur la figure 4-37).

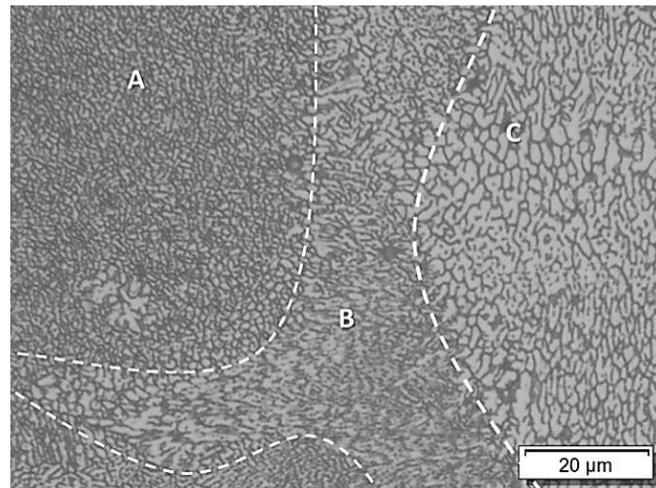
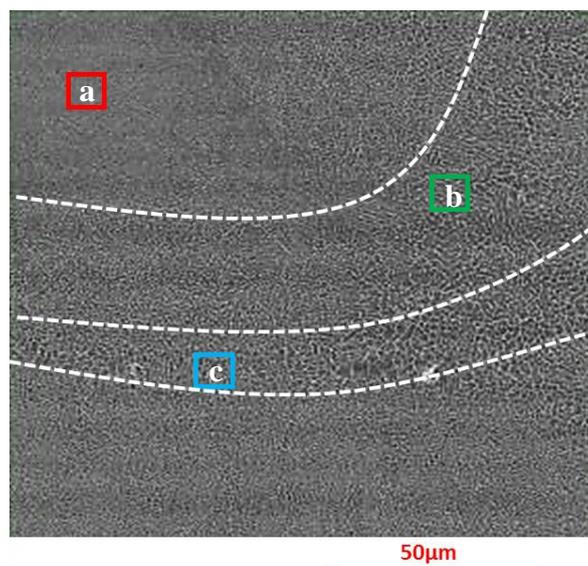


FIGURE 4-36 : SOUS ORGANISATION TYPIQUE DE LA MICROSTRUCTURE DE PIÈCE EN ALLIAGE D'ALUMINIUM FABRIQUÉE PAR SLM, SECTION TRANSVERSALE- MICROSCOPIE OPTIQUE, A) CŒUR, B) Z.A.T, C) BORDURE



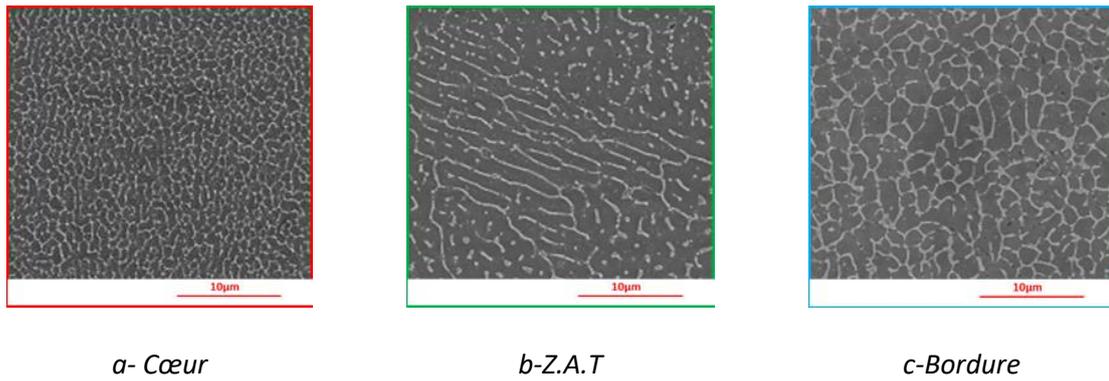


FIGURE 4-37 : OBSERVATION MEB D'UNE SOUS ORGANISATION PARTICULIERE D'UNE PIECE EN ALSI7Mg0,6 FABRIQUEE PAR SLM – SECTION TRANSVERSALE

Cette sous-organisation se constitue d'une matrice d'Al- α supposée sursaturée en Si autour de laquelle une phase riche en Si a précipité. La structure dendritique est très fine et varie selon où l'on se positionne au sein du cordon de lasage, ce qui témoigne de l'histoire thermique complexe (recouvrement) et des forts gradients thermiques présents lors du refroidissement. On note ainsi que dans un sens d'observation perpendiculaire à l'axe de construction, au cœur d'un cordon de lasage les cellules d'Al- α sont de forme arrondie et de dimension de l'ordre du micron (figure 4-37). En bord de cordons, là où il y a eu recouvrement et donc re-fusion de la matière lors du lasage d'une même couche, on note que les cellules d'Al- α sont de forme équivalente mais plus grossière. Aussi les bandes de phase riche en Si sont plus épaisses. Enfin, on constate qu'au niveau de la zone de transition, qui correspond à une zone affectée thermiquement (ZAT), les cellules sont de forme allongée et discontinue. Cela témoigne d'un fort gradient thermique dans cette zone.

Une observation à plus fort grossissement du cœur de cordon de lasage, après attaque chimique de Keller, montre la présence de précipités de Si dans les cellules d'Al- α (figure 4-38). Il convient de noter également que l'attaque de Keller réalisé a entraîné un déchaussement de la phase riche en Si.

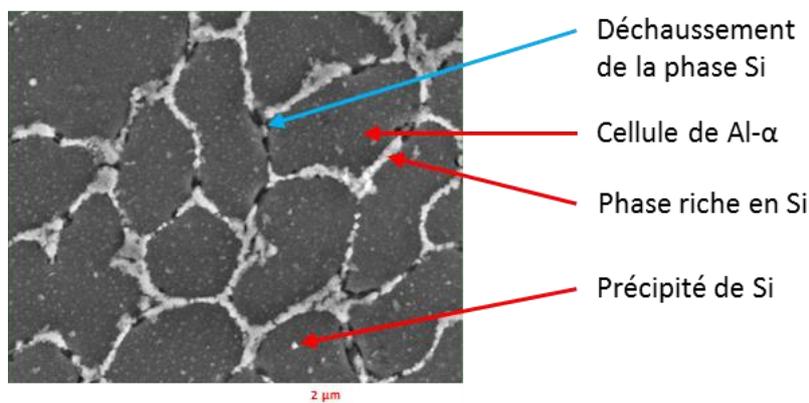


FIGURE 4-38 : OBSERVATION MEB D'UN CŒUR DE CORDON - COUPE TRANSVERSALE

Takata et al ont mis en avant le fait qu'un traitement thermique à 300°C sur des pièces en AlSi10Mg brutes de SLM, entraîne une évolution de la phase riche en Si, conduisant à la coalescence des particules de Si et à la précipitation de Si dans la phase α (figure 4-39 [TAKATA, 2017]). Ainsi les précipités de Si observés dans les cellules Al- α dans nos échantillons tendent à montrer que les conditions opératoires choisies et notamment la préchauffe du plateau de construction à une température de 150°C, peuvent agir comme un prétraitement thermique de notre matériau in-situ lors de l'opération de construction par SLM.

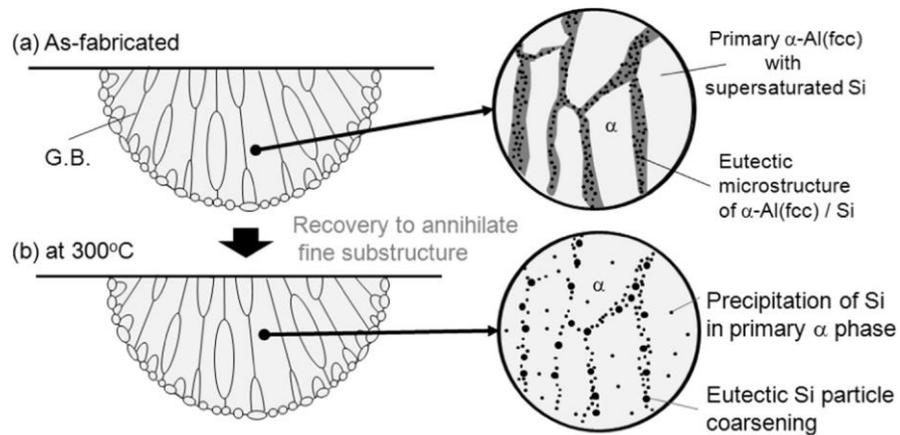


FIGURE 4-39 : INFLUENCE D'UN TRAITEMENT THERMIQUE SUR LA PRESENCE DE PRECIPITES DE SI [TAKATA, 2017]

La figure 4-40 est une observation MEB d'un cordon de lasage vu dans le sens longitudinal, c'est-à-dire parallèle à l'axe de construction. Les différents grossissements mettent en évidence une orientation du réseau de phase riche en Si orienté suivant l'axe de construction. Les cellules d'Al- α ont une forme longiligne. On observe donc une anisotropie microstructurale. D'autre part, on note différentes géométries de cellules, semblables aux observations faites dans le sens transversal.

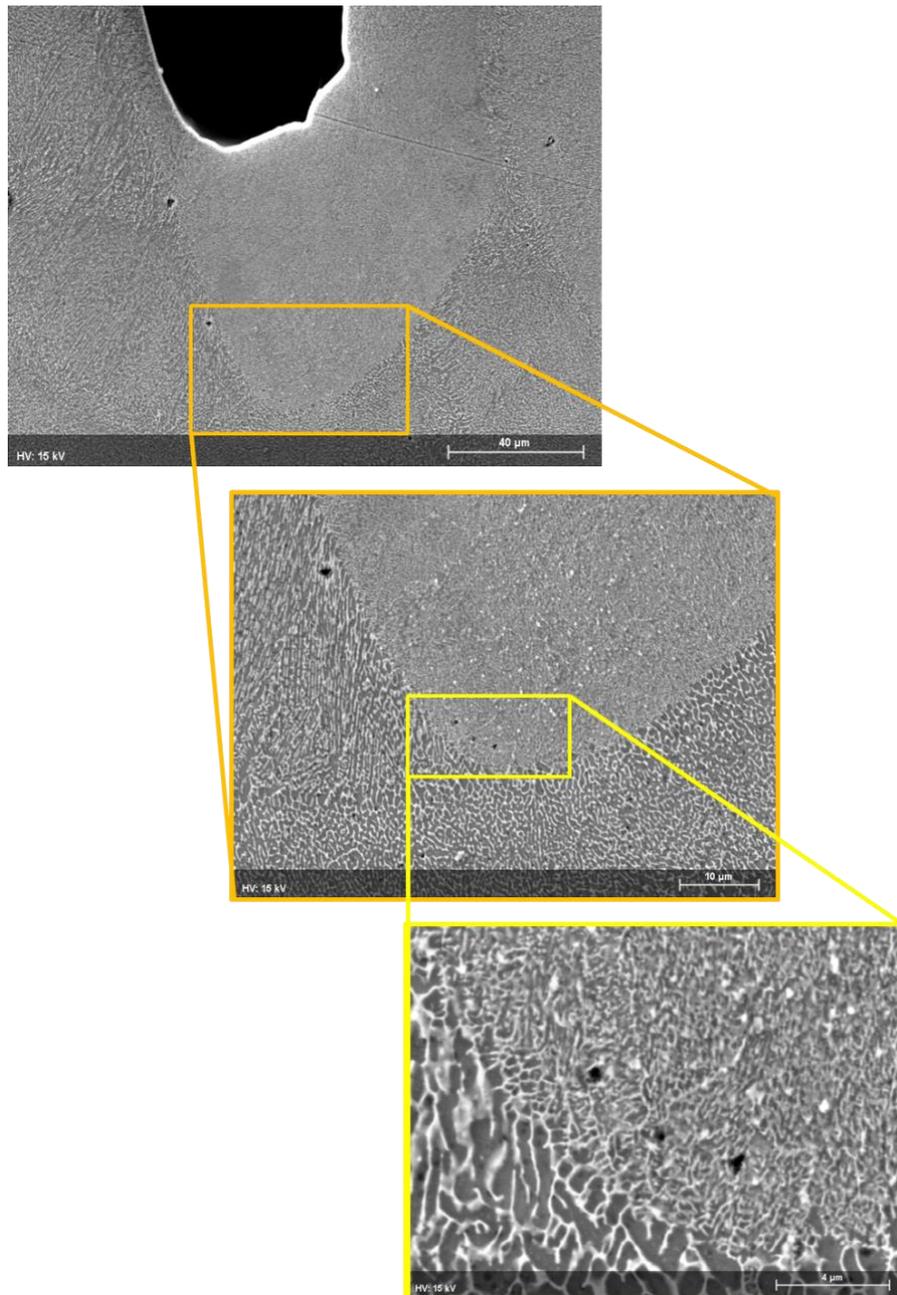


FIGURE 4-40 : OBSERVATION AU MEB D'UNE COUPE LONGITUDINALE D'UN CORDON DE LASAGE

La figure 4-41 montre une observation MEB d'une même zone, en coupe longitudinale, a) en électrons secondaires, donnant des informations topologiques de l'échantillon, et b) en électrons rétrodiffusés.

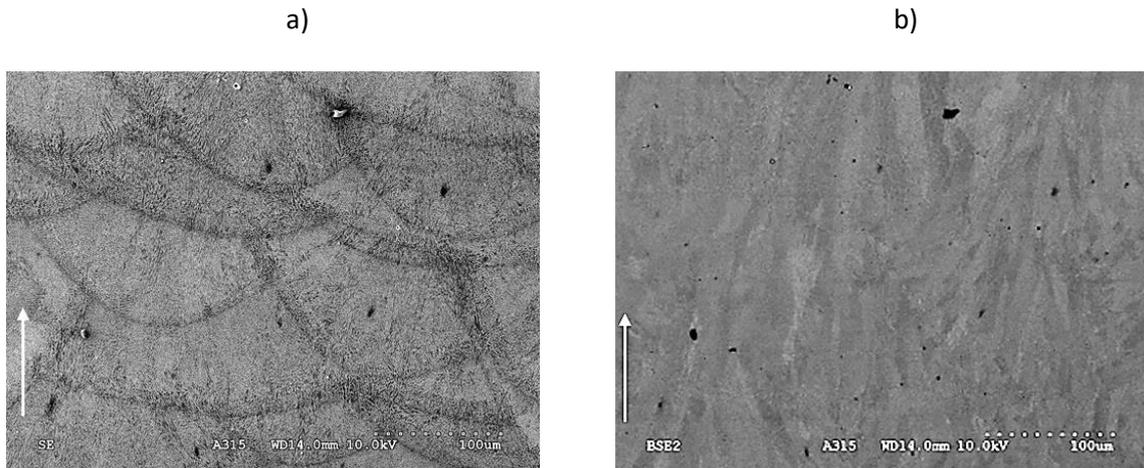


FIGURE 4-41 : OBSERVATION MEB APRES ATTAQUE DE KELLER, COUPE LONGITUDINALE, A) EN ELECTRONS SECONDAIRES, B) EN ELECTRONS RETRODIFFUSES.

On constate qu'outre l'organisation multi-échelle décrite précédemment, avec la présence des marques de lasage et la sous organisation en cellules d'Al- α et de réseaux de phases riches en Si, l'observation en électrons rétrodiffusés nous permet de constater qu'il existe en parallèle une organisation cristalline particulière : les grains sont tous orientés le long de l'axe de construction. Cette orientation est très marquée, à l'origine de l'anisotropie décrite dans la littérature et discutée au chapitre 1. La longueur des grains varie de quelques microns à une centaine de microns. On note que certains grains ne semblent pas respecter la « frontière » des cordons de lasage.

Afin d'aller plus loin dans l'analyse cristalline des échantillons, des cartographies EBSD ont été effectuées, sur des sections longitudinale (figure 4-42) et transversale (figure 4-43).

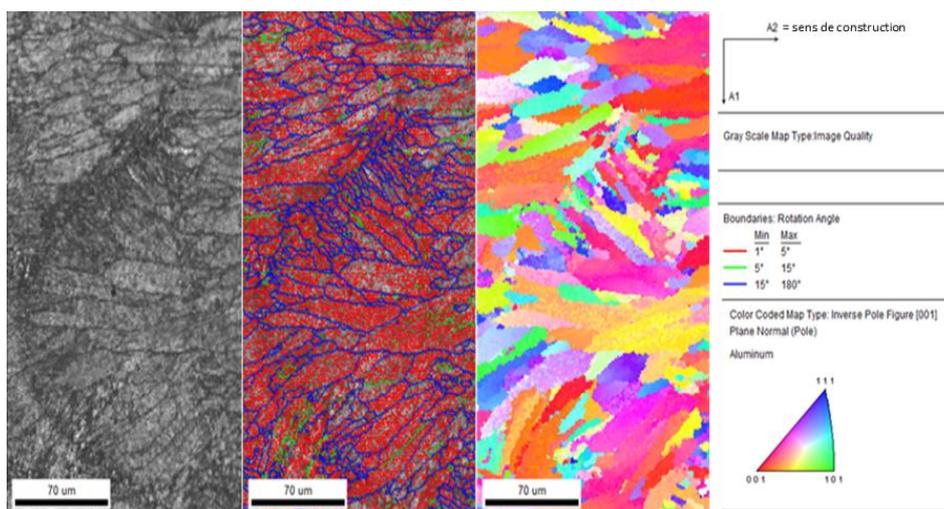


FIGURE 4-42 : CARTOGRAPHIE EBSD D'UNE COUPE LONGITUDINALE SUR ALSI7MGO,6

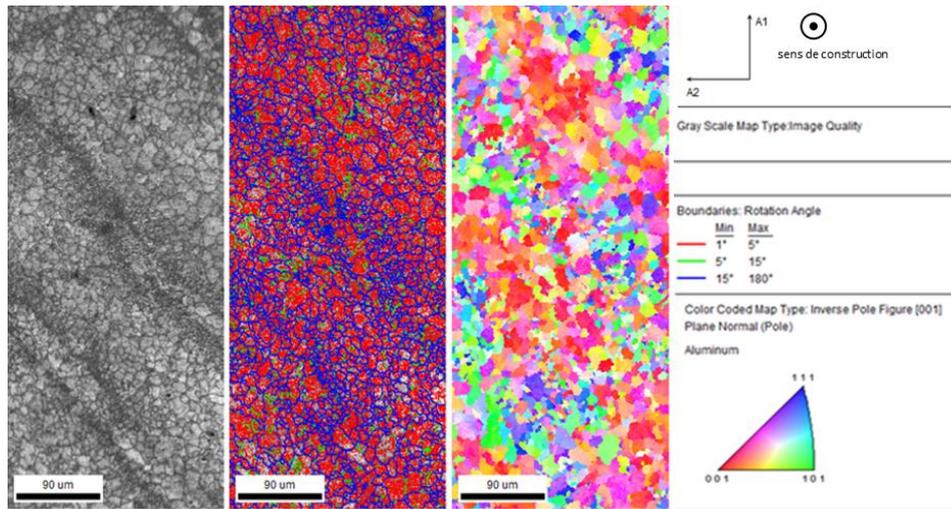


FIGURE 4-43 : CARTOGRAPHIE EBSD D'UNE COUPE TRANSVERSALE SUR ALSi7Mg0,6

La structure EBSD montre une texture typique de solidification rapide qui pourrait être observée en soudage conventionnel. On note des grains plus fins en bordure de cordon, c'est-à-dire là où le refroidissement est le plus rapide. La figure 4-42 met en relief une orientation typique de grains du bord vers le centre du cordon, témoignant ainsi des gradients thermiques présents. De plus des grains de tailles plus conséquentes se sont développés dans la direction de construction de l'éprouvette. En coupe longitudinale, aucune orientation cristalline préférentielle n'est à noter.

La figure 4-43 met également en relief la différence marquée de taille de grain entre le bord et le cœur du cordon. On note par contre une orientation privilégiée des grains, en [001] pour les grains de cœur de cordon, autrement dit une orientation cristalline qui suit l'axe de construction, ce qui confirme les conclusions précédentes. Les grains situés en bordure ont une orientation majoritairement [101] ; ils sont donc préférentiellement orientés dans le sens cœur/ bord du cordon.

Ainsi les microstructures observées sont complexes à décrire, et cela pour plusieurs raisons. Premièrement la fusion laser des couches successives avec une rotation du laser de 67° par couche rend les interprétations difficiles. De plus, l'organisation multi-échelle de la matière est révélatrice d'une histoire thermique complexe subie par le matériau que nous allons essayer d'expliquer.

La spectrométrie d'électrons Auger (AES) a été réalisée sur des échantillons massifs bruts de SLM afin d'accéder à des analyses chimiques des phases. L'interprétation reste délicate à cause de la contamination de surface en carbone et en oxygène de nos échantillons.

Après un décapage ionique à l'argon de faible épaisseur (de l'ordre de 20 nm) qui permet d'éliminer le carbone de contamination, on peut observer sur les cartographies élémentaires données à la figure 4-44, et en particulier sur la cartographie composée, que la présence d'oxygène ne semble pas liée à la présence de silicium, mais couplée à l'aluminium.

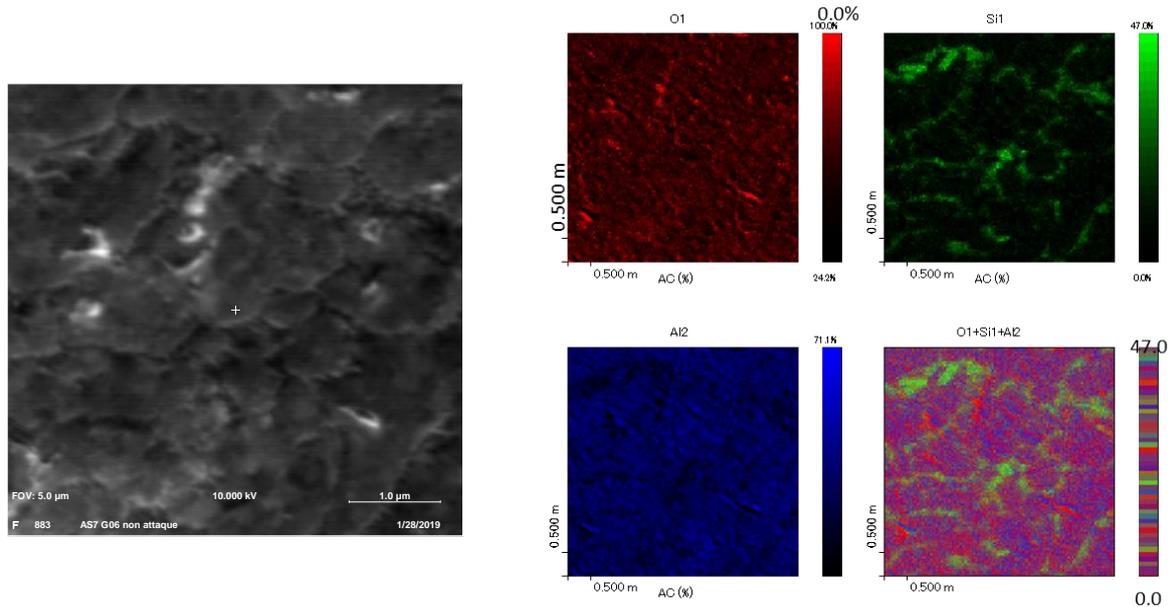


FIGURE 4-44 : IMAGE MEB ET CARTOGRAPHIE AUGER – ÉCHANTILLON POLI NON ATTAQUE

Par la suite pour réduire l’influence de la couche d’alumine, nous avons choisi de réaliser une attaque au réactif de Keller puis d’effectuer des profils en profondeur en utilisant le décapage ionique à l’argon. La figure 4-45 montre que le décapage accentue la topographie de surface, les phases ne présentant pas la même sensibilité au décapage, ce qui peut avoir une conséquence sur l’analyse élémentaire l’une zone durant le décapage.

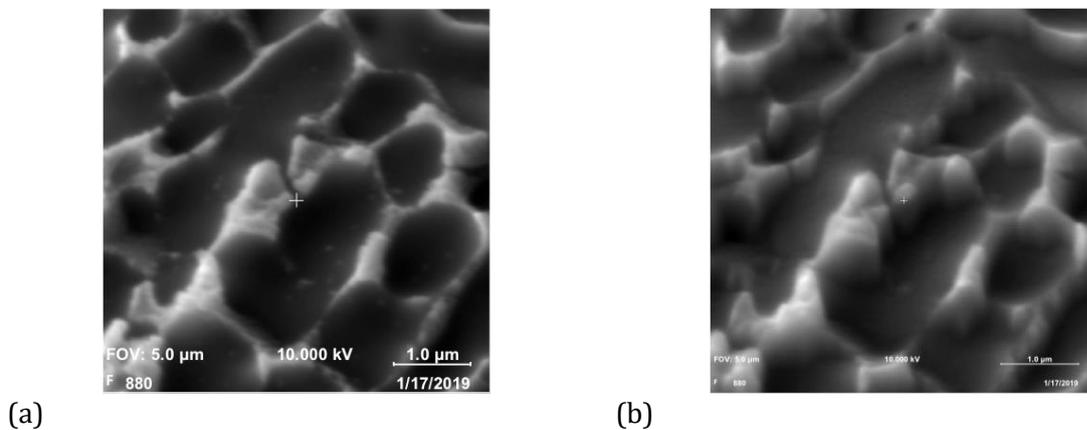


FIGURE 4-45 : ÉCHANTILLON ATTAQUE AU REACTIF DE KELLER. (A) AVANT DECAPAGE, (B) APRES UN DECAPAGE DE 250 NM

La figure 4-46 présente les profils de composition atomique correspondant aux parties sombres de la figure 4-45. On observe, en surface, que cette phase primaire est contaminée en carbone. Cette contamination est éliminée par un décapage supérieur à 20 nm. Malgré l’attaque au réactif de Keller, on note la présence d’oxygène en surface, qui peut encore être attribuée à l’oxydation de l’aluminium (couche de passivation naturelle de l’aluminium) et qui disparaît lors du décapage.

La phase primaire est majoritairement composée d'aluminium mais contient aussi du silicium. La teneur en silicium est variable suivant la zone analysée (3 et 5%), et confirme bien l'état métastable de la microstructure.

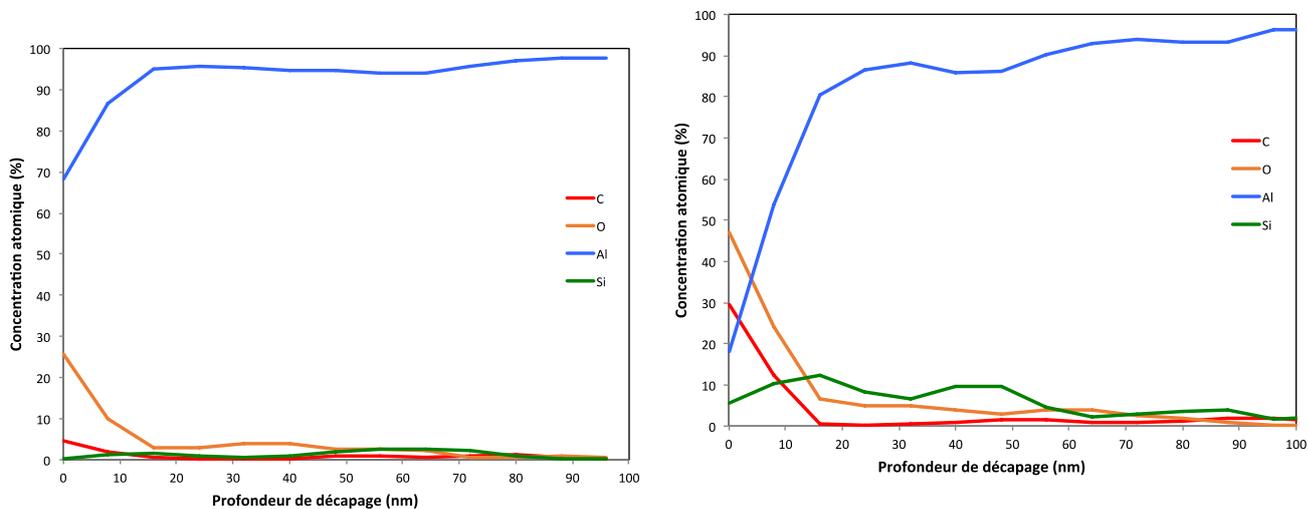


FIGURE 4-46 : AES – PROFILS EN PROFONDEUR DE L'ÉCHANTILLON AlSi7Mg0,6 - ZONES SOMBRES (FIG 4-45)

La figure 4-47 présente les profils de composition atomique correspondant aux parties sombres de la figure 4-45. Nous pouvons constater que le décapage de la zone (la zone décapée est largement supérieure à la zone analysée) entraîne une re-déposition de l'aluminium sur toute la surface, ce qui rend difficilement exploitable les résultats des analyses en fin de décapage, et même durant le décapage, en particulier pour ces zones riches en silicium dont l'analyse de surface durant le décapage révèle rapidement un enrichissement en Al. Ce phénomène est bien observable ici sur le profil en profondeur, la teneur en aluminium augmentant et devenant prépondérante au fur et à mesure du décapage. Mais là encore, le décapage est nécessaire car il permet de s'affranchir de la contamination de surface en carbone.

Nous pouvons conclure de ce profil que les zones claires sont riches en silicium mais contiennent aussi de l'aluminium.

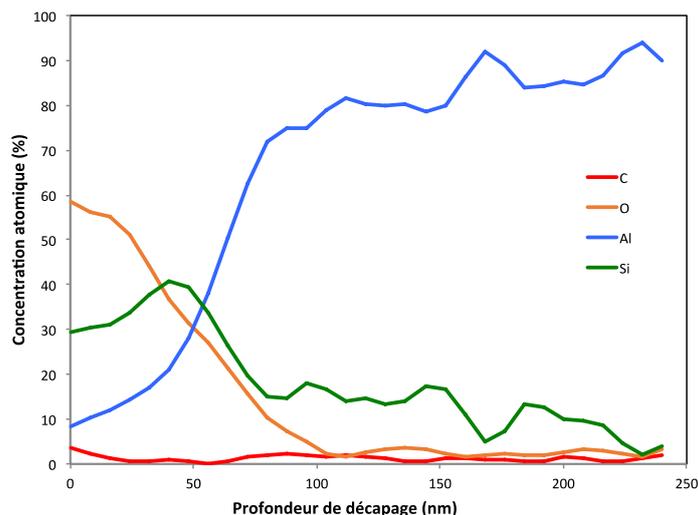


FIGURE 4-47 : AES - PROFILS EN PROFONDEUR DE L'ÉCHANTILLON FIG 4-45 - ZONES CLAIRES

Ces expérimentations mettent en évidence les difficultés rencontrées et l'attention à apporter quant à l'interprétation des résultats. Elles confirment l'état hors équilibre obtenu après SLM mais il sera nécessaire, pour analyser plus précisément la composition chimique des phases, d'effectuer des observations au microscope électronique en transmission couplées à des analyses EDX.

b) Une histoire thermique complexe

Hooper et al ont mesuré les températures atteintes lors du passage d'un laser sur de la poudre d'alliage de titane TA6V. Les essais ont été effectués sur une machine commerciale Renishaw AM250 modifiée. Le laser employé est similaire à celui dont nous disposons sur la SLM 280^{HL}. La figure 4-48 présente les mesures effectuées sur une impulsion laser de 80µs avec une puissance égale à 170W. On constate que les températures s'élèvent jusqu'à près de 4000K, la température moyenne du bain étant supérieure à 2000K. Il est légitime de supposer que des températures analogues sont atteintes lors de la fusion de nos poudres d'AlSi7Mg0,6 dans nos conditions expérimentales, même si aucune étude expérimentale de ce type n'a encore été menée sur les alliages d'aluminium.

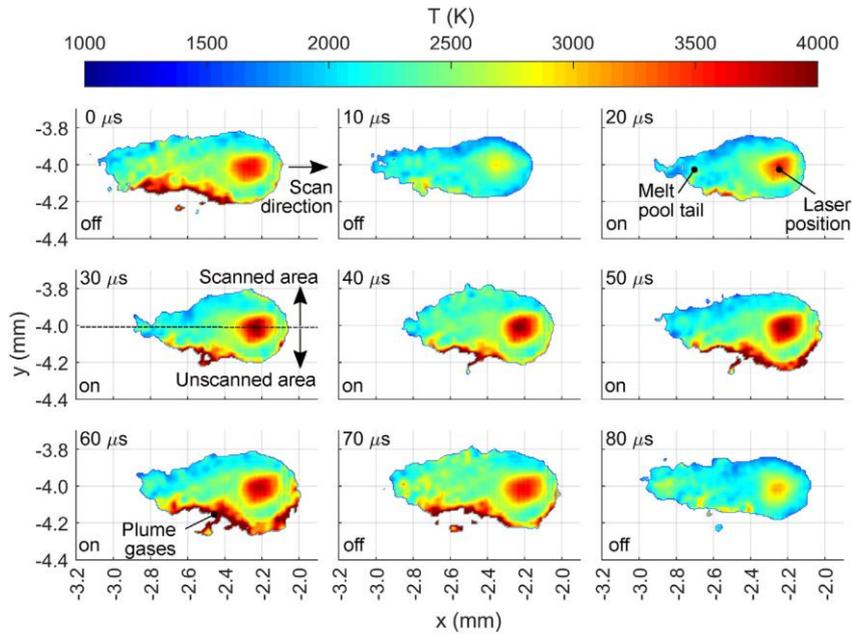


FIGURE 4-48 : TEMPERATURE DE SURFACE LORS D'UNE PULSION LASER SUR TA6V [HOOPER, 2018]

Le tableau 4-6 rappelle les différents constituants chimiques présents initialement dans la poudre d'AlSi7Mg0,6, ainsi que les différentes températures caractéristiques associées à chacun des éléments.

TABLEAU 4-6 : TEMPERATURES CARACTERISTIQUES DES CONSTITUANTS DE L'ALLIAGE AlSi7Mg0,6

| Éléments chimiques initialement présents | Al | Si | Mg | Fe | Cu | Mn | Zn | Ti | O | |
|---|-------|---------|-----------|------|--------|------|-------|-----------|--------|--------------------------------|
| Phases initialement présentes | | | | | | | | | | Al ₂ O ₃ |
| Composition de base de l'alliage (% massique) | reste | 6,5-7,5 | 0,50-0,70 | 0,15 | 0,03 | 0,10 | 0,07 | 0,10-0,18 | ? | ? |
| Température de fusion (°C) | 660,3 | 1410 | 650 | 1535 | 1084,6 | 1244 | 419,5 | 1668 | -218,8 | 1650 |
| Température d'ébullition (°C) | 2467 | 2355 | 1107 | 2750 | 2567 | 1962 | 907 | 3287 | -183 | 2230 |

On note que tous les éléments ont atteint leur température de fusion, y compris l'alumine Al₂O₃ présent à la surface de la particule de poudre pour des températures inférieures à 2000K. On constate également qu'à ces températures, certains éléments tel que le magnésium Mg, ont dépassé leur température d'ébullition. Cela est un élément favorable à l'apparition de microporosités de type métallurgique, dont nous avons discuté au chapitre 1. Toutefois, certaines études menées sur les post-traitements de pièces en AlSi7Mg0,6 fabriquées par SLM, notamment les traitements thermiques,

montrent la présence de précipités de Mg_2Si dans des pièces élaborées par SLM. Cela est la preuve que l'ensemble du magnésium initialement présent dans la poudre n'est pas complètement sublimé.

La figure 4-49 est une schématisation du cycle thermique que subit le matériau lors d'une fabrication SLM, quel que soit la paramétrie employée.

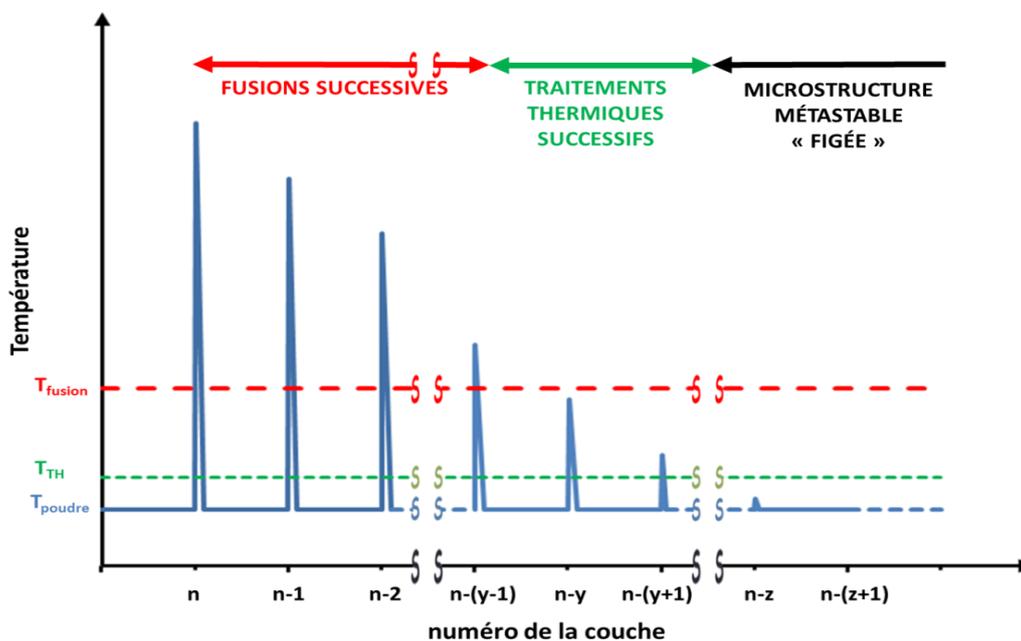


FIGURE 4-49 : CYCLE THERMIQUE SUBI PAR LE MATERIAU LORS LASAGE DE LA COUCHE n.

Au passage du laser, la poudre sur la couche n va complètement fondre et se solidifier extrêmement rapidement (vitesse de l'ordre de 10^6 K.s^{-1}), favorisant ainsi le développement d'une structure métastable. Le passage du laser affecte aussi les couches inférieures : les couches les plus proches de la couche n en cours de fabrication, peuvent fusionner (couche n-1, n-2 par exemple sur la Figure 4-45). Au niveau de ces couches, le bain de fusion élimine la texture de solidification, réinitialise l'orientation des grains et remet en solution toutes les phases précipitées.

À partir de la couche n-y, la température de fusion n'est pas atteinte et ces couches ne subissent alors qu'un traitement thermique à haute température mais en dessous du solidus. On peut donc considérer que le passage du laser sur la couche n n'apporte pas suffisamment d'énergie pour modifier la texture cristallographique de ces couches qui conservent donc leur structure métastable. La couche reste donc solidifiée avec la même texture cristallographique quelle avait lors de sa toute dernière solidification. La taille des grains et leur orientation restera plutôt stable car le refroidissement entre chaque passage est très rapide, et la mobilité/réarrangement des atomes sur de très longues distances (plusieurs mm) n'aura pas le temps de s'opérer. Seuls des phénomènes à l'état solide ont lieu tels que germinations ou précipitations vont se produire.

c) Quelles peuvent-être les conséquences de la présence initialement importante d'oxyde sur la microstructure ?

Souvent comparé au procédé de soudage laser classique, il existe une différence majeure entre ce procédé et le SLM, à savoir la matière première. En effet, en SLM la matière de base est une poudre tandis qu'en soudage classique on cherche à assembler deux solides entre eux. Pour un même volume étudié, la surface développée sera plus importante en SLM comme illustré sur la figure 4-50, ce qui entraîne une différence non négligeable sur la couche d'oxyde à traiter avec les deux procédés, différence que nous allons estimer par un calcul simplifié.



FIGURE 4-50 : SCHEMATISATION DE LA SURFACE DEVELOPPEE AU CONTACT DIRECT AVEC LE MILIEU ENVIRONNANT, A) EN SLM, B) EN SOUDAGE LASER

Pour cela, on se place sous les hypothèses suivantes :

- (i) on étudie un même volume de 1cm^3 représentatif d'une couche de poudre déposée, c'est-à-dire pour une épaisseur de $50\ \mu\text{m}$;
- (ii) on considère que la poudre est uniquement constituée de particules parfaitement sphériques de diamètre $40\ \mu\text{m}$ (en accord avec l'analyse granulométrique) ;
- (iii) l'oxydation naturelle d'un alliage d'aluminium forme une couche d'alumine (Al_2O_3) de l'ordre de $10\ \text{Å}$ à la surface en contact avec le milieu ambiant [HUNTER, 1956]. Nous considérons que l'épaisseur de cette couche passive reste constante dans le temps. L'épaisseur d'oxyde étant faible face aux autres dimensions, nous évaluerons sa quantité comme étant la surface développée des particules présentes dans le volume considéré. La quantité d'oxyde sera donc légèrement sous-estimée ;
- (iv) nos mesures nous donnent une densité du bain de poudre de 1,72. La densité vraie des particules est supposée comme étant identique à la densité du matériau massif, qui est de 2,66.

Dans les conditions considérées, une particule a un volume propre de (4.11) :

$$\frac{4}{3} \pi (0,002)^3 \approx 3,4 \cdot 10^{-8} \text{ cm}^3 \quad (4.11)$$

Dans un centimètre cube de poudre, on a $\frac{1,72}{2,66} = 65\%$ de l'ensemble qui est constitué par des particules de poudre pleines. Les 35% restant représentent l'air autour des particules. Le nombre de particules de poudre AlSi7Mg0,6 présentes dans 1 centimètre cube est donc de (4.12) :

$$\frac{0,65}{3,4 \cdot 10^{-8}} \approx 20\,000\,000 \text{ particules} \quad (4.12)$$

Considérant uniquement des particules parfaitement sphériques de diamètre 40 μm , la surface développée d'une particule se détermine par (4.13) :

$$4 \pi (0,002)^2 = 5 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^2 \quad (4.13)$$

La surface développée et donc la surface d'oxyde à traiter, pour un volume de poudres de 1 centimètre cube, est donc (4.14) :

$$5 \cdot 10^{-5} * 20\,000\,000 \approx 1005 \text{ cm}^2 \quad (4.14)$$

Pour le soudage d'une tôle de 50 μm d'épaisseur, la surface développée représentative de la part d'oxyde présente à la surface de la tôle est de 200 cm^2 .

Pour un volume donné, on note donc que l'on trouve 5 fois plus d'oxydes dans un lit de poudres que sur une tôle. Cette proportion sera encore plus grande si on diminue le diamètre des particules de poudre ou si la géométrie des poudres n'est pas parfaitement sphérique.

La présence d'alumine au sein du bain de fusion peut alors agir comme site préférentiel à la germination. Plus on aura d'alumine, plus on aura de sites de germination potentiels et plus fine sera la microstructure. Les cellules d'Al- α sursaturées en Si pourront se développer rapidement, formant une microstructure extrêmement fine, ce qui peut expliquer les microstructures observées (par exemple sur la figure 4-36).

4.5.3 Propriétés mécaniques

a) Influence du procédé d'élaboration

Notre objectif dans ce chapitre est de caractériser l'alliage AlSi7Mg0,6 obtenu brut de fabrication SLM et de le comparer à ce que l'on obtient à partir d'un autre procédé, la fonderie. Afin de faire des essais mécaniques comparatifs, des essais de traction ont été effectués sur deux séries d'éprouvettes, l'une

brute de SLM, l'autre à partir d'éprouvettes usinées dans un lingot de fonderie d'alliage AlSi7Mg0,6. Les essais ont été réalisés dans les conditions décrites au chapitre 2. La figure 4-51 présente le comportement mécanique des deux séries d'éprouvettes et le tableau 4-7 récapitule les principales propriétés mécaniques obtenues.

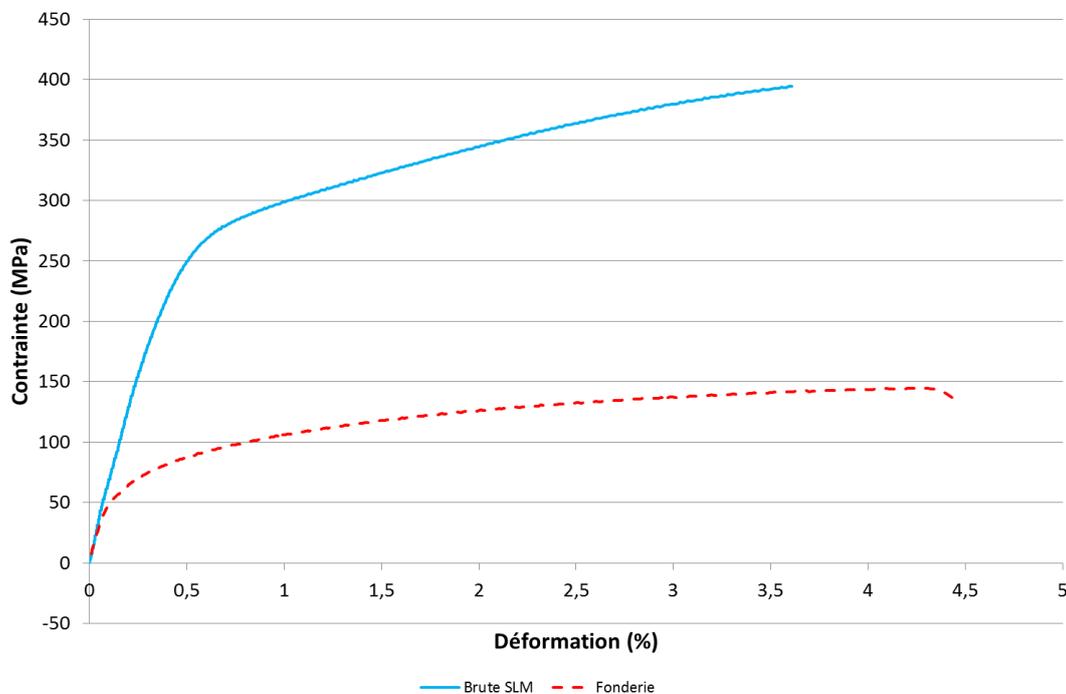


FIGURE 4-51 : COURBES DE TRACTION DE L'ALLIAGE AlSi7Mg0,6 SUIVANT LE PROCÉDE D'ÉLABORATION EMPLOYÉ

TABLEAU 4-7 : PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES OBTENUES SUR AlSi7Mg0,6

| | E (GPa) | ϵ_R (%) | σ_R (MPa) | $\sigma_{0,2}$ (MPa) |
|------------------------|---------|------------------|------------------|----------------------|
| Fonderie usinée | 60 | 4,70 | 144 | 76,82 |
| Brute SLM | 60 | 3,61 | 395 | 275 |

Le comportement mécanique des deux séries d'éprouvettes est similaire et correspond à ce qui est classiquement observé sur cette famille d'alliages d'aluminium, à savoir une première zone de déformation élastique quasi linéaire, suivi d'un plateau plastique avant rupture. Les limites d'élasticité des pièces brutes de SLM sont trois fois supérieures à celles obtenues en fonderie. Les mêmes tendances sont constatées pour les contraintes à la rupture. Cette nette différence entre « brute de SLM » et « fonderie » s'explique par la différence de microstructure entre les pièces. En effet, dans le cas des pièces brutes de SLM, nous avons une organisation multi-échelle et une microstructure extrêmement fine et complexe (microstructure métastable), en comparaison de celle observée sur des

pièces en AlSi7Mg0,6 issues de la fonderie plus grossière, avec des précipités d'éléments β'' et β' (Mg_2Si). Dans le cas des alliages d'aluminium de la série 4XXX, plus la microstructure est grossière, plus faible seront les propriétés mécaniques.

Shifeng et al ont montré que la rupture de pièces fabriquées par SLM se produisait généralement à la frontière des bains de fusion. La figure 4-52 illustre leur propos. Peu importe le sens de construction de l'éprouvette, la rupture a toujours lieu à l'interface entre deux cordons, qu'il s'agisse de jonctions cordon/cordon pour les éprouvettes horizontales, ou de jonctions couche/couche pour les éprouvettes verticales, comme c'est le cas dans notre étude.

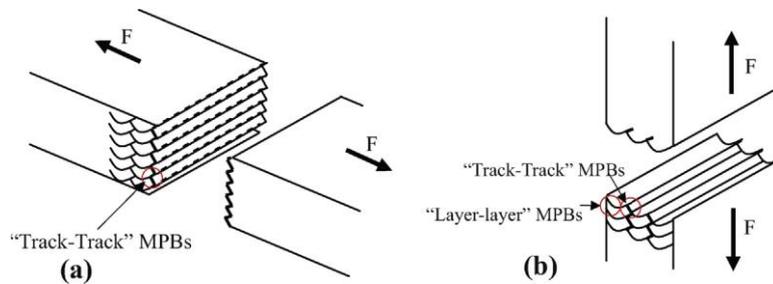


FIGURE 4-52 : SCHEMA DE FACIES DE RUPTURE D'ÉPROUVETTES BRUTE DE SLM APRES TRACTION UNI AXIALE, A) CONSTRUCTION HORIZONTALE, B) CONSTRUCTION VERTICALE [SHIFENG, 2014]

Les faciès de rupture que nous avons observés au MEB, dont un exemple est présenté sur la figure 4-53, montrent que la rupture suit le lasage de la pièce, puisque l'on distingue nettement les traces du passage du laser (figure 4-53 a)) et confirment donc les résultats obtenus par Shifeng et al. La rupture semble se faire au niveau de la jonction inter-couche, entre deux bains de fusion. En effet, la figure 4-53 b) révèle l'existence de cupules de petites dimensions, inférieures au micron. Cette microstructure, propre aux pièces élaborées par SLM, a déjà été présentée précédemment.

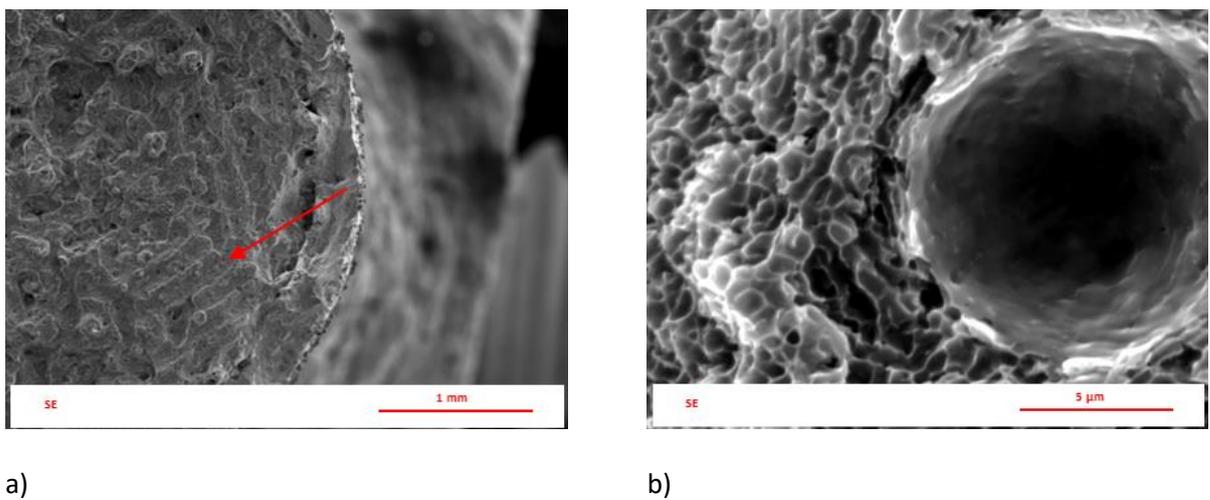


FIGURE 4-53 : FACIES DE RUPTURE DES ÉPROUVETTES BRUTE SLM, A) VUE GLOBALE, B) GROSSISSEMENT SUR UNE POROSITE METALLURGIQUE

Plusieurs hypothèses sont avancées pour expliquer ce phénomène : une, qu'il s'agisse de variation de composition chimique locale, de la présence d'une microstructure particulière dans ces zones, ou encore d'une concentration de défauts de types porosité métallurgiques entraînant la contamination locale de l'alliage (notamment la contamination à l'oxygène) [SHIFENG, 2014]. Les fractographies que nous avons réalisées corroborent bien ces conclusions (figure 4-54).

b) Influence de l'état de surface

La finition des pièces fabriquées par SLM représente un point critique de la fabrication additive. Nous avons pu constater, dans nos études précédentes, que la paramétrie employée influence les états de surfaces finaux de façon indiscutable.

Dans l'objectif d'étudier l'influence des états de surface sur les propriétés mécaniques statiques des pièces fabriquées en SLM en AlSi7Mg0,6, nous avons effectué des essais de traction uni axiale sur des éprouvettes fabriquées avec différentes stratégies (figure 4-54).

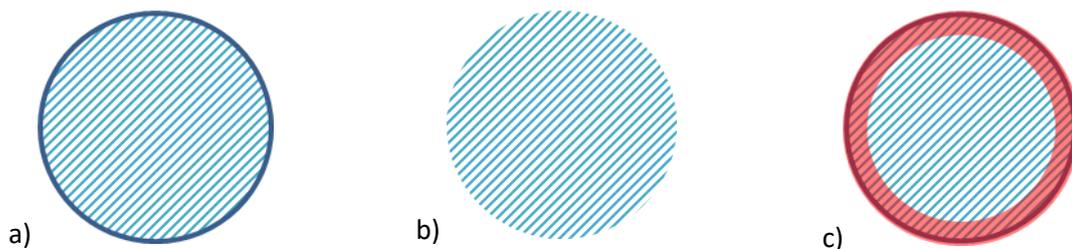
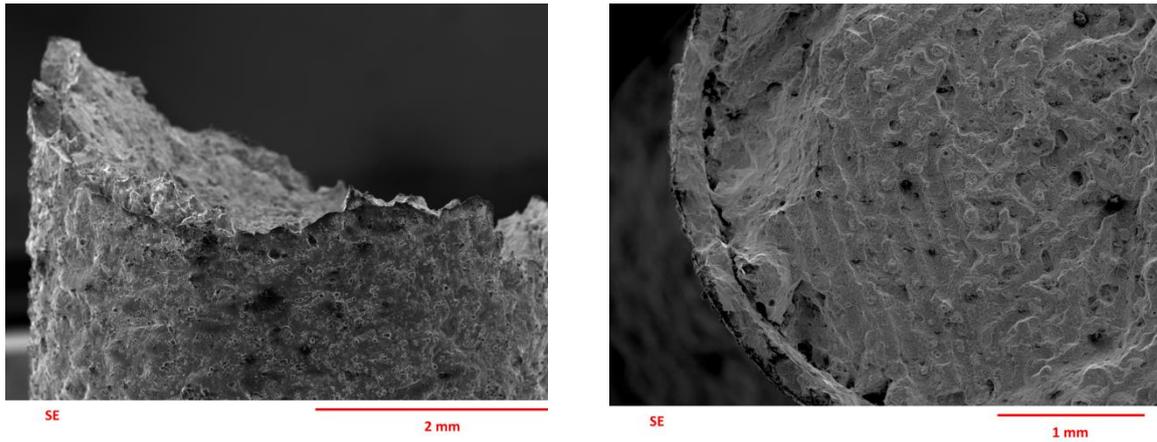


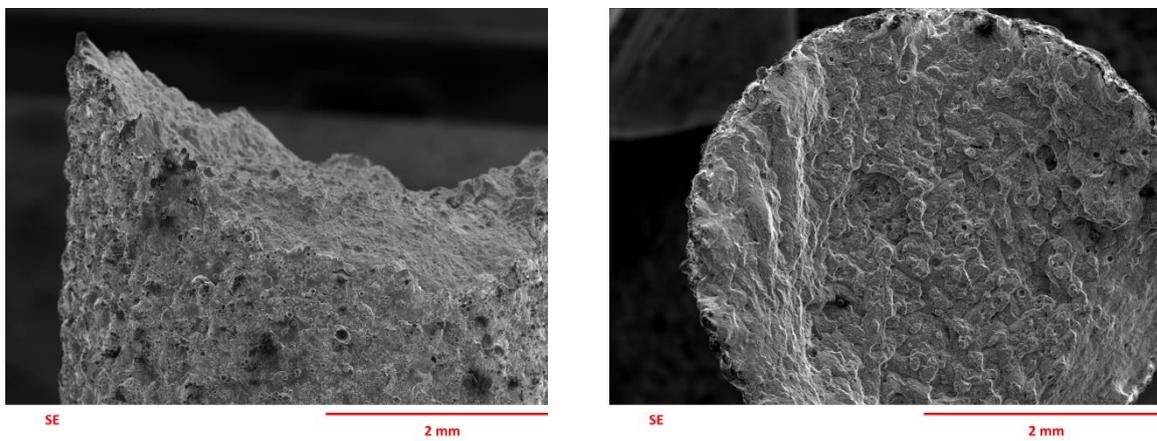
FIGURE 4-54 : STRATEGIES DE LASAGE EMPLOYEES POUR L'ETUDE

La première série d'éprouvettes a été fabriquée de façon classique (cœur et contours) et a été testée brute de SLM (Figure 4-54, a)). La deuxième série d'éprouvettes a été fabriquée avec une stratégie sans contour (Figure 4-54 b)). Les éprouvettes ont également été testées « brutes de fabrication ». La dernière série d'éprouvettes a été fabriquée avec la même stratégie que la première série mais ces éprouvettes ont ensuite été usinées (détourage de quelques mm) afin d'éliminer l'épaisseur de « contours » liées à la stratégie (Figure 4-54 c)).

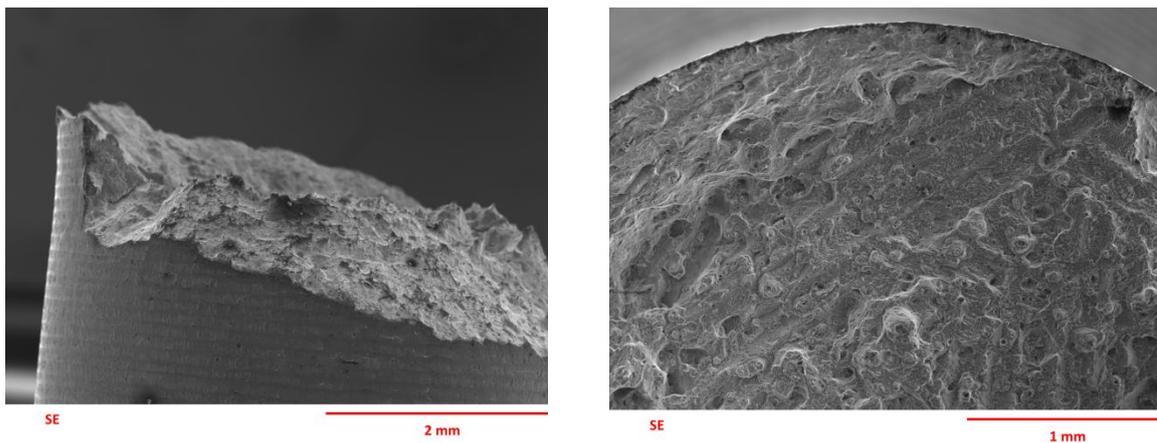
La Figure 4-55 présente pour les 3 catégories d'éprouvettes le faciès de rupture et l'état de surface. La référence choisie est la rugosité des éprouvettes de la série a). La série b) présente une rugosité 2,2 fois plus élevée tandis qu'après usinage la rugosité est beaucoup plus faible (figure 4-55 c)).



a) Brute de SLM, paramétrie standard avec contours - État de surface relatif = 1



b) Brute de SLM, paramétrie standard sans contours - État de surface relatif = 2,2



c) Usiné post-SLM, paramétrie standard avec contours - État de surface relatif = 0,09

FIGURE 4-55 : FACIES DE RUPTURE OBSERVES, A) D'UNE EPROUVETTE BRUTE DE SLM AVEC CONTOURS, B) D'UNE EPROUVETTE BRUTE DE SLM SANS CONTOURS ET C) D'UNE EPROUVETTE USINEE POST-SLM
On constate que les faciès des séries b) et c) sont très similaires. Contrairement à la série a) pour laquelle on distingue très nettement la stratégie de fabrication, l'influence de la stratégie est atténuée

pour les série b) et c). Comme précédemment, et pour les trois séries, la rupture semble se produire à la frontière des bains de fusion, là où les cellules d'Al- α sont plus grossières, comme vu précédemment. Aucune amorce de rupture particulière n'a été constatée au niveau des contours des éprouvettes, cela malgré des états de surface très différents. On peut constater qu'une légère striction a eu lieu sur les éprouvettes usinées ; cela n'a pas été observé pour les autres séries.

La figure 4-56 présente les courbes de traction des trois séries d'éprouvettes testées. On constate que les éprouvettes usinées présentent les meilleures propriétés mécaniques, tant en termes de résistances ($\sigma_{0,2}$ et σ_{max}) qu'en termes d'allongement à la rupture, qui est jusqu'à deux fois plus important que dans le cas des éprouvettes brutes de fabrication. Les éprouvettes des séries a) et b) ont un comportement mécanique quasiment identique. On note toutefois un plus grand allongement à la rupture pour les éprouvettes fabriquées sans contours. La différence de rugosité entre les séries a) et b) ne semble pas avoir d'influence sur la limite d'élasticité.

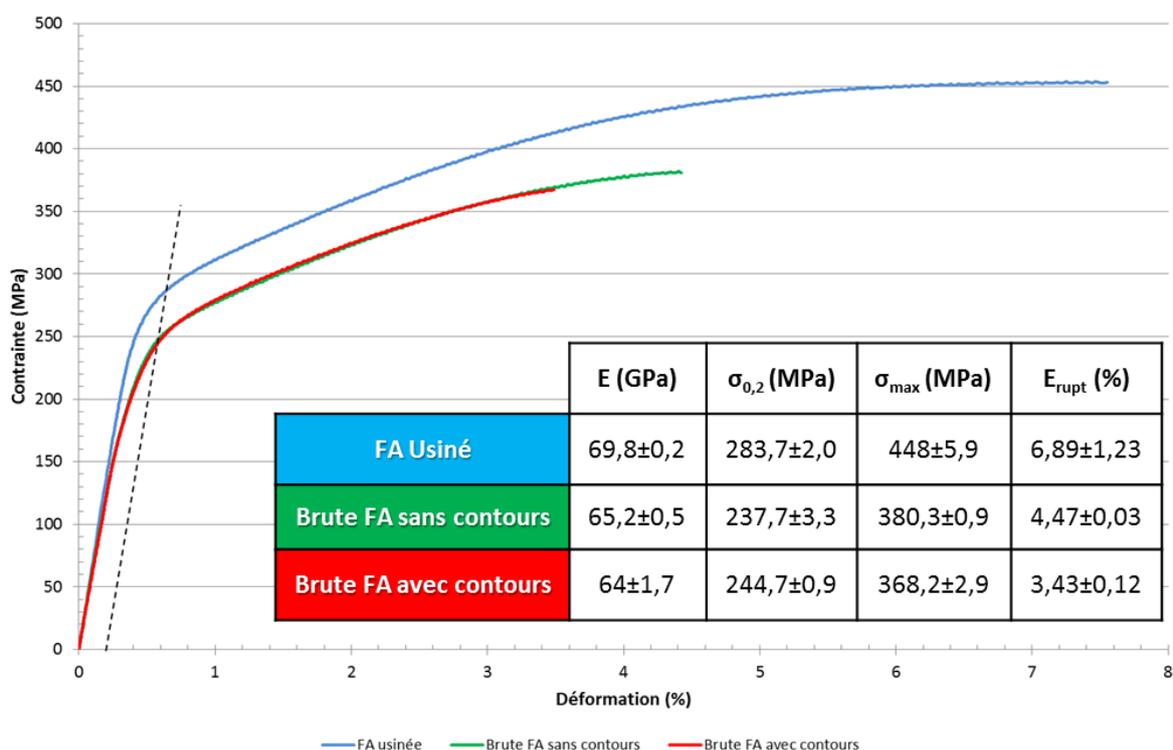


FIGURE 4-56 : COURBE DE TRACTION ET PROPRIETES MECANIQUES DES EPROUVETTES

La figure 4-57 présente les microstructures des trois séries d'éprouvettes, après attaque chimique au réactif de Keller, observées au microscope optique.

On note une similarité d'organisation entre les éprouvettes des séries a) et c). En effet, à l'exception du lasage de contours, absent pour la série c), les lignes de fusion sont bien droites et rectilignes tout au long d'une même couche. Au contraire, les lignes de lasage observées sur les éprouvettes de la série b) sont plus courbées, comme si la matière fondue s'était affaissée sur la poudre alentour.

Au bilan, nous avons constaté que les éprouvettes ayant été usinées post-SLM présentent de meilleures propriétés mécaniques que les éprouvettes testées brutes de fabrication. Ceci peut en particulier s'expliquer par de meilleurs états de surface, ou encore du fait d'un léger détentionnement réalisé de façon involontaire lors de l'usinage des éprouvettes.

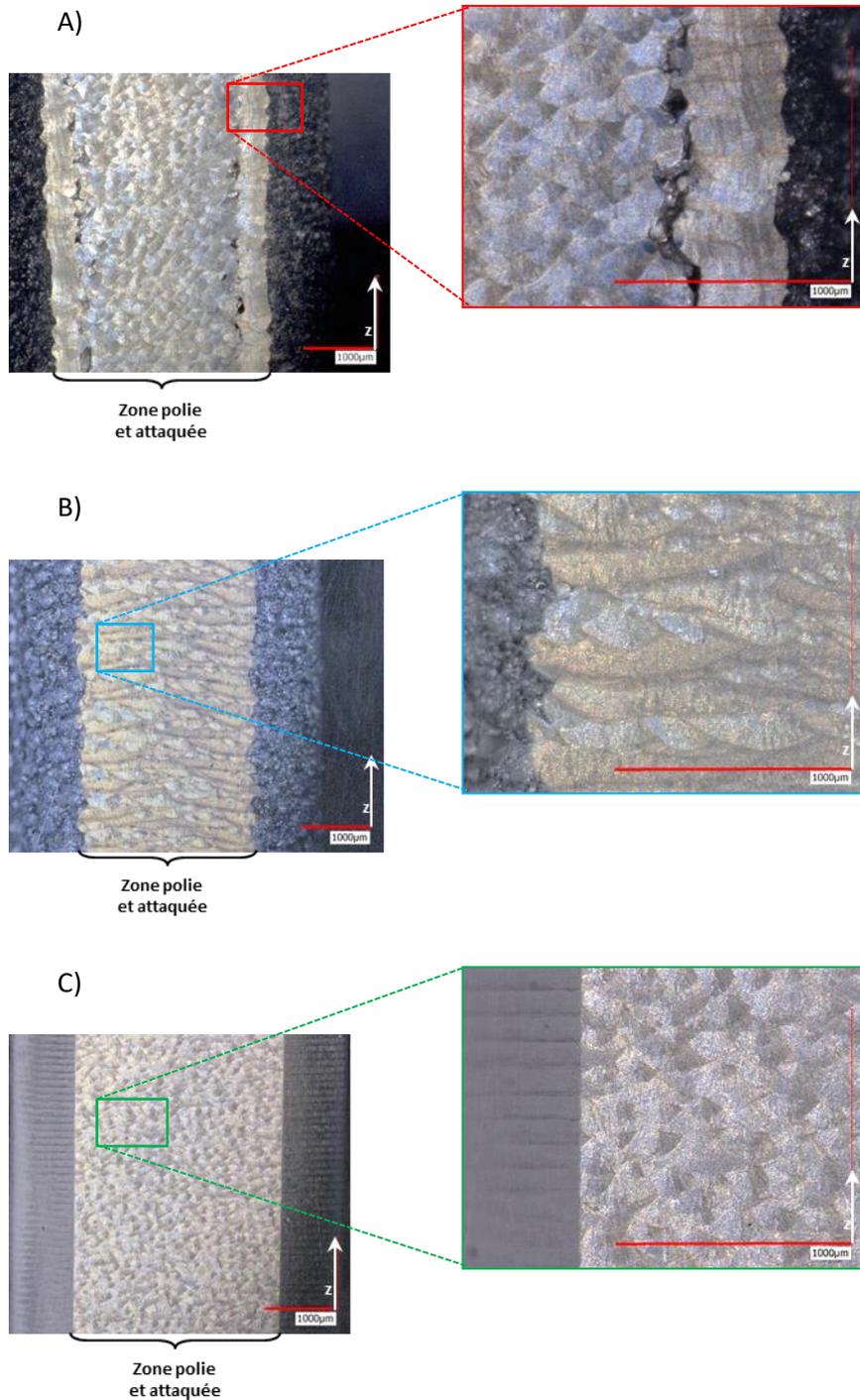


FIGURE 4-57 : MICROSTRUCTURES ET ETAT DE SURFACE, A) SLM AVEC CONTOURS, B) SLM SANS CONTOURS, C) SLM AVEC CONTOURS USINE POST-PRODUCTION – MICROSCOPIE NUMERIQUE

En conclusion, nous avons observé que l'absence de contour entraîne un affaissement de la microstructure et une modification des lignes de fusion qui conduisent à une dégradation de l'état de surface. Cet accroissement de la rugosité n'a pas d'influence sur le comportement en traction si ce n'est une légère influence sur l'allongement à la rupture. D'autre part, cette étude a montré qu'un usinage post-SLM, bien que n'ayant pas d'influence sur la microstructure, conduit à une amélioration des propriétés mécaniques. Cette évolution peut être attribuée à la forte amélioration de l'état de surface dû à l'usinage.

Conclusions et perspectives

Dans ce chapitre nous nous sommes intéressés à l'étude paramétrique sur la SLM 280^{HL} d'un alliage AlSi7Mg0,6. Cet alliage, couramment utilisé dans le domaine aéronautique, présente un certain potentiel pour la réalisation de pièces par fabrication additive.

S'agissant de premières études, nous nous sommes intéressés à l'étude des densités d'énergie, linéiques et volumiques, tels que couramment définies dans la littérature. Nous avons pu définir, à partir de résultats expérimentaux 1D et de simulations numériques thermiques, des lois de comportement matériaux permettant de prévoir la géométrie d'un cordon de lasage à partir de la puissance laser et de la vitesse de lasage. Ces données nous offrent un moyen d'optimiser la distance inter-cordons à appliquer pour obtenir rapidement une pièce de qualité.

Les études paramétriques menées, à densités d'énergie volumiques variables et fixes, nous ont permis de définir une paramétrie optimisée, dans nos conditions opératoires. Toutefois, un travail complémentaire sera nécessaire pour optimiser totalement la paramétrie, notamment au niveau de la transition cœur/contours. Nous avons également pu constater les limites de la définition de la densité d'énergie volumique telle que nous l'avons adopté. De nombreux facteurs ne sont pas pris en compte bien que leur influence ne soit pas négligeable sur la santé finale de pièce.

À partir de notre paramétrie optimisée, avec les conditions opératoires choisies, une étude de la microstructure a révélé une organisation multi échelle de la matière. Cette organisation est le témoin direct de l'histoire thermique complexe qu'a subi le matériau lors du procédé SLM. Cette microstructure particulière influence directement le comportement mécanique des pièces ainsi fabriquées.

Chapitre 5

Adaptation du procédé SLM à un nouvel alliage d'aluminium à haute résistance : l'AM205

| | |
|---|-----|
| 5.1. L'alliage AM205..... | 180 |
| 5.2. Caractérisation de la matière première..... | 181 |
| 5.3. Conditions expérimentales | 183 |
| 5.4. Stabilité des bains de fusion | 185 |
| 5.5. Densité relative..... | 187 |
| 5.6. États de surface..... | 189 |
| 5.7. Propriétés mécaniques | 191 |
| 5.7.1 Influence de la paramétrie sur les propriétés mécaniques | 191 |
| a) <i>Résultats des essais mécaniques</i> | 191 |
| b) <i>Étude des faciès de rupture</i> | 193 |
| c) <i>Lien entre propriétés mécaniques et densités relatives</i> | 194 |
| 5.7.2 Limite d'élasticité..... | 194 |
| 5.7.3 Mise en évidence des instabilités Portevin-Le Châtelier (PLC) | 198 |
| 5.8. Microstructure de l'AM205 | 200 |

Ce chapitre présente une étude de faisabilité en SLM d'un alliage d'aluminium haute résistance de la famille 2XXX, peu étudié dans la littérature et qui semble représenter un potentiel intéressant pour les industriels aéronautiques. Après une présentation rapide de l'alliage AM205 ainsi que de ces intérêts pour l'industrie aéronautique, nous présenterons l'étude menée basée sur la méthodologie employée sur l'AlSi7Mg0,6. Ce travail est une première étape d'un travail plus conséquent qui sera à mener dans l'objectif d'optimiser les conditions opératoires en SLM à appliquer à cet alliage. Nous discuterons des résultats obtenus, notamment en termes de caractérisations mécaniques.

5.1. L'alliage AM205

Le choix de l'alliage étudié s'est fait en collaboration avec les partenaires industriels du projet FUTURPROD. L'objectif de la collaboration était de sélectionner un alliage d'aluminium haute résistance afin d'appréhender la possibilité de fabriquer des pièces saines (i.e. denses et non fissurées) et ayant de bonnes caractéristiques mécaniques, avec la machine SLM 280 HL disponible. Parmi les critères de sélection pris en compte, nous pouvons citer des critères techniques (performances mécaniques atteignables, retours d'expériences existants, etc.), des critères d'approvisionnement (délais, coûts, source crédible et pérenne, nécessité de licences d'exploitation, brevets, etc.) mais aussi d'innovation.

Le choix s'est porté sur l'alliage AM205 qui est un alliage d'aluminium de la série 2XXX spécialement développé par la société Aeromet® afin de répondre aux attentes des acteurs du secteur aéronautique, recherchant un alliage léger, haute performance et relativement peu coûteux (~200€/kg). La composition de l'alliage est brevetée par Aeromet. La version AM205 est la composante « fabrication additive » qui découle du développement initial d'un alliage de fonderie haute résistance, l'A205 ou A20X™. Originellement, l'alliage A20X™ a été développé dans l'objectif d'accroître la coulabilité de l'alliage A201 tout en conservant les propriétés de très haute résistance de l'alliage initial.

L'A20X™ peut être considéré comme un composite à matrice métallique dont la matrice est constituée d'alliage A201, renforcée par l'ajout de particules de diborure de titane TiB₂ [BALE, 2011]. L'A205 contient généralement entre 2 et 4 %_{vol} de TiB₂ ce qui engendre des modifications notables de microstructure.

Xi et al ont démontré que l'ajout de microparticules de TiB₂ dans une poudre d'alliage AlSi12 permet de diminuer très sensiblement la taille des grains (Figures 5-1 a) et b)) [XI, 2019]. Les particules de diborure de titane sont des sites qui favorisent la germination de grains. De plus, cet affinement permet d'obtenir une microstructure isotrope et relativement homogène, en termes de dimensions de grains. Par conséquent, l'ajout de ces particules de TiB₂ permet d'améliorer les propriétés mécaniques (Figure 5-1 c)).

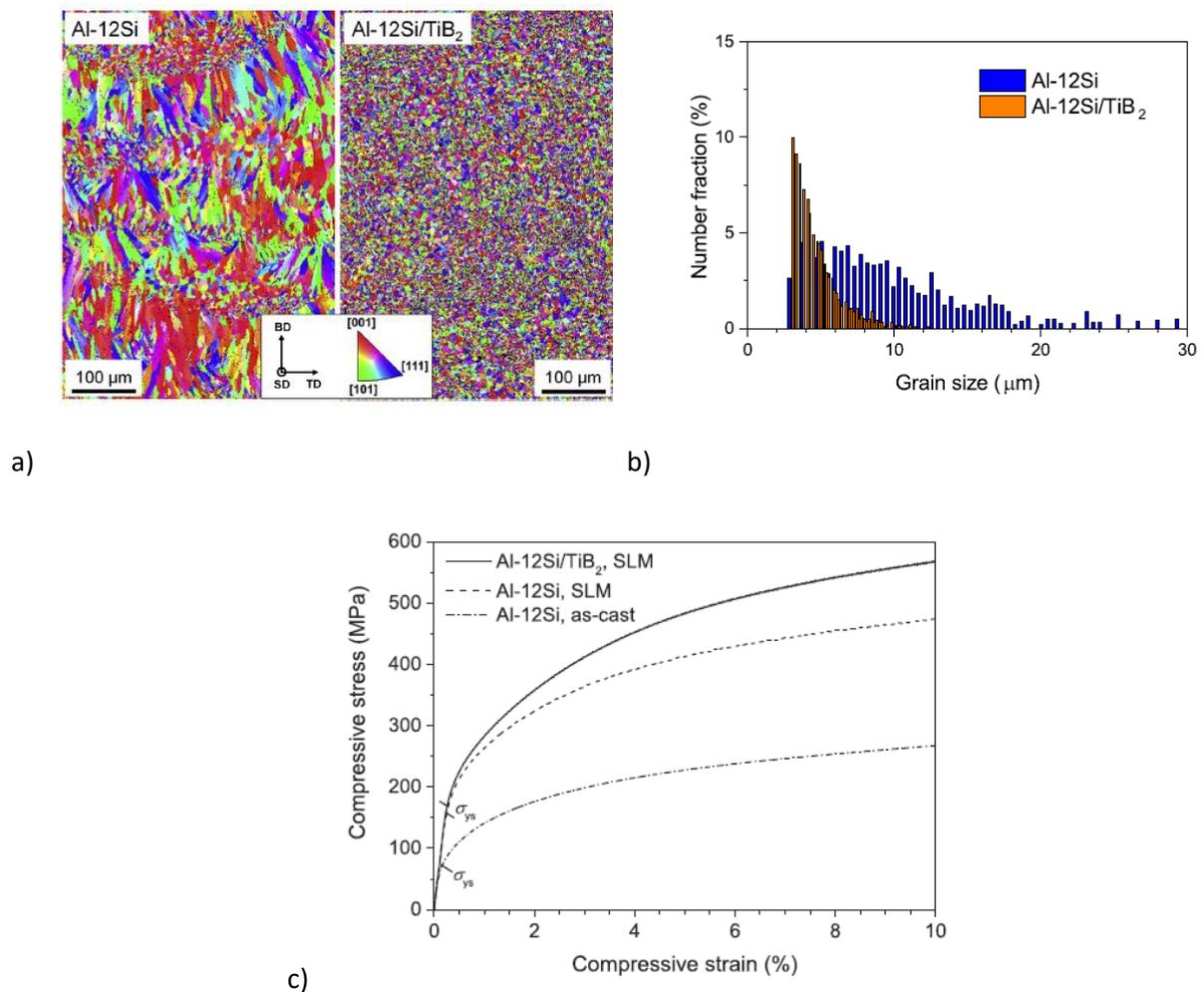


FIGURE 5-1 : EFFETS DU TiB₂ SUR LA MICROSTRUCTURE S D'UN ALLIAGE AlSi12 FABRIQUE PAR SLM, A) SUR LA MICROSTRUCTURE, B) SUR LA DIMENSION DES GRAINS, ET C) SUR LES PROPRIETES MECANQUES [XI, 2019]

Les premiers résultats de la littérature démontrent que l'alliage AM205 présente un grand potentiel en tant qu'alliage aluminium destiné aux applications aéronautique et spatiale et mis en œuvre par SLM, car de par sa composition chimique, il doit permettre d'obtenir des structures en fabrication additive, combinant haute résistance mécanique et gain de masse.

5.2. Caractérisation de la matière première

La poudre d'AM205 est constituée de particules de sphéricité plus constante par rapport à la poudre d'AlSi7Mg0,6, comme illustré sur les observations MEB (Figure 5-2), ce qui devrait lui conférer de meilleures propriétés de coulabilité. On constate également, sur ces observations MEB, qu'initialement, la présence de la phase TiB₂ sous la forme d'un réseau grossier (flèche blanche, figure 5-2 b)).

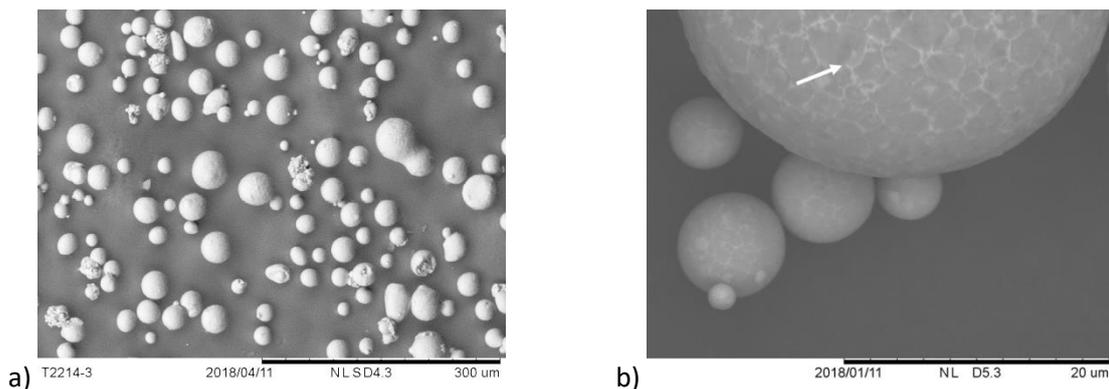


FIGURE 5-2 : OBSERVATIONS MEB DE LA POUDRE D'ALLIAGE AM205, A) DES PARTICULES TRES SPHERIQUES, B) PRESENCE DE TiB₂ A L'ETAT INITIAL

En termes de répartition, les valeurs de D_{10} , D_{50} et D_{90} de la poudre sont respectivement de 26,80 μm, 40,37 μm et 60,62 μm (Figure 5-3). Tout comme pour l'étude menée sur l'alliage AlSi7Mg0,6, seules des poudres neuves ont été utilisées. La répartition monomodale de ce lot de poudres assure un bon étalement de la matière première en machine lors des fabrications.

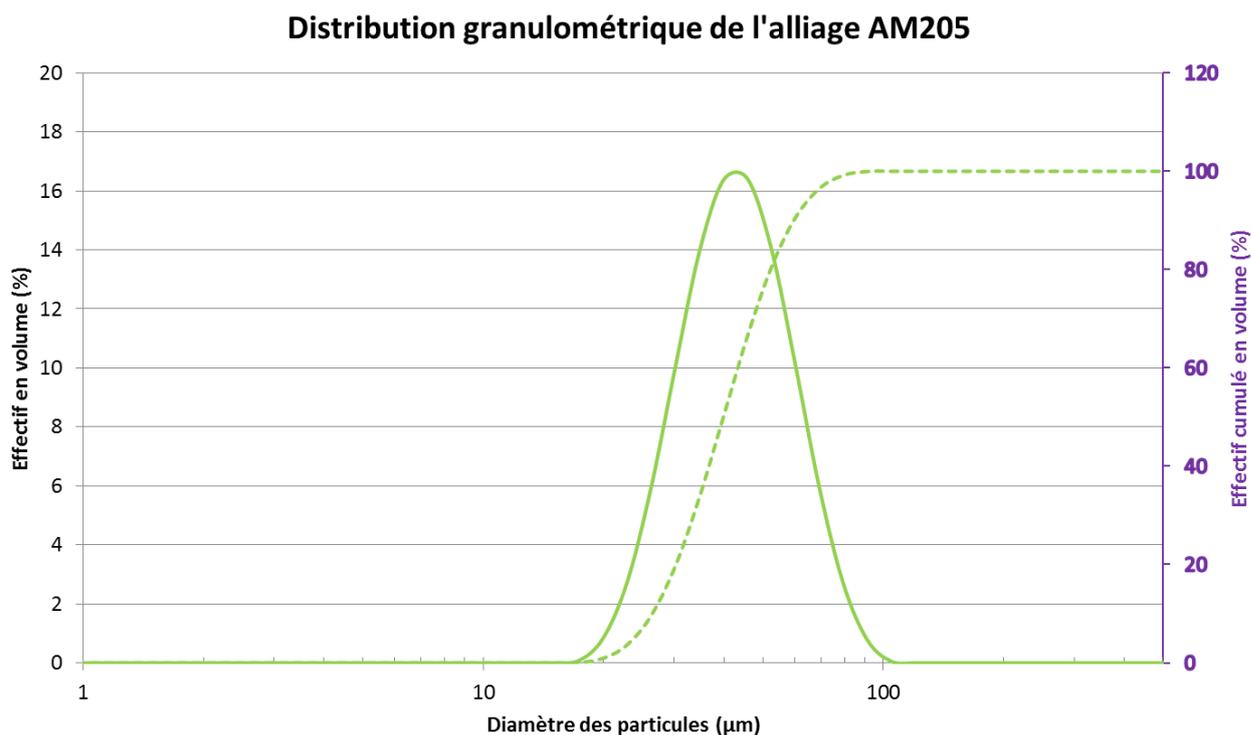


FIGURE 5-3 : REPARTITION GRANULOMETRIE DE LA POUDRE D'ALLIAGE AM205 UTILISEE POUR L'ETUDE

Le tableau 5-1 résume les principales caractéristiques de la poudre mesurées par nos propres moyens et comparées aux données fournisseurs. Nous remarquons une différence non négligeable sur la densité apparente (+ 25% sur nos mesures à réception). Cet écart peut être lié à une prise en humidité

de la poudre lors de nos mesures, ce qui expliquerait également la légère différence notée sur les mesures de coulabilité.

TABLEAU 5-1 : PRINCIPALES CARACTERISTIQUES DE LA POUDRE D'ALLIAGE AM205

| | Mesures à réception | Données fabricant |
|---------------------------------|----------------------------|--------------------------|
| Densité vraie | 2,87 | 2,88 |
| Densité apparente | 1,55 | 1,24 |
| Coulabilité (s pour 50g) | 50 g / 50,9s | 50 g / 49,2 s |

5.3. Conditions expérimentales

L'objectif premier était d'étudier une large gamme paramétrique sur l'alliage AM205 afin de pouvoir, par la suite, affiner le choix des paramètres optimaux. Les premiers développements paramétriques réalisés par le constructeur SLM Solution l'ont été pour des épaisseurs de poudre déposée de 30 μ m. Jusqu'à présent, aucun développement n'avait été entrepris pour des épaisseurs plus importantes. Dans un souci de cohérence des travaux menés dans le cadre de la thèse, nous avons fait le choix d'étudier la paramétrie pour des épaisseurs de couches multiples de 50 μ m. De plus, nous avons fait varier la densité d'énergie volumique. Cette étape permettra de définir une plage de densité d'énergie optimale avec laquelle il sera préférable de travailler avec l'AM205 dans nos conditions expérimentales. Un travail d'optimisation paramétrique sera nécessaire dans un second temps, afin d'affiner les valeurs optimales de 3 paramètres principaux P, v et h. Nous avons défini le plan d'expériences présenté dans le tableau 5-2, en s'appuyant sur l'expérience acquise sur l'alliage AISi7Mg0,6.

Pour cette étude, les choix suivants ont été faits :

- Trois étapes de lasage sont réalisées : tout d'abord l'ensemble des contours des pièces du plateau est lasé. Ensuite, un second passage laser de *fill contour* est effectué, afin d'assurer une transition correcte entre le contour et le cœur de la pièce. Enfin, le cœur de la pièce est fondu ;
- Le pattern de remplissage utilisé est un *stripe* ;
- La longueur maximale du vecteur de lasage est définie suffisamment grande afin d'éviter le lasage en bande. La longueur choisie permet ainsi de laser en une seule passe la surface des échantillons ;
- Les contours et les cœurs sont réalisés avec la même densité d'énergie linéaire ψ_L , c'est-à-dire avec la même puissance laser P et la même vitesse de balayage v.

TABLEAU 5-2 : VARIATIONS PARAMETRIQUES SUR L'AM205

| | Puissance <i>W</i> | Vitesse de balayage <i>mm.s⁻¹</i> | Distance inter- cordons <i>mm</i> | Épaisseur de couche <i>mm</i> | Densité volumique d'énergie <i>J.mm⁻³</i> |
|----------|-----------------------|---|--|--|---|
| <i>A</i> | 225 | 625 | 0,18 | 0,05 | 40,00 |
| <i>B</i> | 103,8 | 675 | 0,18 | 0,05 | 17,09 |
| <i>C</i> | 175 | 1000 | 0,09 | 0,05 | 38,89 |
| <i>D</i> | 175 | 350 | 0,27 | 0,05 | 37,04 |
| <i>E</i> | 175 | 350 | 0,09 | 0,05 | 111,11 |
| <i>F</i> | 175 | 1000 | 0,27 | 0,05 | 12,96 |
| <i>G</i> | 400 | 350 | 0,09 | 0,05 | 253,97 |
| <i>H</i> | 400 | 1000 | 0,27 | 0,05 | 29,63 |
| <i>I</i> | 400 | 350 | 0,27 | 0,05 | 84,66 |
| <i>J</i> | 400 | 1000 | 0,09 | 0,05 | 88,89 |
| <i>K</i> | 287,5 | 1205,7 | 0,18 | 0,05 | 26,49 |
| <i>L</i> | 287,5 | 144,27 | 0,18 | 0,05 | 221,42 |
| <i>M</i> | 287,5 | 675 | 0,18 | 0,05 | 47,33 |
| <i>N</i> | 287,5 | 675 | 0,33 | 0,05 | 25,81 |

Quatre familles d'échantillons ont été réalisées pour chaque paramétrie : des cordons mono couche, des voiles (ou murs) mono cordons, des cubes de 15x15x15 mm³ et des haltères de traction, comme présentées au chapitre 2.

Il convient de noter que pour les pièces volumiques (cubes et haltères) les paramétries G et L (tableau 5-2), n'ont pas pu aboutir à une construction convenable. En effet, du fait de la quantité d'énergie élevée apportée au matériau, des « bourrelets » se sont formés au niveau du contour des pièces, empêchant totalement le recouvrement en poudres des pièces (figure 5-4).

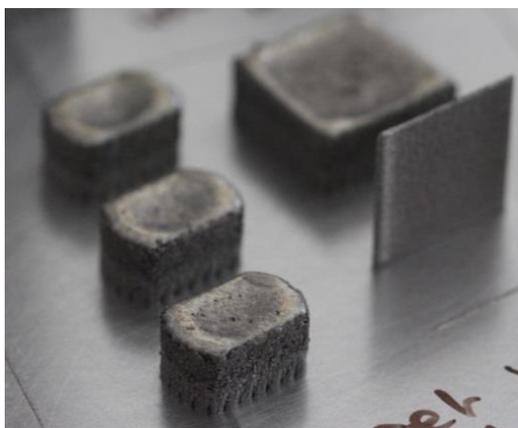


FIGURE 5-4 : DEFAUT DE LASAGE, PARAMETRIE G

5.4. Stabilité des bains de fusion

La géométrie des cordons monocouche a été observée afin de voir l'influence des variations paramétriques sur la stabilité des bains de fusions. Seules les variations de puissance P et de vitesse de balayage v ont été considérées, au travers de la densité d'énergie linéique ψ_L . Tout comme pour les études précédentes réalisées sur l'AlSi7Mg0,6, les cordons sont classés en deux catégories, à savoir les cordons « stables » et les cordons « instables » (figure 5-5). Les mesures ont été effectuées dans les mêmes conditions que celles présentées au chapitre 4. Les résultats sont reportés sur les figures 5-6 et 5-7.

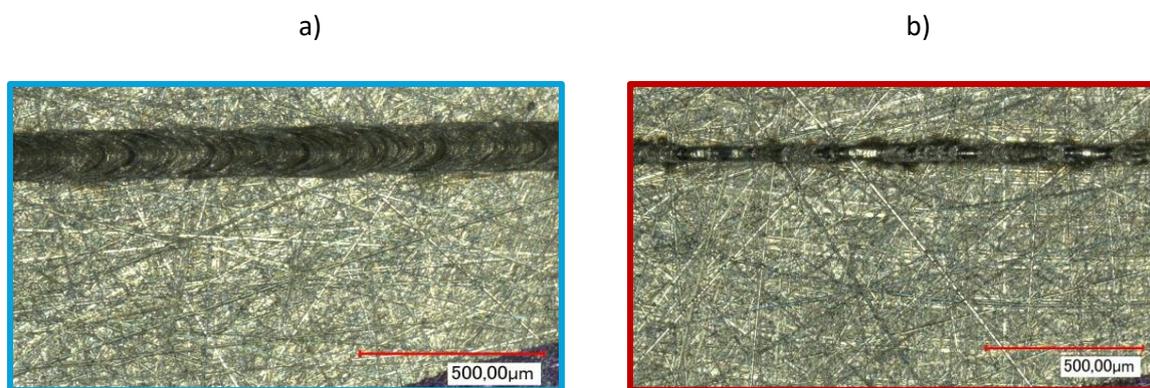


FIGURE 5-5 : EXEMPLE DE GEOMETRIE DE CORDONS MONOCOUCHE OBTENUS, A) CORDON STABLE, B) CORDON INSTABLE

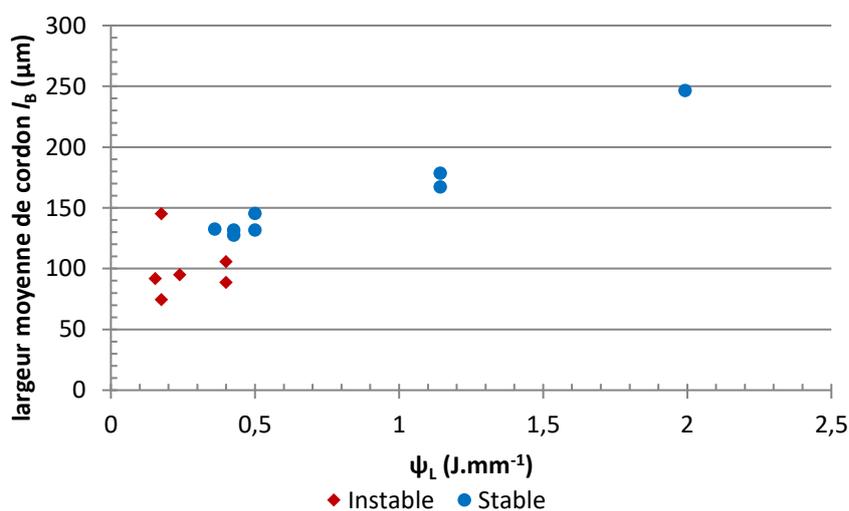


FIGURE 5-6 : INFLUENCE DE LA PARAMETRIE SUR LA LARGEUR DU BAIN DE FUSION

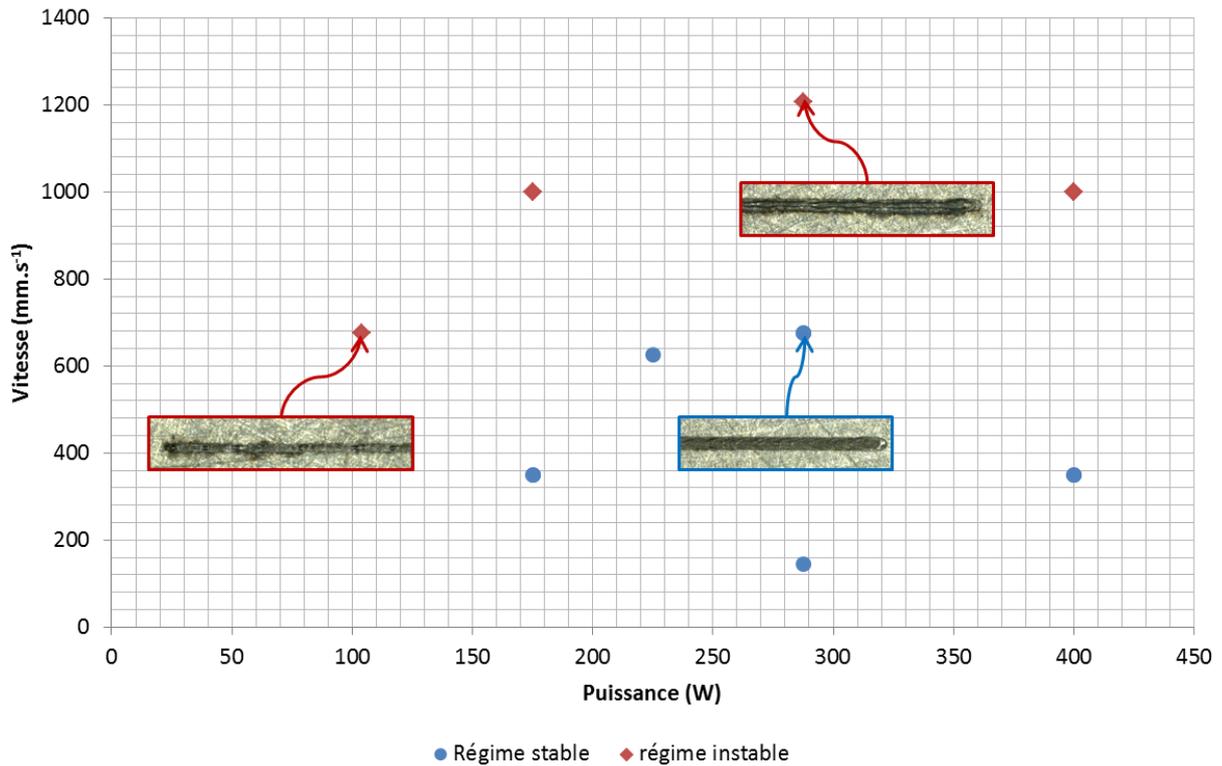


FIGURE 5-7 : INFLUENCE DE LA PARAMETRIE SUR LA STABILITE DU CORDON

Même si nous avons réalisé moins d'essais avec cet alliage qu'avec l'alliage AlSi7Mg0,6, nous pouvons cependant constater des différences notables de comportement entre les deux alliages étudiés. Tout d'abord, l'AM205 semble plus sensible aux variations paramétriques que l'AlSi7Mg0,6. En effet, la transition entre cordons stables et instables est moins nette pour l'alliage AM205. S'il est vrai que plus la densité d'énergie linéique est grande, plus large sont les cordons, on note tout de même que les instabilités de bain de fusion sont plus marquées sur cet alliage. En effet, par rapport aux observations faites sur l'AlSi7Mg0,6, on constate ici une présence accrue de phénomènes de *balling*, de manques de fusion et/ou pincements (figure 5-5). On constate également que pour une même densité d'énergie linéique, la largeur des cordons est beaucoup plus faible que dans le cas de l'AlSi7Mg0,6. Cet aspect est important car il aura un impact sur la définition de la densité d'énergie volumique ψ et notamment sur le choix de la distance inter-cordons h . Il sera en effet nécessaire d'avoir une distance inter-cordons plus faible que celle employée sur l'AlSi7Mg0,6, afin d'obtenir le recouvrement nécessaire et suffisant. Par conséquent, la fusion d'une même surface de matière pourrait nécessiter un nombre de vecteurs laser plus importants et ainsi, une production plus chronophage sur l'AM205.

5.5. Densité relative

La densité relative des échantillons a dans un premier temps été déterminée suivant le même protocole que pour l'alliage AlSi7Mg0,6, en utilisant la méthode de la double pesée ou méthode d'Archimède. La densité relative est calculée en prenant comme valeur de référence la masse volumique de l'alliage de fonderie correspondant à la nuance étudiée. Dans le cas de l'AM205, la masse volumique de référence « fonderie » est celle de l'alliage A205 et est égale à $2,86 \text{ g.cm}^{-3}$.

Dans un second temps un autre calcul de densité relative a été effectué en choisissant cette fois comme référence la valeur de la densité vraie de la poudre, mesurée à réception du lot étudié, par pycnométrie à gaz. La densité vraie déterminée sur la poudre d'AM205 est de 2,88. Notre seconde masse volumique de référence est donc égale à $2,88 \text{ g.cm}^{-3}$.

Ainsi, les deux densités relatives calculées sur des échantillons obtenus par SLM n'ont pas la même signification. Dans le premier cas, la densité relative permet de comparer deux procédés d'élaboration différents, la fonderie et la fusion laser sélective. Le second cas de figure permet de mettre en relief une évolution de la matière au cours du procédé SLM, celle-ci passant de l'état poudre à l'état de solide continu. La figure 5-8 présente l'évolution de la densité relative des échantillons en fonction de la densité d'énergie volumique ψ appliquée lors de leur élaboration, et cela pour les deux densités de référence.

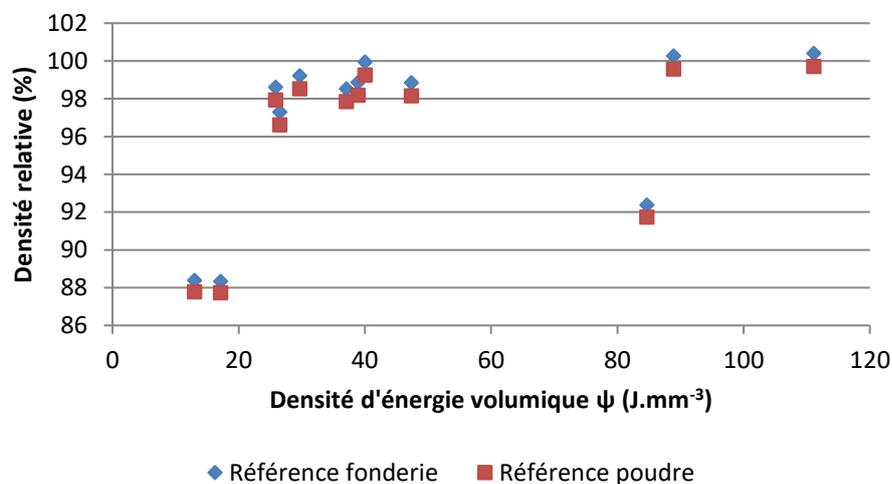


FIGURE 5-8 : VARIATION DE DENSITE RELATIVE EN FONCTION DE LA DENSITE D'ENERGIE VOLUMIQUE ET DE LA REFERENCE CHOISIE

Cette représentation des résultats nous permet de faire plusieurs constats. Premièrement, si l'on compare les procédés d'élaboration (i.e. référence fonderie) on constate que sur cet alliage, le procédé SLM, dans les conditions expérimentales choisies, permet l'élaboration de pièces plus denses qu'en fonderie, ce qui explique les valeurs de densité relative supérieures à 100. Secondement, en se référant à la référence « poudre », on constate de façon globale que le procédé SLM génère des porosités dans

le matériau fabriqué. Les trois graphes présentés sur la figure 5-9 permettent d'évaluer l'influence des différents paramètres élémentaires, à savoir la puissance laser P, la vitesse de lasage v et la distance inter-cordons h.

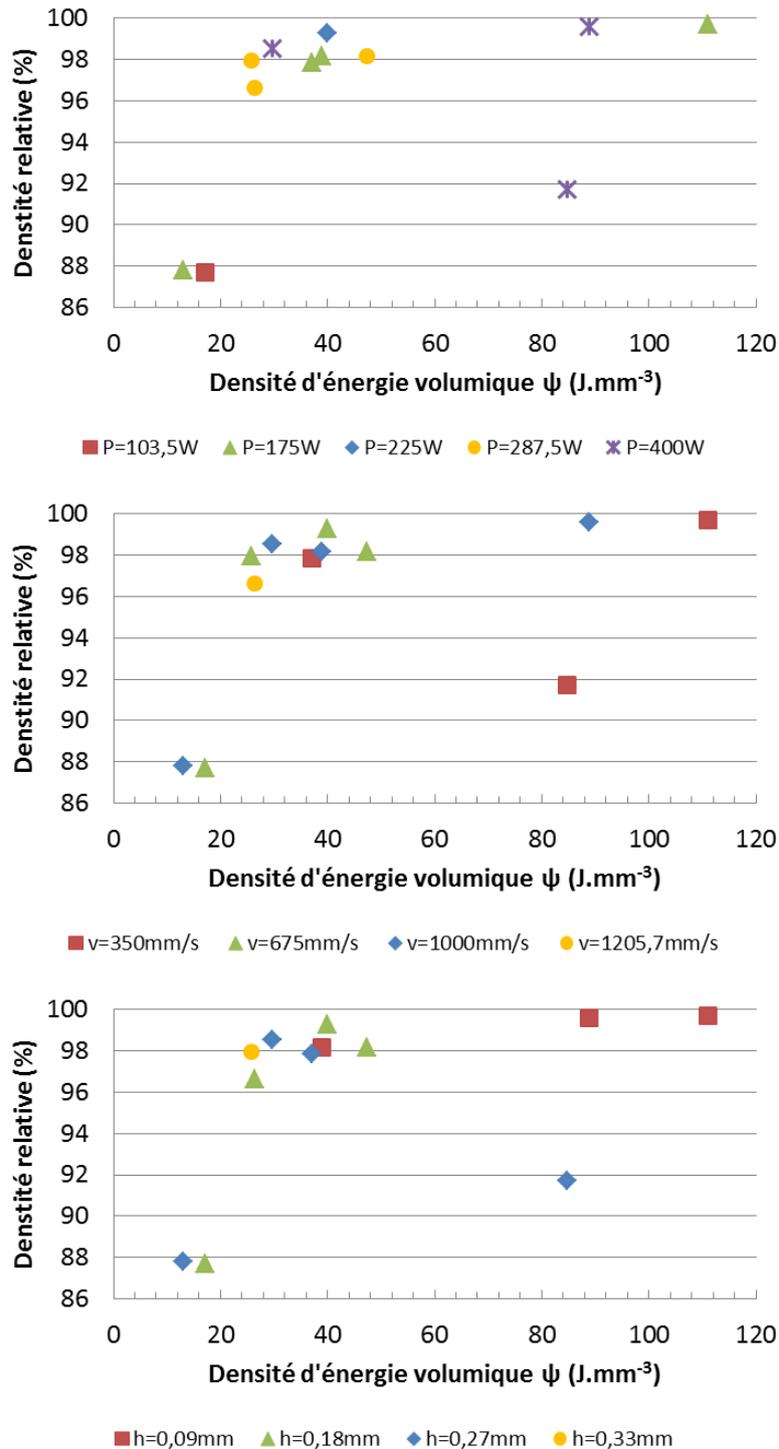


FIGURE 5-9 : INFLUENCE DES PARAMETRES ELEMENTAIRES SUR LA DENSITE RELATIVE DE PIECES FABRIQUEES EN AM205.

On constate que la distance inter-cordon semble avoir une influence d'ordre 1 sur la densité relative des échantillons. En effet, les niveaux les plus élevés de densité relative sont obtenus avec la distance inter-cordon la plus petite, à savoir 0,09 mm. On constate que les pièces les plus denses sont obtenues pour une puissance laser et une vitesse de lasage beaucoup plus faibles que celles employées pour l'alliage ALSi7Mg0,6. Parmi les paramètres que nous avons testés, celle permettant d'obtenir la pièce la plus dense (99,7% avec le référentiel poudre) est la suivante : $P=175\text{W}$; $v=350\text{mm.s}^{-1}$; $h=0,09\text{mm}$. On notera que dans le cas de production de type industriel, une vitesse de lasage faible peut-être critique, le débit de fabrication étant nettement diminué dans le cas de l'AM205.

De plus, on observe aussi des densités relatives élevées autour de $\psi=40\text{J.mm}^{-3}$. Il conviendra donc d'affiner la paramétrie optimale pour cet alliage et de déterminer l'optimum correspondant aux besoins.

Le tableau 5-3 présente les caractéristiques des cordons monocouches des paramètres permettant d'obtenir des pièces de densité relative supérieure à 99%. La densité la plus élevée est obtenue dans le cas d'un cordon stable, pour le couple $P=175\text{W}$, $v=350\text{mm.s}^{-1}$. A l'instar de l'AlSi7Mg0,6, il est possible d'obtenir des pièces denses avec un jeu de paramètres donnant des cordons monocouches instables.

TABLEAU 5-3 : LIEN ENTRE CORDONS MONOCOUCHE ET PIÈCES DENSES ($D_{REL}>99\%$)

| P (W) | v (mm/s) | Ψ_L (J.mm ⁻¹) | Régime | L _b (μm) | Ψ (J.mm ⁻³) | D _{rel} (%) |
|-------|----------|--------------------------------|----------|---------------------|------------------------------|----------------------|
| 225 | 625 | 0,36 | Stable | 133 | 40,00 | 99,26 |
| 175 | 350 | 0,50 | Stable | 132 | 111,11 | 99,70 |
| 400 | 1000 | 0,40 | Instable | 100 | 88,89 | 99,58 |

5.6. États de surface

Les mesures de rugosité ont été effectuées suivant le protocole décrit dans le chapitre 2, sur l'ensemble des paramètres, à l'exception des paramètres G et L qui conduisent à des défauts de surface réducteurs. La figure 5-10 présente les rugosités Ra obtenues en fonction de la densité d'énergie volumique ψ appliquée, mettant respectivement en relief l'influence de la distance inter-cordons h, de la puissance laser P et de la vitesse de balayage laser v sur les états de surface.

De façon générale, on observe des variations de rugosité Ra de 5 μm à 20 μm, on peut noter que les Ra les plus faibles ($5\text{ }\mu\text{m} \leq Ra \leq 6\text{ }\mu\text{m}$) sont obtenus pour les valeurs de densité volumique qui permettent d'obtenir les densités relatives les plus élevées et présentant un cordon monocouche stable (Tableau 5-3 et Figure 5-10).

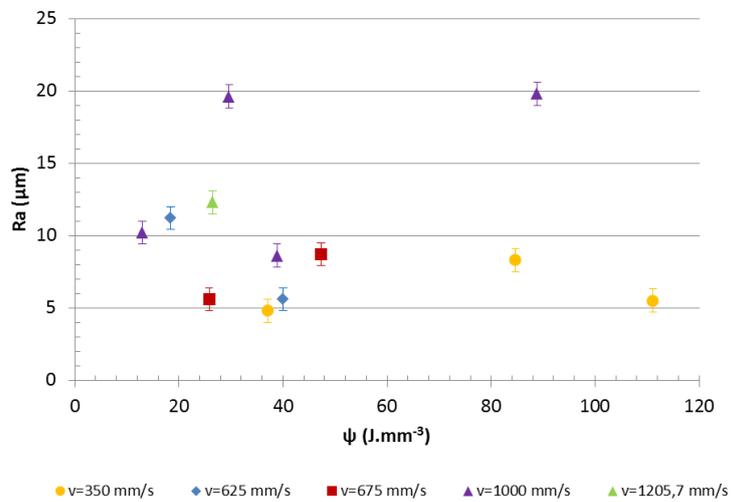
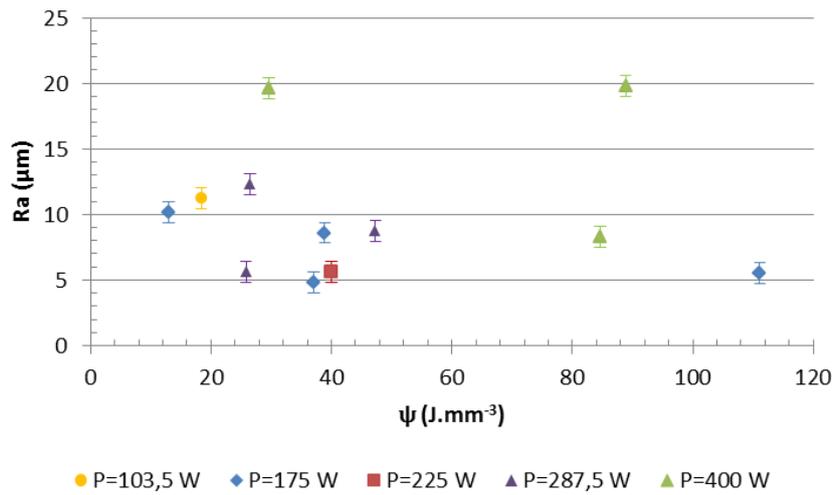
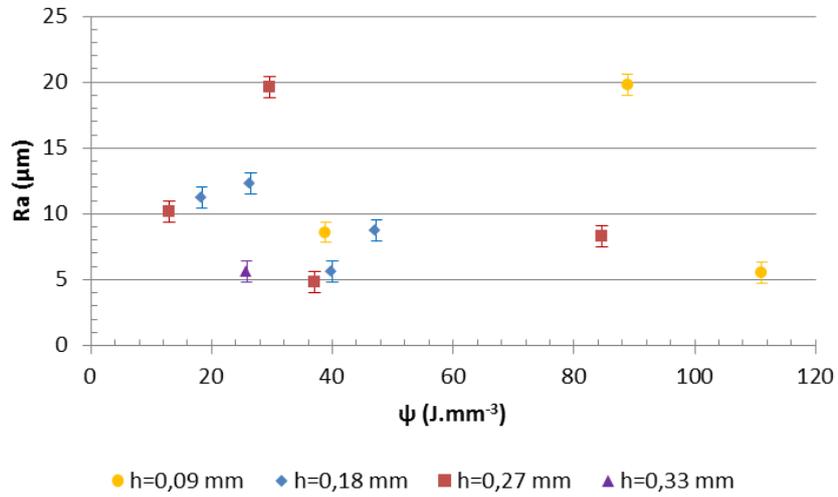


FIGURE 5-10 : INFLUENCE DES PARAMETRES ELEMENTAIRES SUR LA RUGOSITE RA SUR L'ALLIAGE AM205

Comme nous avons pu le constater sur l'alliage AlSi7Mg0,6 la distance inter-cordons ne joue pas de façon notable sur la rugosité Ra. Étant donnée la stratégie de lasage employée, ce résultat est cohérent. Ainsi, il est logique de discuter, par la suite, des résultats obtenus en fonction de la densité d'énergie linéique ψ_L appliquée, l'épaisseur de poudre déposée étant constante et égale à 50 μm .

Les meilleurs états de surface, c'est-à-dire ayant un Ra inférieur à 6 μm , sont obtenus pour une puissance laser comprise entre 175 W et 287,5 W, combinée à une vitesse de lasage comprises entre 350 $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$ et 675 $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$, soit une densité d'énergie linéique ψ_L située entre 0,36 $\text{J}\cdot\text{mm}^{-1}$ et 0,5 $\text{J}\cdot\text{mm}^{-1}$. Les puissances les plus élevées associées à de grandes vitesses donnent les rugosités Ra les plus élevées, de l'ordre de 20 μm .

Par ailleurs, on constate que le Ra varie de 5 à 20 μm pour l'AM205 alors qu'il se situe entre 6 et 11 μm dans le cas de l'alliage AlSi7Mg0,6. Cela tend à confirmer la sensibilité supérieure de l'AM205 aux variations paramétriques, comme cela avait déjà été observé lors de l'étude des cordons monocouches.

5.7. Propriétés mécaniques

La paramétrie appliquée a un rôle prédominant sur le comportement de la pièce. Dans le but d'approfondir les connaissances sur la recherche d'une paramétrie optimale, nous avons cherché à observer le comportement mécanique de ce matériau, en fonction des paramètres appliqués. De plus, des spécificités, notamment au niveau du comportement élastique du matériau, ont été mises en évidence au cours de cette étude et seront présentées dans la suite de ce chapitre.

5.7.1 Influence de la paramétrie sur les propriétés mécaniques

a) Résultats des essais mécaniques

Afin de déterminer la paramétrie donnant des propriétés mécaniquement optimales, des essais de traction uni-axiale ont été réalisés sur l'ensemble des paramétries « viables » évaluées sur l'alliage AM205. La figure 5-11 présente le comportement mécanique observé en traction uniaxiale pour chacune des 12 paramétries testées (données en tableau 5-2) et le tableau 5-4 résume les principales propriétés mécaniques obtenues. Nous avons fait le choix de ne présenter aucune valeur normée de $\sigma_{0,2}$ ici, choix dont nous discuterons au paragraphe 5.6.2.

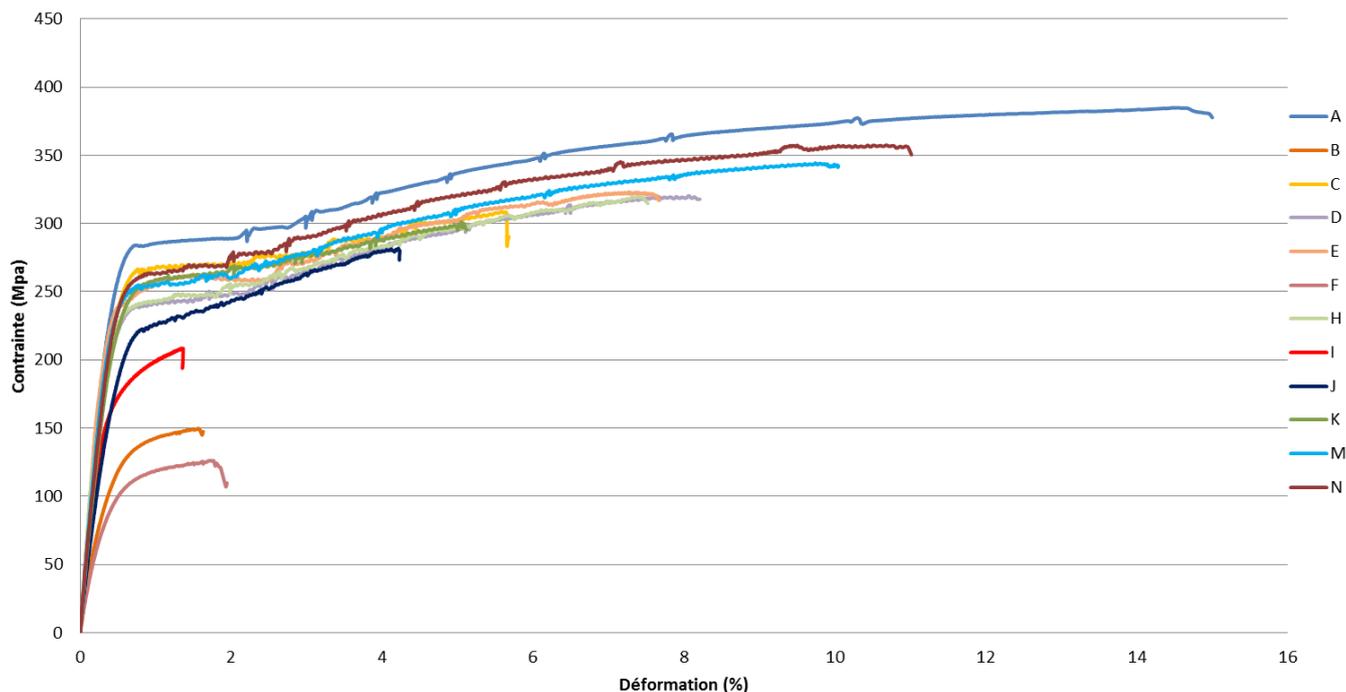


FIGURE 5-11 : COURBES DE TRACTION DE L'AM205 SELON LA PARAMETRIE APPLIQUEE

TABLEAU 5-4 : RECAPITULATIF DES PROPRIETES MECANQUES DE L'AM205

| | Ψ ($J \cdot mm^{-3}$) | D_{rel} (%) | E (GPa) | σ_{max} (MPa) | ϵ_{rup} (%) |
|---|---------------------------------|------------------|------------------|-------------------------|-------------------------|
| A | 40,00 | 99,26 | 70,01 $\pm 1,75$ | 376,77 $\pm 3,74$ | 14,06 $\pm 1,02$ |
| B | 17,09 | 87,72 | 38,07 $\pm 0,71$ | 141,71 $\pm 4,90$ | 2,39 $\pm 0,29$ |
| C | 38,89 | 98,18 | 66,62 $\pm 0,68$ | 323,46 $\pm 6,15$ | 7,33 $\pm 0,97$ |
| D | 37,04 | 97,85 | 66,55 $\pm 1,73$ | 332,91 $\pm 7,68$ | 9,09 $\pm 0,78$ |
| E | 111,11 | 99,70 | 71,39 $\pm 1,29$ | 320,57 $\pm 1,22$ | 6,57 $\pm 0,38$ |
| F | 12,96 | 87,78 | 36,27 $\pm 0,77$ | 133,40 $\pm 2,63$ | 2,27 $\pm 0,34$ |
| H | 29,63 | 98,53 | 66,74 $\pm 3,50$ | 325,61 $\pm 4,46$ | 9,91 $\pm 1,55$ |
| I | 84,66 | 91,74 | 58,54 $\pm 0,28$ | 204,42 $\pm 3,94$ | 1,22 $\pm 0,10$ |
| J | 88,89 | 99,58 | 59,48 $\pm 4,58$ | 267,04 $\pm 6,40$ | 3,45 $\pm 0,28$ |
| K | 26,49 | 96,62 | 60,83 $\pm 0,52$ | 310,24 $\pm 4,58$ | 7,07 $\pm 0,38$ |
| M | 47,33 | 98,16 | 67,16 $\pm 0,64$ | 337,24 $\pm 4,75$ | 9,23 $\pm 0,31$ |
| N | 25,81 | 97,93 | 60,71 $\pm 0,71$ | 353,23 $\pm 1,98$ | 10,79 $\pm 0,36$ |

Selon la paramétrie, on constate que le matériau a un comportement élasto-plastique « classique » (exemple de la paramétrie E ou I) ou bien un comportement plus complexe, avec la présence d'instabilités plastiques progressives et permanentes, ainsi qu'une elongation à la rupture très

importante (>10%), comme cela est observé pour les paramètres A ou N par exemple. Ces phénomènes seront décrits plus en détail dans la suite de ce chapitre.

b) Étude des faciès de rupture

La figure 5-12 présente deux faciès de rupture d'éprouvettes de traction, l'un pour la paramétrie A, qui permet d'obtenir de très bonnes propriétés, tant mécaniques que de densité (figure 5-12 a); et l'autre pour la paramétrie I pour laquelle les propriétés obtenues sont médiocres (figure 5-12 b).

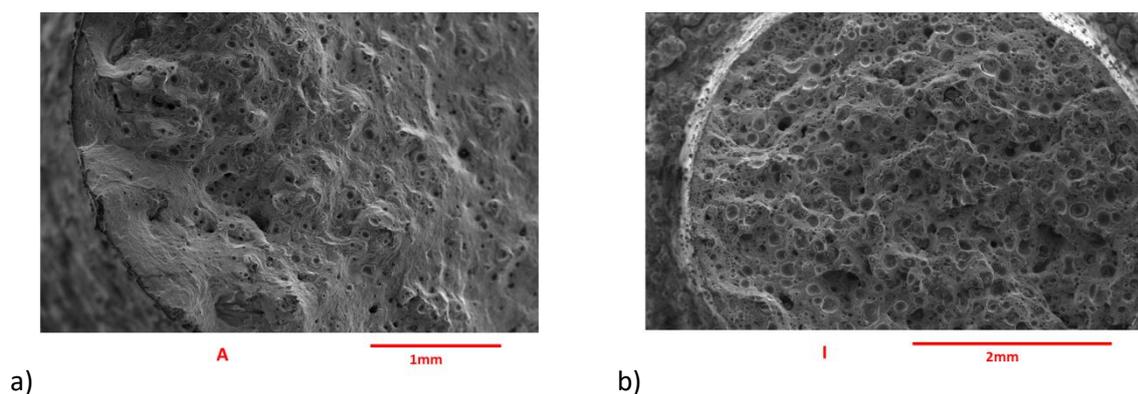


FIGURE 5-12 : FACIES DE RUPTURE D'ÉPROUVETTE DE TRACTION BRUTE DE SLM SUR L'ALLIAGE AM205, a) PARAMÉTRIE A, b) PARAMÉTRIE I

L'ensemble des faciès étudiés témoignent du caractère ductile de la rupture du matériau. On constate que les deux faciès pris en exemple présentent les mêmes types de défauts. Il s'agit de porosités sphériques de grandes dimensions, c'est-à-dire ayant un diamètre de plusieurs dizaines voire centaines de microns. Étant données les dimensions de ces défauts, nous pouvons affirmer qu'il s'agit principalement de porosités paramétriques, telles que nous les avons définies au chapitre 1. Ce défaut est nettement plus marqué dans le cas de la paramétrie I, ce qui pourrait expliquer les plus faibles propriétés obtenues. On note qu'aucune amorce de rupture particulière n'a été constatée, que ce soit au niveau du contour ou du cœur de la pièce.

L'étude des faciès de rupture a également mis en évidence la sensibilité à la fissuration de l'alliage AM205. Sur la figure 5-13, on peut observer un exemple d'ouverture de fissure post essais de traction (paramétrie M). Bien que cela ne semble pas avoir affecté les propriétés mécaniques statiques des éprouvettes testées, ce critère aura une importance notable sur la durabilité du matériau.

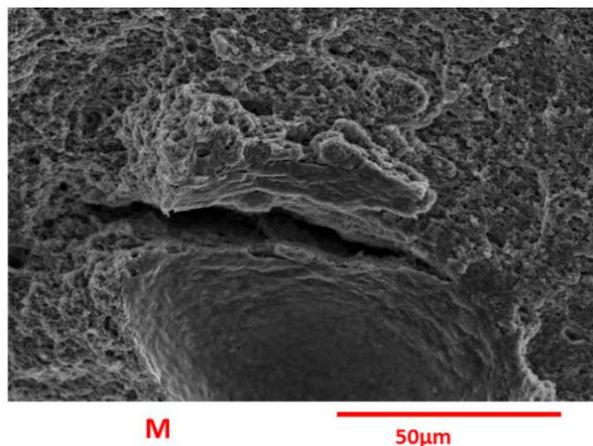


FIGURE 5-13 : OBSERVATION MEB DE FACIES DE RUPTURE SUR L'ALLIAGE AM205- MISE EN EVIDENCE DE LA PRESENCE DE FISSURES

c) Lien entre propriétés mécaniques et densités relatives

Le tableau 5-4 permet de mettre en relation les densités relatives des échantillons fabriqués en AM205 avec leurs propriétés mécaniques, en fonction des densités d'énergie ψ utilisées pour les élaborer. Si on pouvait s'attendre à observer une amélioration des propriétés mécaniques avec une augmentation de la densité relative, les résultats montrent clairement que cette hypothèse n'est pas vérifiée et suscitent donc quelques commentaires.

Si on s'intéresse aux paramétries permettant d'obtenir des densités relatives supérieures à 99% (paramétries A, E et J), nous pouvons constater une disparité des propriétés mécaniques obtenues. En effet, sur ces trois paramétries, les densités relatives sont relativement proches (la densité relative de la paramétrie A, égale à 99,26%, est plus faible de 0,44% et 0,32% de celles obtenues respectivement avec les paramétries E et J) et pourtant les propriétés mécaniques de la paramétrie A sont très sensiblement supérieures à celles des autres paramétries : (i) sa contrainte maximale est égale à 376,77 MPa, soit plus élevée de 15 % par rapport à celle de la paramétrie E, et plus élevée de 29% par rapport à la paramétrie J et (ii) son allongement à la rupture, égal à 14,06%, est supérieur de 7,5% de celui de la paramétrie E et de 10,61% de la paramétrie J. De plus, on note également que les propriétés de certaines paramétries dont les densités sont de l'ordre de 98% (paramétries C et N par exemple) ont des propriétés supérieures à celles de la paramétrie J pourtant de densité supérieure à 99%. Ainsi, bien que la densité semble être une condition à l'obtention de propriétés mécaniques élevées, nos résultats ne font pas apparaître de relation évidente entre les 2.

Plusieurs hypothèses peuvent être envisagées pour expliquer ces résultats :

- (i) La densité relative de la pièce est déterminée ici par la méthode d'Archimède. Nous pouvons attester d'un écart de densité de la pièce finale par rapport à la densité de la poudre AM205, sans savoir quelle en est la cause. Nous ne pouvons pas dire, en l'état, si le matériau élaboré

contient d'autres types de défauts que les porosités, qui auraient une influence relativement minime sur la densité de la pièce (inclusions et/ou fissures) mais une influence notable sur ses propriétés mécaniques.

- (ii) Les densités d'énergie volumique appliquées par le procédé aux matériaux fabriquées avec les paramétries E et J sont plus élevées que dans le cas de la paramétrie A. Ainsi, comme nous avons pu le voir dans les chapitres précédents, les histoires thermiques que subit le matériau lors de la fabrication sont donc différentes (nombre de couches re-fusionnées et/ou affectées thermiquement en particulier). Nous pouvons donc nous attendre à des variations de la microstructure entre les pièces élaborées avec ces 3 paramétries différentes, comme par exemple une différence de répartition et de taille des précipités de TiB₂.

Pour répondre à ces questions, des investigations supplémentaires sont à envisager. Tout d'abord, la tomographie et/ou l'observation microscopique permettront d'avoir plus d'information sur la nature exacte des défauts présents au sein du matériau. Des microanalyses chimiques permettront quant à elle de clairement définir la microstructure développée au cours de la fabrication. Des analyses DSC peuvent également permettre d'identifier et de quantifier les phases métallurgiques en présence au sein du matériau, ce qui sera un indicateur supplémentaire pour expliquer les propriétés mécaniques obtenues.

Les résultats du tableau 5-4 montrent aussi une chute des propriétés mécaniques pour les paramétries B, F et E mais, dans ces 3 cas, les densités relatives sont très inférieures à celles obtenues avec toutes les autres paramétries. De plus, pour les paramétries les moins performantes, (B et F), il est à noter que les densités d'énergie utilisées sont aussi les plus faibles.

Enfin, il est important de noter dans nos résultats que les meilleures propriétés mécaniques sont obtenues avec les paramétries A, M, N et C pour lesquels la densité d'énergie ψ varie entre 25,81 et 40 J.mm⁻³. De plus, parmi ces 4 paramétries, celle qui offre à la fois une densité relative élevée et de bonnes propriétés mécaniques est la paramétrie A pour laquelle ψ est égale à 40 J.mm⁻³ : ceci conforte les premiers résultats obtenus au paragraphe 5.6, à savoir que c'est autour de cette valeur qu'il faudra rechercher la paramétrie optimale pour élaborer l'alliage AM205 élaboré avec le moyen SLM 280.

5.7.2 Limite d'élasticité

La limite d'élasticité σ_e d'un matériau est une donnée essentielle pour les concepteurs. De par sa définition, un matériau qui est sollicité à une contrainte inférieure à sa limite élastique σ_e ne sera pas déformé de façon irréversible. Par convention, on peut définir une contrainte correspondant à un niveau de déformation. Dans l'industrie on utilise couramment la contrainte $\sigma_{0,2}$ qui est la contrainte obtenue pour un niveau de déformation de l'ordre de 0,2%. Dans le cas des métaux fabriqués de façon

conventionnelle, σ_e et $\sigma_{0,2}$ sont relativement proches, les métaux étant réputés pour avoir un comportement élastique linéaire, ce qui ne semble pas être le cas ici. En effet, d'après nos résultats (figure 5-11), il semble que le comportement « élastique » ne soit pas linéaire. La figure 5-14 est un grossissement ciblé de la zone « élastique » de la figure 5-11, présentant les comportements mécaniques des paramétries testées sur l'AM205. La droite en pointillés continus est le prolongement des courbes pour des contraintes « de pied de courbes », comprises entre 0 et 30 MPa, zone choisie pour la détermination des modules d'Young. La limite élastique σ_e se définit graphiquement lorsque la courbe $\sigma=f(\epsilon)$ « s'éloigne » de cette droite. La droite noire en pointillés discontinus est la parallèle à la précédente (même pente) pour une déformation de 0,2%. L'intersection de la courbe $\sigma=f(\epsilon)$ avec cette droite définit alors la contrainte $\sigma_{0,2}$.

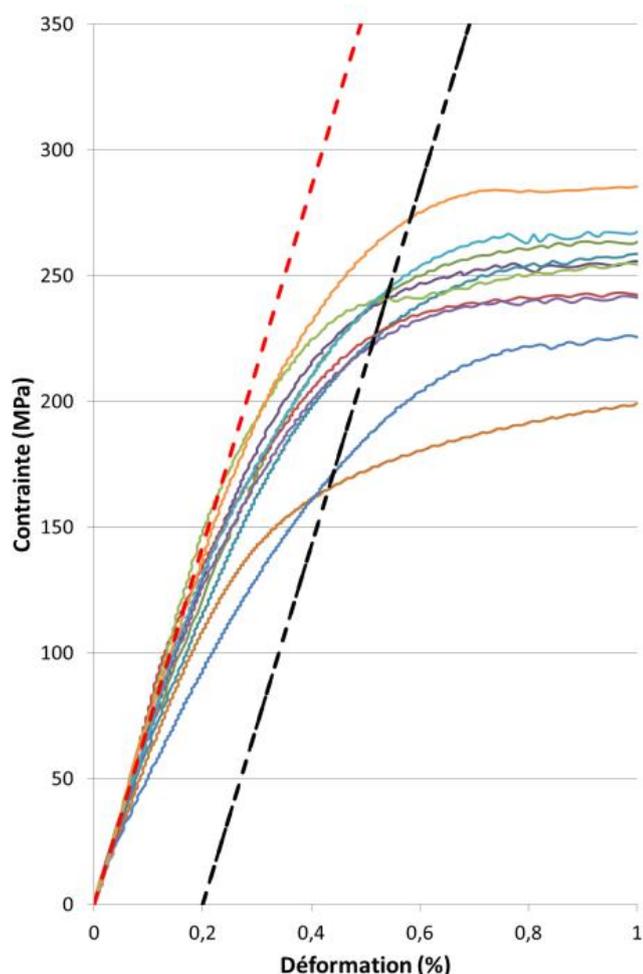


FIGURE 5-14 : ZONES ELASTIQUES DES PARAMETRIES TESTEES SUR AM205

On constate que dans la majorité des cas, la limite d'élasticité au sens strict du terme, ne dépasse pas 100 MPa, tandis que les contraintes $\sigma_{0,2}$ varient de 160 MPa à près de 275 MPa. Les écarts entre ces deux valeurs ne sont donc pas négligeables.

Afin d'étudier plus en détail la zone « élastique » des pièces en AM205 fabriquées par SLM, nous avons effectué des essais de traction en charge/décharge pour déterminer si les non linéarités observées sur les courbes de comportement mécanique sont à associer à une élasticité non linéaire ou à une plasticité précoce.

Nos essais ont été effectués à contrainte imposée, par paliers de 25 MPa, sur la paramétrie A, présentant les meilleures propriétés. Le suivi de la déformation du matériau a été réalisé de façon analogue à celle des essais de tractions uni-axiales classiques, à l'aide d'un extensomètre à lame. La figure 5-15 présente les résultats obtenus sur une éprouvette issue de la paramétrie A après un essai de traction standard et après un essai charge/décharge. Une contrainte $\sigma_{0,2}$ de 264 MPa a été déterminée à partir de l'essai de traction standard.

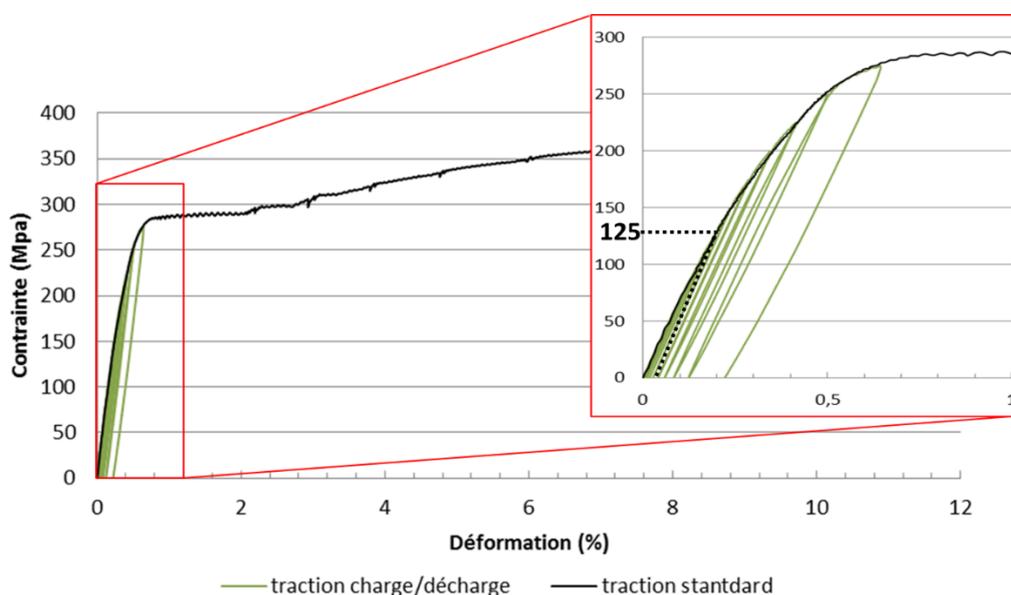


FIGURE 5-15 : ESSAIS EN CHARGE/DECHARGE SUR LES EPROUVETTES DE LA PARAMETRIE A, SUR AM205

Nos résultats suscitent plusieurs commentaires. Premièrement, on constate qu'à partir de sollicitations supérieures à environ 125 MPa, la décharge se fait de façon « décalée » sur l'axe des abscisses : cela signifie qu'à partir de ce niveau de contrainte, la déformation du matériau devient irréversible et qu'on entre donc dans la zone plastique, dans la définition stricte du terme. Cette contrainte limite de 125 MPa est nettement inférieure à la valeur de $\sigma_{0,2}$ déterminée. De plus, au-delà de 225MPa, on observe une ouverture des boucles d'hystérésis : ce phénomène témoigne théoriquement d'un comportement visqueux d'une partie du matériau. Cela peut être expliqué par l'hétérogénéité des tailles de grains observée dans les microstructures issues du procédé SLM. De ce fait, pour un même niveau de sollicitation mécanique, une partie seulement des grains se déformera plastiquement.

5.7.3 Mise en évidence des instabilités Portevin-Le Châtelier (PLC)

Les courbes de traction réalisées sur les éprouvettes de la paramétrie A ont mis en relief un comportement plastique particulier. Des phénomènes d'instabilités plastiques ont été constatés sur l'ensemble des éprouvettes testées avec cette paramétrie, et cela de façon reproductible. Afin de caractériser le type d'instabilités, nous avons réalisé une série d'essais de traction uni-axiaux à des vitesses de déformation variables, comprises entre $5,5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ à $5,5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ (figure 5-16).

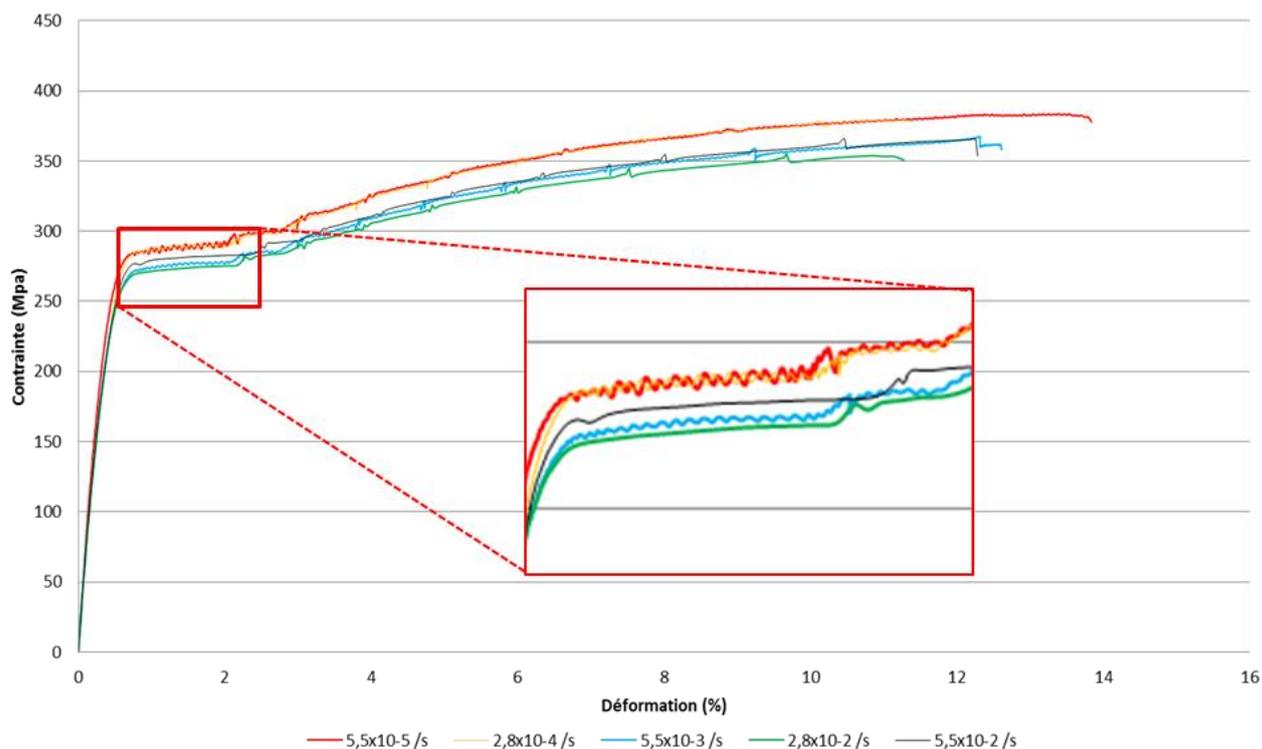


FIGURE 5-16 : INFLUENCE DE LA VITESSE DE DÉFORMATION SUR LE COMPORTEMENT MÉCANIQUE DE L'ALLIAGE AM205-MISE EN ÉVIDENCE DE L'EFFET PLC

Plusieurs hypothèses peuvent expliquer la présence de ces instabilités : nature des éléments d'alliages, microstructure multi-échelle. Nos résultats mettent en évidence la coexistence de deux types d'instabilités : un premier « continu », se traduisant par l'apparition de « dents de scies » sur la première partie du domaine plastique, et dont l'effet décroît lorsque la vitesse de déformation augmente ; et un second, qui se caractérise par des sauts réguliers le long de la courbe $\sigma=f(\epsilon)$ une fois passée la zone précédente. Ces sauts apparaissent à iso-contrainte, quel que soit l'essai.

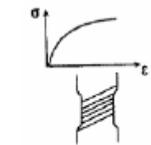
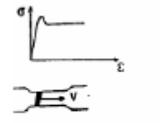
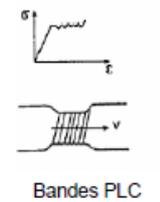
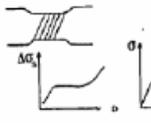
| Instabilités | Stationnaires | Propagatives |
|--------------|---|--|
| Temporaires |  <p>Lignes de glissement</p> |  <p>Bandes de Lüders</p> |
| Permanentes |  <p>Bande de cisaillement</p> |  <p>Bandes PLC</p> |
| |  <p>Bandes de glissement persistantes en fatigue</p> | |

FIGURE 5-17 : CLASSIFICATION DES HETEROGENEITES DE LA DEFORMATION PLASTIQUE [BOUBDALLAH, 2006]

Si l'on se réfère à la classification des différentes instabilités plastiques couramment observées (Figure 5-17), nos instabilités semblent correspondre à des instabilités permanentes propagatives de type « Bandes PLC ».

L'effet PLC est un phénomène d'hétérogénéité de la déformation plastique des métaux qui se manifeste au niveau macroscopique. Par définition, cette déformation est forcément hétérogène au niveau microscopique (elle dépend de la présence ou non d'une dislocation, d'un phénomène de glissement, ...) mais la multiplication de ces phénomènes microscopiques de manière aléatoire rend la déformation macroscopiquement homogène dans la plupart des cas.

Dans certains alliages, on constate une diffusion importante des atomes de soluté vers les dislocations (phénomène de vieillissement dynamique), ce qui a tendance à les freiner. Ce mouvement, déjà irrégulier du fait de la présence de défauts, le devient encore plus, et se fera plus brutalement lorsque la dislocation arrivera à passer cette accumulation d'obstacles (avant d'être arrêtée par le suivant), ce qui est visualisé grâce aux courbes en dent de scie.

L'effet PLC n'est pas la seule hétérogénéité pouvant avoir cette conséquence sur la courbe de traction. Ce qui permet de le caractériser est en fait une dépendance à la vitesse de déformation qui est inversée. Dans le cas d'un comportement classique, la contrainte d'écoulement augmente avec la vitesse de déformation. Ici, plus la vitesse de déformation est importante, moins les atomes de soluté auront le temps de migrer vers la dislocation, donc le mouvement de cette dernière sera moins freiné et la contrainte d'écoulement moins élevée. C'est pour cette raison que des essais à différentes

vitesses peuvent permettre de vérifier qu'il s'agit bien d'un effet PLC et non d'une autre hétérogénéité de déformation (bandes de Luders, ...).

En SLM, au vu des cinétiques de refroidissement élevées que subit le matériau, les microstructures doivent contenir un nombre conséquent de dislocations. Le phénomène PLC n'en sera donc que plus accentué. Le principal risque lié au phénomène est l'apparition de bandes de déformation localisées sur le matériau, provoquant le développement d'une surface rugueuse.

5.8. Microstructure de l'AM205

Tout comme les alliages d'aluminium AlSi7Mg0,6, l'AM205 brut de SLM présente une organisation multi-échelle de sa microstructure. Toutefois des singularités ont été observées, dont je vais présenter quelques premiers résultats. Seuls les échantillons de la paramétrie A ont été ici étudiés. La figure 5-18 présente une observation MEB d'un échantillon de la paramétrie A, non attaqué chimiquement.

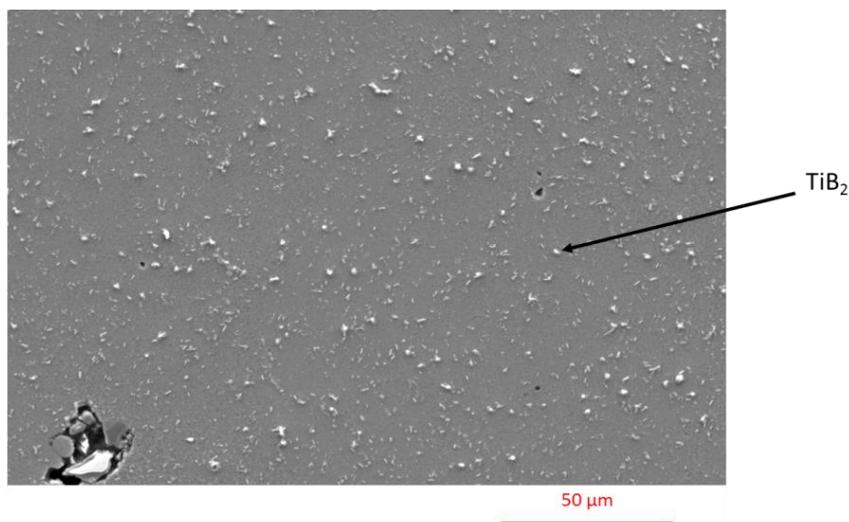


FIGURE 5-18 : OBSERVATION MEB DE L'AM205- MISE EN EVIDENCE DES PRECIPITES DE TiB₂

On constate une répartition relativement homogène des précipités de TiB₂ dont la taille est importante (plusieurs microns). Ces précipités ont majoritairement une forme de bâtonnets. La présence de ces précipités permet le renforcement mécanique de l'alliage AM205, ce qui explique les hauts niveaux de résistance mesurés lors des essais de traction présentés précédemment.

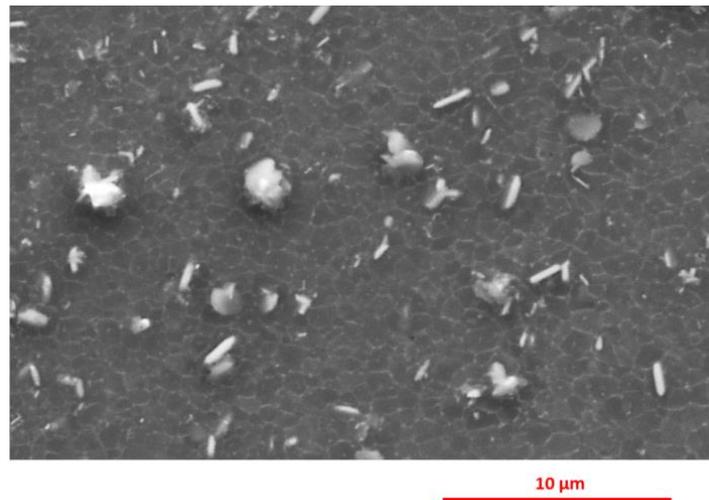


FIGURE 5-19 : OBSERVATION MEB DE L'AM205- UNE SOUS ORGANISATION SIMILAIRE A L'ALS17MG0,6

Nous pouvons observer qu'il existe également pour cet alliage un réseau similaire à la phase riche en Si observée dans le cas de l'alliage AlSi7Mg0,6 (Figure 5-19). Nous pouvons noter que les cellules d'aluminium semblent plus fines qu'avec l'alliage précédent, tout comme les précipités limitrophes. La cartographie EDS (figure 5-20) réalisée sur la même zone que celle de la figure 5-19 n'a pas permis d'analyser les phases en présence à cette échelle, vu la finesse de la sous organisation. En revanche, cette cartographie nous permet de confirmer la nature des précipités grossiers observés :

- (i) les précipités sont riches en titane et exempt d'aluminium ;
- (ii) bien que nous soyons dans la limite de détection du moyen utilisé, on décèle également une concentration légèrement plus élevée en bore.

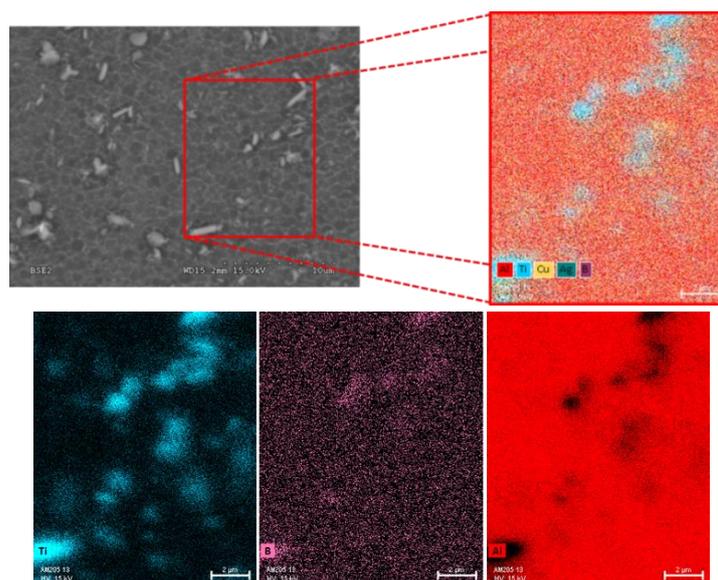


FIGURE 5-20 : MICROSTRUCTURE DE L'AM205 BRUTE DE SLM- MEB ET CARTOGRAPHIE EDS

Conclusions

Notre étude sur les interactions AM205/procédé SLM a mis en évidence la sensibilité marquée de l'AM205 vis-à-vis des changements de paramétrie (P, V, h). En particulier, nous avons mis en avant le fait que pour obtenir des pièces en bonne santé matière, il sera nécessaire d'appliquer une puissance laser et une vitesse de lasage plus faibles que dans le cas de l'alliage AlSi7Mg0,6. Ce point aura des répercussions sur la productivité industrielle et il faudra rechercher le meilleur compromis entre productivité et propriétés mécaniques. Nous avons constaté que les pièces présentant les meilleures densités relatives ne sont pas nécessairement celles permettant d'obtenir les meilleures propriétés mécaniques. Des investigations complémentaires devront être réalisées pour en comprendre l'origine. Nos observations du comportement mécanique ont permis de montrer que les propriétés mécaniques dépendent fortement de la paramétrie de fabrication employée, et que le comportement élastique des pièces d'AM205 mise en œuvre par SLM n'était pas linéaire, contrairement au comportement classique de pièces issues de procédés conventionnels. Les instabilités plastiques observées ont également été étudiées, mettant en relief l'apparition du phénomène de Portevin-Le Chatelier sur une certaine plage de vitesse de déformation. Enfin les premières observations microscopiques ont révélé la forte présence de précipités de TiB_2 ainsi qu'une sous organisation similaire à celle observée sur les alliages Al-Si. Des observations et microanalyses plus poussées sont nécessaires, afin de comprendre l'influence de cette phase de TiB_2 sur la microstructure globale. Ces premiers résultats permettent d'affirmer que l'alliage AM205 présente un fort potentiel pour la réalisation de pièces en aluminium à haute résistance mécanique.

Conclusions générales et perspectives

L'étude menée durant cette thèse est une des 3 « briques » du projet FUTURPROD qui avait pour objectif, en associant des industriels et des chercheurs de I2M, d'apporter des éléments de réponse pour la maîtrise du procédé SLM, en partant de la conception des pièces jusqu'à leur durabilité et en passant par l'optimisation du procédé à partir de recherches sur la compréhension des interactions entre le laser et le matériau et de leurs conséquences sur les caractéristiques des pièces élaborées.

Ce travail de thèse a mis en évidence la complexité du procédé de fusion laser sur lit de poudres métalliques qui met en jeu (i) de nombreux paramètres opératoires et environnementaux, (ii) de nombreux phénomènes physiques liés aux interactions entre le laser et le matériau et (iii) des changements d'état du matériau et donc de nombreuses variations de ses propriétés au cours du procédé. Les paramètres opératoires incluent les paramètres laser, les caractéristiques de la poudre mais aussi la machine SLM elle-même et l'environnement de construction. Les cycles thermiques induits au cours de ce procédé sont ainsi difficilement maîtrisables et prédictibles actuellement. Le procédé est donc générateur de défauts dont l'identification de l'origine est complexe.

Les études du procédé SLM couvrent de très nombreuses nuances d'alliages d'aluminium. Les causes de l'apparition de certains défauts et leurs conséquences montrent qu'il existe un très grand nombre de paramètres qui affectent les caractéristiques des pièces produites. Dans le cas de ces travaux, nous avons travaillé sur deux alliages d'aluminium : l'AlSi7Mg0,6, alliage de fonderie dont la faisabilité de sa mise en œuvre par SLM était déjà connue, et l'AM205, alliage haute résistance, au fort potentiel pour les applications aéronautiques et rarement étudié.

Pour optimiser le procédé, il est nécessaire de définir les caractéristiques matériaux à considérer. Les matériaux élaborés par SLM présentent des spécificités, tels que des états de surfaces irréguliers ou encore une microstructure très fine et multi-échelle. Cette étude a été l'occasion de faire une analyse des moyens de caractérisation existants et disponibles pour choisir les plus adaptés à cette méthode de production. Nous avons ainsi sélectionné différentes techniques de caractérisations pour réaliser des analyses de la poudre initiale et des pièces finales (microanalyses, caractérisation de la porosité et des propriétés mécaniques). Le choix des méthodes s'est fait en prenant en compte à la fois les spécificités des matériaux issues du SLM (finesse de la microstructure obtenue, états de surface irréguliers, ...), sans perdre de vue les besoins d'une applicabilité industrielle. Pour exemple, après comparaison de différentes méthodes de détermination de la densité relative des matériaux, nous avons choisi pour l'ensemble des travaux, la méthode de double pesée, ou méthode d'Archimède, car cette méthode est non destructive et permet d'obtenir une incertitude de mesure satisfaisante.

De nombreux facteurs peuvent avoir une influence sur la qualité finale des pièces fabriquées par SLM et ceci quel que soit le dispositif utilisé. Ainsi, nous avons dans un premier temps réalisé des séries d'échantillons pour nous familiariser avec le moyen du laboratoire (machine SLM 280 HL). Nous avons pu constater tout d'abord, que les propriétés de la poudre initiale impactent de façon conséquente la qualité d'une production. Par exemple, si la répartition granulométrique de la poudre n'est pas maîtrisée, les défauts d'écoulement de celle-ci au sein du moyen engendrent de nombreux problèmes (défaut d'étalement de la poudre sur la zone de construction, dépôt non homogène, ...), pouvant avoir pour ultime conséquence une incapacité à produire. Le flux d'Argon, nécessaire pour éviter l'oxydation du matériau en cours de production, a aussi une influence sur les propriétés finales des pièces, notamment en ce qui concerne la densité relative de celles-ci. Des premières observations par caméra rapide nous ont permis de mettre en relief une différence de comportement des projections lors du lasage d'une pièce, du au flux laminaire de gaz sur la zone de construction. Toutefois ces observations sont limitées du fait que les équipements doivent être nécessairement positionnés à l'extérieur de la machine. Il sera enrichissant de compléter ces investigations par des observations sur le banc expérimental instrumenté ouvert, en cours de développement à I2M. De plus nous avons constaté que la position des éprouvettes sur le plateau de construction a également une influence sur les propriétés finales des pièces produites (densité des pièces, propriétés de surface et propriétés mécaniques) et c'est une étape de préparation d'une fabrication à ne pas négliger.

Des études paramétriques ont été réalisées sur l'alliage AlSi7Mg0,6 à différentes échelles. Tout d'abord l'étude à 1 dimension, de mono-cordons de lasage sur une unique couche de poudre, a mis en évidence l'existence de régimes dits « stables » et « instables ». Le couple (P,v) choisi pour la réalisation de ces cordons a une influence directe sur leur stabilité. Nous avons constaté les influences que ces instabilités ont sur des murs mono-cordons. Par exemple, lors de la répétition couche après couche, sur une même zone, un manque de fusion peut engendrer des affaissements de matière pouvant excéder la centaine de microns. Pour la construction d'une pièce en 3D, ce type de défaut semble amoindri grâce à la rotation du laser à chaque couche. La combinaison de ces résultats à la simulation numérique du lasage d'un cordon de poudre a permis de définir un premier modèle thermique dont l'objectif sera à terme de permettre de prédire le choix de paramètres de fabrication optimaux. La prochaine étape consistera à simuler le lasage d'une couche complète de poudre, afin de prendre en considération le facteur de distance inter-cordons h .

La densité d'énergie volumique ψ , rapport de la puissance laser avec le produit de la vitesse de lasage, de la distance inter-cordons et de l'épaisseur de couche, est utilisée de façon classique pour l'optimisation des conditions opératoires en SLM et a été utilisé comme point de départ pour notre étude paramétrique à trois dimensions. Nous avons mis en évidence les limites de ce critère en prouvant l'existence d'interdépendances entre les différents facteurs le définissant. Un travail

complémentaire sera nécessaire pour optimiser totalement la paramétrie, notamment au niveau de la transition cœur/contours. Nous avons pu mettre en évidence que la microstructure développée lors de l'élaboration d'une pièce par SLM est beaucoup plus fine que celle habituellement observée en fonderie par exemple. Elle témoigne de l'histoire thermique complexe que subit le matériau. Les propriétés finales des pièces y sont directement liées. Dans nos études à trois dimensions, nous avons fait le choix d'étudier un matériau « plein ». Or, la fabrication additive offre la possibilité de pouvoir mettre de la matière uniquement là où il y en a besoin et donc de fabriquer des pièces de géométrie quelconque.

Enfin, une étude de faisabilité sur l'alliage AM205 a mis en relief une plus forte variabilité de l'influence des conditions opératoires pour cet alliage. Ce point a en particulier été révélé lors de l'étude des cordons mono-couche pour lesquelles le passage entre un régime stable ou instable de bain de fusion est plus marqué que sur l'AlSi7Mg0,6. Le nombre d'essais réalisés sur l'AM205 ne permet pas encore de cibler un jeu de paramètres optimum, mais des investigations supplémentaires seront effectuées, afin de définir quels paramètres sont prédominants sur la santé matière, et de quantifier ces niveaux, à l'instar de ce qui a été réalisé sur l'AlSi7Mg0,6. Le comportement mécanique de l'AM205 a permis de montrer que les propriétés mécaniques dépendent fortement de la paramétrie de fabrication employée, et que le comportement élastique n'est pas linéaire, contrairement au comportement classique de pièces issues de procédés conventionnels. Nous avons également constaté que les pièces les plus denses ne présentaient pas nécessairement les meilleures propriétés mécaniques. Afin de comprendre l'origine de ce phénomène, des investigations complémentaires sont envisagées : étude de l'influence de la densité d'énergie volumique apportée lors de la fabrication sur la microstructure obtenue, études approfondies des défauts présents dans le matériau et de la microstructure.

En résumé, l'ensemble des travaux réalisés avait pour objectif de mettre en place une démarche pour l'étude de la faisabilité de la fabrication de pièces en alliages d'aluminium par le procédé SLM, en s'intéressant à l'ensemble de la chaîne de fabrication qui part de la caractérisation du matériau de base, la poudre, jusqu'à la caractérisation du matériau final, en passant par la caractérisation du moyen de production. Les conditions opératoires sur ce type d'équipement sont multiples et nous avons bien évidemment fait des choix pour ce travail. Il convient de poursuivre les investigations sur les liens entre les conditions opératoires et les microstructures des pièces en alliages d'aluminium produites (défaut, microstructure, ...) en s'intéressant en particulier à l'étude de l'influence des stratégies de lasage, du flux de gaz et des conditions de préchauffage du plateau.

Nos études ont été menées sur des pièces brutes de SLM et il sera intéressant d'étudier l'influence d'opérations de post traitements (traitement thermiques, surfaçage) sur les propriétés des pièces

sachant par exemple que nous avons montré que l'usinage d'une pièce SLM en AlSi7Mg0,6 avait des conséquences sur les propriétés mécaniques.

Nous avons aussi choisi de ne travailler qu'avec des poudres neuves et il sera intéressant de poursuivre en étudiant l'influence de l'apport de poudres récupérées dans la machine sachant que les alliages d'aluminium sont très sensibles à l'oxydation.

Concernant notre pré-étude de l'alliage AM205, nos premiers essais ont montré que la vitesse du laser doit être très sensiblement inférieure à celle que nous pouvons utiliser avec l'AlSi7Mg0,6, pour obtenir des pièces de densités optimales. Il conviendra d'approfondir ce point pour rechercher des conditions plus favorables à la productivité, je pense notamment à l'idée d'augmenter ou d'utiliser un laser pulsé ou un changement de longueur d'onde du laser pour améliorer l'interaction avec l'aluminium.

Pour aller plus loin sur la compréhension des phénomènes physiques liés à l'interaction laser/matériau et donc sur l'optimisation du procédé, il me semble indispensable de compléter les études s'appuyant directement sur le moyen de fabrication industrielle, par des études sur des bancs instrumentés ouverts représentatifs des phénomènes mis en jeu lors du procédé SLM. Ces bancs permettront en effet d'accéder à des mesures *in situ* en temps réels pour suivre l'évolution de certains paramètres au cours du procédé, comme la réflectivité par exemple, ou pour accéder à des informations sur l'histoire thermique du matériau, sur le comportement des bains de fusion ou sur les mouvements des particules durant le procédé. Les réponses des différents capteurs apporteront des informations sur les liens entre les paramètres opératoires et les propriétés finales des pièces et serviront de base à la mise en place de modèles prédictifs.

Bibliographie

- [ABE, 2001] F.Abe, K.Osakada, M. Shiomi, K. Uematsu, M. Matsumoto, The manufacturing of hard tools from metallic powders by selective laser melting, *J. Mater. Technol* 111 (2001) p.210-213
- [ABD-ELGHANY, 2012] K. Abd-Elghany and D. L. Bourell, Property evaluation of 304L stainless steel fabricated by selective laser melting, *Rapid Prototyping J.* 18, (2012) 420–428
- [ABDERRAZAK, 2008] K. Abderrazak, W. Ben Salem, H. Mhiri, G. Lepalec, M. Autric, Modelling of CO2 laser welding of magnesium alloys, *Optics & Laser Technology* 40 (2008) 581–588
- [ABOULKHAIR, 2015] N.T. Aboulkhair, A. Stephens, I. Maskery, C Tuck, I. Ashcroft, N. M. Everitt, Mechanical properties of selective laser melted AlSi10Mg: nano, micro, and macro properties, In proceeding of the solid freeform fabrication symposium, Austin, TX, USA (2015) 1026-1035.
- [ABOULKHAIR, 2016] N.T. Aboulkhair, I. Maskery, C. Tuck, I. Ashcroft, N. M. Everitt, The microstructure and mechanical properties of selectively laser melted AlSi10Mg: The effect of a conventional T6-like heat treatment, *Materials Science & Engineering A* 667 (2016) 139-146.
- [AFNOR, 2011] AFNOR, NF E 67-001, 2011, « Fabrication additive- vocabulaire »
- [ALPAY, 2015] N. Alpay et al, Anodized aluminium-silicon alloy counter electrode substrates for next generation solar cell applications, *Appl. Surf. Sc.* 356 (2015) 317-324
- [ALLISON, 1993] Allison et al, Method of making a three dimensional object by stereolithography, patent US005182055A (1993)
- [AMATO, 2012] K.N. Amato, S.M. Gaytan, L.E. Murr, E. Martinez, P.W. Shindo, J. Hernandez, S.Collins, F. Medina, Microstructures and mechanical behaviour of Inconel 718 fabricated by selective laser melting, *Acta Materialia* 60 (2012) 2229-2239
- [ANWAR, 2017] A.B. Anwar, Q-C Pham, Selective laser melting of AlSi10Mg: Effects of scan direction, part placement and inert gas flow velocity on tensile strength, *Journal of Materials Processing Technology* 240 (2017) 388–396
- [ARATA, 1972] Y. Arata, I. Miyamoto, Some fundamental properties of high power laser beam as a heat source (report 2) – CO2 laser absorption characteristics of metal, *Transactions of the Japan Welding Society* 3 (1972) 152-162
- [ASM, 1993] ASM specialty handbook, Aluminium and aluminium alloys, sixth printing, p.720, 2007
- [AVERSA, 2017] A. Aversa, M. Lorusso, G. Cattano, D. Manfredi, F. Calignano, E.P Ambrosia, S. Biamino, P. Fino, M. Lombardi, M. Pavese, A study of the microstructure and the mechanical properties of an Al-Si-Ni alloy produced via selective laser melting, *Journal of Alloys and Compounds* 695 (2017) 1470-1478
- [BALE, 2011] P.Bale, Feeding properties of the highly grain refined A20X alloy, thesis manuscript of the School of Engineering of the University of Birmingham (2011)
- [BARBAS, 2012] A. Barbas, A. S. Bonnet, P. Lipinski, R. Pesci, and G. Dubois, Development and mechanical characterization of porous titanium bone substitutes, *J. Mech.Behav. Biomed. Mater.* 9, (2012) 34–44

- [BARBIER, 2015] D.Barbier, Analyse de microstructures par la technique EBSD (2015)
- [BARTKOWIAK, 2011] K. Bartkowiak, S. Ullrich, T. Frick, M. Schmidt, New developments of laser processing aluminium alloys via additive manufacturing technique, *Physics Procedia* 12 (2011) 393-401
- [BARUCHEL, 2006] J. Baruchel, J.Y. Buffiere, P. Cloetens, et al. Advances in synchrotron radiation microtomography, *Scripta Materialia* 55-1 (2006) 41-46
- [BAUER, 2016] D.M. Bauer, K. Dietrich, M. Walter, P. Forêt, G. Witt, Effect of process gas and powder quality on aluminium alloys processed by laser based powder bed melting process, *Solid Freeform Fabrication 2016: Proceeding on the 27th annual international solid freeform fabrication symposium – An Additive Manufacturing Conference (2016)* 419-425
- [BOUBDALLAH, 2006] K. Boubdallah, Caractérisation de l'effet Portevin-Le Chatelier dans les alliages aluminium magnésium – Apport des techniques d'analyse d'images, thèse de l'Université de Savoie (2006)
- [BOURELL, 2011] D. Bourell, A. B. Spierings, N. Herres, and G. Levy, Influence of the particle size distribution on surface quality and mechanical properties in AM steel parts, *Rapid Prototyping J.* 17, (2011) 195–202
- [BUCHBINDER, 2008] D. Buchbinder, W. Meiners, K. Wissenbach, K. Müller-Lohmeier, E. Brandl, Rapid Manufacturing of Aluminum Parts for Serial Production via Selective Laser Melting (SLM). In: *Aluminum Alloys*, Wiley Vol. 2 (2008) 2394-2400
- [BUCHBINDER, 2009] D. Buchbinder, W. Meiners, K. Wissenbach, K. Müller-Lohmeier, E. Brandl, N. Skrynecki, Rapid manufacturing of aluminum parts for serial production via Selective Laser Melting (SLM). In: 4. International Conference on Rapid Manufacturing, 8th & 9th July 2009. Loughborough : University (2009) 1-12
- [BUCHBINDER, 2011] D. Buchbinder, H. Schleifenbaum, S. Heidrich, W. Meiners, J. Bültmann, High power selective laser melting (HP SLM) of aluminium parts, *Physics Procedia* 12 (2011) 271–278
- [BUCHBINDER, 2014] D. Buchbinder, W. Meiners, N. Pirch, K. Wissenbach, Investigation in the reducing distortion by preheating during manufacture of aluminium components using selective laser melting, *Journal of laser applications* 26 (2014) <http://dx.doi.org/10.2351/1.4828755>
- [BUCHBINDER, 2015-a] D. Buchbinder, W Meiners, K. Wissenbach, R. Poprawe, Selective laser melting of aluminium die-cast alloy – Correlations between process parameters, solidification conditions, and resulting mechanical properties, *Journal of Laser Applications* 27, S29205 (2015); doi: 10.2351/1.4906389.
- [BUCHBINDER, 2015-b] D. Buchbinder, K. Wissenbach, Additive manufacturing of high-strength aluminium components, <https://www.generativ.fraunhofer.de/>, 2015 (accessed 13.03.17)
- [CAIN, 2015] V. Cain, L. Thijs, J. Van Humbeeck, B. Van Hooreweder, R. Knutsen, Crack propagation and fracture toughness of Ti6Al4V alloy produced by selective laser melting, *Additive Manufacturing* 5 (2015) 68–76
- [CASATI, 2016] R. Casati, J.N. Lemke, A.Z. Alarcon, M. Vedani, Aging Behavior of High-Strength Al Alloy 2618 Produced by Selective Laser Melting, *Metellurgical and Materials Transactions A* 48 (2016) 575-579

- [CASAVOLA, 2009] C. Casavola, S. L. Carnpanelli, and C. Pappalettere, Preliminary investigation on distribution of residual stress generated by the selective laser melting process, *J. Strain Anal. Eng.Des.* 44, (2009) 93–104
- [CHLEBUS, 2011] E. Chlebus, B. Kuznicka, T. Kurzynowski, and B. Dybala, Microstructure and mechanical behaviour of Ti–6Al–7Nb alloy produced by selective laser melting, *Mater.Charact.* 62, (2011) 488–495
- [CHOU, 2015] R. Chou, J. Milligan, M. Paliwal, M Brochu, Additive manufacturing of alloy via pulsed selective laser melting, *JOM* 67 (2015) 590-596
- [DAI, 2017] D. Dai, D. Gu, R. Poprawe, M. Xia, Influence of additive multilayer feature on thermodynamics, stress and microstructure development during laser 3D printing of aluminium-based material, *Science Bulletin* 62 (2017) 779-787
- [DAS, 1997] S. Das, M. Wohlert, J. Beaman, and D. Bourell, in *Proceedings to the Solid Freeform Fabrication Symposium (1997)* Austin, TX, USA (University of Texas at Austin)
- [DAS, 1998-a] S. Das, J. J. Beama, M. Wohlert, and D. L. Bourell, Direct laser freeform fabrication of high performance metal components, *Rapid Prototyping J.* 4, (1998) 112–117
- [DAS, 1998-b] S. Das, M. Wohlert, J. J. Beaman, and D. L. Bourell, Producing metal parts with selective laser sintering/hot isostatic pressing, *J. Miner. Met.Mater. Soc.* 50,(1998) 17–20
- [DADBAKSH, 2014] S. Dadbakhsh, L. Hao, Effect of layer thickness in selective laser melting on microstructure of Al/5wt%Fe₂O₃ powder consolidated parts, *The Scientific World Journal* (2014) <http://dx.doi.org/10.1155/2014/106129>
- [DELGADO, 2012] J. Delgado, J. Ciurana, and C. A. Rodriguez, Influence of process parameters on part quality and mechanical properties for DMLS and SLM with iron-based materials, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 60, (2012) 601–610
- [DUTTA, 1991] I. Dutta, S.M. Allen, A calorimetric study of precipitation in commercial aluminium alloy 6061, *J.Mater.Sci. Lett* 10 (1991) 323-326
- [EBADI, 2017] P. Ebadi, La fabrication additive. Décryptage d'une technologie de fabrication à fort potentiel, présentation CTTC du 26/09/2017, Cetim (2017)
- [FABREGUE, 2004] D. Fabrègue, Microstructure et fissuration à chaud lors du soudage laser d'alliages d'aluminium 6000, thèse INP Grenoble, (2004)
- [FRAZIER, 2014] W.E. Frazier, *Metal Additive Manufacturing: A review*, ASM International (2014) 1059-1928, doi: 10.1007/s11665-014-0958-z
- [GALY, 2018] C. Galy, E. Le Guen, E. Lacoste, C. Arvieu, Main defects observed in aluminum alloy parts produced by SLM: From causes to consequences, *Additive Manufacturing* 22 (2018) 165–175
- [GEHM, 2015] R Gehm, High-strength aluminum powder developed for additive manufacturing in aerospace, automotive, <http://articles.sae.org/14175/>, 2015 (accessed 18.04.17).
- [GNMEBA, 2006] A. Jadin, La formation et l'optimisation de l'image en microscopie électronique à balayage, *Microscopie électronique à balayage et Microanalyses*, GNMEBA, éditée par F. Brisset, ISBN 978-2-7598-0082-7, EDP Sciences (2008) 892 pages

- [GU, 2012] D. D. Gu, Y. C. Hagedorn, W. Meiners, G. B. Meng, R. J. S. Batista, K. Wissenbach, and R. Poprawe, Densification behavior, microstructure evolution, and wear performance of selective laser melting processed commercially pure titanium, *Acta Mater.* 60, (2012) 3849–3860
- [GUAN, 2013] K. Guan, Z. M. Wang, M. Gao, X. Y. Li, and X. Y. Zeng, Effects of processing parameters on tensile properties of selective laser melted 304 stainless steel, *Mater. Des.* 50, (2013) 581–586
- [GUSTAVSSON, 1994] M. Gustavsson, E. Karawacki, S. E. Gustafsson, Thermal conductivity, thermal diffusivity, and specific heat of thin samples from transient measurements with hot disk sensors, *Review of Scientific Instruments* 65, (1994) 3856
- [HATCH, 1984] J.E. Hatch, *Aluminium: Properties and Physical Metallurgy*, ASM International (1984)
- [HOOPER, 2018] P.A. Hooper, Melt pool temperature and cooling rates in laser powder bed fusion, *Additive Manufacturing* 22 (2018) 548-559
- [HULL, 1986] Hull et al, Apparatus for production of three dimensional objects by stereolithography, patent US 004575330 (1986)
- [HUNTER, 1956] M.S. Hunter, P. Fowle, Natural and thermally formed oxide films on aluminium, *J. Electrochem. Soc.*, volume 103, issue 9, (1956) 482-485
- [IONIX, 2018] Laser marking, <http://www.ionix.fi/en/technologies/laser-processing/laser-marking/>, consulté en ligne le 25/09/18
- [JIA, 2017] Y.D. Jia, P. Ma, K.G. Prashanth, G. Wang, J. Yi, S. Scudino, F.Y. Cao, J.F. Sun, J. Eckert, Microstructure and thermal expansion behaviour of Al-50Si synthesized by selective laser melting, *Journal of Alloys and Compounds* 699 (2017) 548-553
- [KARG, 2014] M. Karg, B. Ahuja, S. Kuryntsev, A. Gorunov, M. Schmidt, Processability of high strength Aluminium-Copper alloys AW-2022 and 2024 by Laser Beam Melting in Powder Bed, *sff symposium* (2014) 420-436
- [KARG, 2015] M. Karg, B. Ahuja, A. Schaub, J. Schmidt, M. Sachs, A. Mahr, S. Wiesenmayer, L. Wigner, K.E. Wirth, W. Peukert, M. Merklein, M. Schmidt, Effect of process conditions on the mechanical behavior of aluminium wrought alloy EN AW-2618 additively manufactured by laser beam melting in powder bed, *Lasers in Manufacturing Conference* (2015)
- [KARG, 2017] M. Karg, B. Ahuja, S. Wiesenmayer, S. Kuryntsev, M. Schmidt, Effect of the process conditions on the mechanical behaviour of aluminium wrought alloy EN AW-2219 (AlCu6Mn) additively manufactured by laser beam melting in powder bed, *Micromachines* (2017) 8-23, doi:10.3390/mi8010023
- [KEMPEN, 2011-a] K. Kempen, L. Thijs, E. Yasa, M. Badrossamay, W. Verheecke, J.P. Kruth, Process optimization and microstructural analysis for selective laser melting of AlSi10Mg, *International Solid Freeform fabrication Symposium 22* (2011) 484-495
- [KEMPEN, 2011-b] K. Kempen, E. Yasa, L. Thijs, J. P. Kruth, and J. Van Humbeeck, in *Lasers in Manufacturing 2011: Proceedings of the Sixth International Wlt Conference on Lasers in Manufacturing Vol. 12, Pt.A*, (2011), 255–263
- [KEMPEN, 2012] K. Kempen, L. Thijs, J. Van Humbeeck, J.P. Kruth, Mechanical properties of AlSi10Mg produced by Selective Laser Melting, *Physics Procedia* 39 (2012) 439-446

- [KIM, 2016] D.K. Kim, W. Woo, J.H. Hwang, K. An, S.H. Choi, Stress partitioning behaviour of an AlSi10Mg alloy produced by selective laser melting during tensile deformation using in situ neutron diffraction, *Journal of Alloys and Compounds* 686 (2016) 281-286
- [KIMURA, 2016] T. Kimura, T. Nakamoto, Microstructures and mechanical properties of A356 (AlSi7Mg0.3) aluminum alloy fabricated by selective laser melting, *Mater. and Design* 89 (2016) 1294-1301
- [KRUTH, 2010] J-P. Kruth, M. Badrossamay, E. Yasa, J. Deckers, L. Thijs, J. Van Humbeeck, Part and material properties in selective laser melting of metal, 16th International Symposium on Electro machining (ISEM XV) (2010)
- [KROMER, 2019] R. Kromer, C. Galy, C. Gorny, M. Schneider, E. Le Guen, C. Arvieu, E. Lacoste, Absorptivity measurement of solid and powder bed under IR laser beam, soumis à *Powder Technology* (soumis en novembre 2018), en revision
- [LAVERNE, 2016] F. Laverne, F. Segonds, P. Dubois, Fabrication additive – Principes généraux, *Techniques de l'ingénieur* (2016) réf : BM7017 V2
- [LI, 2014] Y. Li, D. Gu, Parametric analysis of thermal behaviour during selective laser melting additive manufacturing of aluminium alloy powder, *Materials & design* 63 (2014) 856-867
- [LI, 2016-a] X.P. Li, K.M. O'Donnell, T.B. Sercombe, Selective laser melting of Al-12Si alloy: enhanced densification via powder drying, *Additive Manufacturing* 10 (2016) 10-14
- [LI, 2016-b] X.P Li, X.J Wang, M. Saunders, A. Suvorova, L.C. Zhang, Y.J. Liu, M.H. Fang, Z.H. Huang, T.B. Sercombe, A selective laser melting and solution heat treatment refined Al-12Si alloy with a controllable ultrafine eutectic microstructure and 25% tensile ductility, *Acta Materialia* 95 (2015) 74-82
- [LI, 2016-c] W. Li, S. Li, A. Zhang, Y. Zhou, Q. Wei, C. Yan, Y. Shi, Effect of heat treatment on AlSi10Mg alloy fabricated by selective laser melting: Microstructure evolution, mechanical properties and fracture mechanism, *Materials Science & Engineering A* 663 (2016) 116-125
- [LIU, 2013] Z. H. Liu, D. Q. Zhang, C. K. Chua, and K. F. Leong, Crystal structure analysis of M2 high speed steel parts produced by selective laser melting, *Mater. Charact.* 84, (2013) 72–80
- [LOUVIS, 2011] E. Louvis, P. Fox, C.J. Sutcliffe, Selective laser melting of aluminium components, *Journal of Materials Processing Technology* 211 (2011) 275–284
- [MA, 2014] P. Ma, K.G. Prashanth, S. Scudino, Y. Jia, H. Wang, C. Zou, Z. Wei, J. Eckert, Influence of Annealing on Mechanical Properties of Al-20Si Processed by Selective Laser Melting, *Metals* 4 (2014), 28-36; doi:10.3390/met4010028
- [MA, 2016] P. Ma, Y. Jia, K.G. Prashanth, S. Scudino, Z. Yu, J. Eckert, Microstructure and phase formation in Al-20Si-5Fe-3Cu-1Mg synthesized by selective laser melting, *Journal of Alloys and Compounds* 657 (2016) 430-435
- [MANFREDI, 2013-a] D. Manfredi, F. Calignano, M. Krishnan, R. Canali, E.P. Ambrosio, E. Atzeni, From powders to dense metal parts, characterization of a commercial AlSiMg alloy processed through Direct Metal Laser Sintering, *Materials* 6 (2013), 856-869
- [MANFREDI, 2013-b] D. Manfredi, F. Calignano, E.P. Ambrosio, M. Krishnan, R. Canali, S. Biamino, M.Pavese, E. Atzeni, L. Luliano, P. Fino, C. Badini, Direct metal laser sintering: an additive

- manufacturing technology ready to produce lightweight structural parts for robotic applications, *La metallurgia Italiana* 105 (2013) 15-24
- [MICHEL, 2006] F. Michel, L. Courard, Apport de la granulométrie laser dans la caractérisation physique des fillers calcaires, 7^{ème} édition des Journées scientifiques du Regroupement francophone pour la recherche et la formation sur le béton (RF)²B, 19-20 juin 2006, Toulouse, France
- [MILOVANOVIC, 2009] J. Milovanovic, M. Stojkovic, and M. Trajanovic, Rapid tooling of tyre tread ring mould using direct metal laser sintering, *J. Sci. Ind. Res.* 68, (2009) 1038–1042
- [MONTERRO, 2016] M.L. Montero Sistiaga, R. Mertens, B. Vrancken, X. Wang, B. Van Hooreweder, J.P. Kruth, J. Van Humbeeck, Changing the alloy composition of Al7075 for better processability by selective laser melting, *Journal of Materials Processing Technology* 238 (2016) 437-445
- [MORGAN, 2014] V.T. Morgan, The effect of porosity on some of the physical properties of powder-metallurgy components, *Powder metallurgy* (2014) 72-86
- [NGUYEN, 2012] K.N. Nguyen, Étude et caractérisation des propriétés d'absorption électromagnétique du silicium micro/nano-structuré, thèse de l'université Paris-Est soutenue le 1^{er} octobre 2012.
- [OBATON, 2015] A.F. Obaton, A. Bernard, G. Taillandier, J.M. Moschetta, Fabrication additive: état de l'art et besoins métrologiques engendrés, *Revue française de métrologie* 37 (2015) 21-36
- [OLAKANMI, 2011] E.O. Olakanmi, R.F. Cochrane, K.W. Dalgarno, Densification mechanism and microstructural evolution in selective laser sintering of Al-12Si powder, *Journal of Materials Processing Technology* 211 (2011) 113-121
- [OLAKANMI, 2012] E.O. Olakanmi, K.W. Dalgarno, R.F. Cochrane, Laser sintering of blended Al-Si powders, *Rapid Prototyping Journal* 18 (2012) 109-119
- [OLAKANMI, 2013] E.O. Olakanmi, Selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of pure Al, Al-Mg, and Al-Si powders: effect of processing conditions and powder properties, *Journal of Materials Processing Technology* 213 (2013) 1387-1405
- [OLAKANMI, 2015] E.O. Olakanmi, R.F. Cochrane, K.W. Dalgarno, A review on selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of aluminium alloy powders: Processing, microstructure, and properties, *Progress in Materials Science* (2015) <http://dx.doi.org/10.1016/j.pmatsci.2015.03.002>
- [OUDIN, 2015] H. Oudin, Introduction à la plasticité. Engineering school Ecole Centrale de Nante
- [OSAKADA, 2006] K. Osakada and M. Shiomi, Flexible manufacturing of metallic products by selective laser melting of powder, *Int. J. Mach. Tools Manuf.* 46, (2006) 1188–1193
- [PIPAME, 2017] Rapport République Française Ministère de l'Economie et des Finances – République Française, Futur de la fabrication additive: Focus sur les alliages d'aluminium, ISBN 978-2-11-151552-9 (2017)
- [PRASHANTH, 2014] K.G. Prashanth, S. Scudio, H.J. Klauss, K.B. Surreddi, L. Löber, Z. Wang, A.K. Chaubey, U. Kühn, J. Eckert, Microstructure and mechanical properties of Al-Si12 produced by selective laser melting: Effect of heat treatment, *Materials Science & Engineering A* 590 (2014) 153-160

- [PRASHANTH, 2015] K.G. Prashanth, H. Shakur Shahabi, H. Attar, V.C. Srivastava, N. Ellendt, V. Uhlenwinkel, J. Eckert, S. Scudino, Production of high strength Al85Nd8Ni5Co2 alloy by selective laser melting, *Additive Manufacturing* 6 (2015) 1-5
- [PRASHANTH, 2017] K.G. Prashanth, S. Scudino, J. Eckert, Defining the tensile properties of Al-12Si parts produced by selective laser melting, *Acta Materialia* 126 (2017) 25-35
- [PRASHANTH, 2017-b] K.G. Prashanth, J. Eckert, Formation of metastable cellular microstructures in selective laser melted alloys, *J.Alloys.Comp.* 707 (2017) 27-34
- [PRIMANTE3D, 2019] <http://www.primante3d.com/ge-injecteurs-fuel-08102018/>, consulté en ligne le 17/09/2019
- [QUINTINO, 2012] L. Quintino, R. Miranda, U. Diltthey, D. Iordachescu, M. Banasik, S. Stano, Laser Welding of Structural Aluminium, *Adv. Struct. Mater* 8 (2012) 33–57
- [RAFI, 2013] H. K. Rafi, T. L. Starr, and B. E. Stucker, A comparison of the tensile, fatigue, and fracture behavior of Ti–6Al–4V and 15-5 PH stainless steel parts made by selective laser melting, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 69, (2013) 1299–1309
- [RAMBABU, 2016] P. Rambabu, N. Eswara Prasad, V.V. Kutumbarao, R.J.H Wanhill, Aluminium alloys for aerospace applications, *Aerospace Materials and Material Technologies* (2016) 29-52
- [RAPPAZ, 1999] M. Rappaz, J.M Drezet, M Gremaud, A new Hot-Tearing Criterion, *Metallurgical and materials transactions A* 30 (1999) 449-455
- [READ, 2015] N. Read, W. Wang, K. Essa, M.M. Attalah, Selective laser melting of AlSi10Mg alloy: Process optimisation and mechanical properties development, *Materials and Design* 65 (2015) 417-424
- [RICKENBACHER, 2013] L. Rickenbacher, T. Etter, S. Hövel, and K. Wegener, High temperature material properties of IN738LC processed by selective laser melting (SLM) technology, *Rapid Prototyping J.* 19, (2013)282–290
- [ROLINK, 2014] G. Rolink, S. Vogt, L. Sencekova, A. Weisheit, R. Poprawe, and M.Palm, Laser metal deposition and selective laser melting of Fe–28 at.% Al, *J. Mater. Res.* 29, (2014) 2036–2043
- [ROMBOUTS, 2006] M. Rombouts, J. P. Kruth, L. Froyen, and P. Mercelis, Fundamentals of Selective Laser Melting of alloyed steel powders, *CIRP Ann.* 55, (2006) 187–192
- [SANCHEZ, 2009] J.M. Sánchez-Amaya, T. Delgado, L. González-Rovira, and F.J. Botana, Laser welding of aluminum alloys 5083 and 6082 under conduction regime. *Appl. Surf. Sci.* 255(23) (2009) 9512–9521
- [SANTOS, 2004] E.C.Santos, K. Osakada, M. Shlomi, Y. Kitamura, F. Abe, Microstructure and mechanical properties of pure titanium models fabricated by selective laser melting, *Proc. Inst. Mech. Eng. Part C* 218 (2004) 711-719
- [SANZ, 2013] C. Sanz and V. G. Navas, Structural integrity of direct metal laser sintered parts subjected to thermal and finishing treatments, *J. Mater. Process. Technol.* 213, (2013) 2126–2136
- [SCHMIDTKE, 2011] K. Schmidtke, F. Palm, A. Hawkins, C. Emmelmann, Process and Mechanical Properties: Applicability of a Scandium modified Al-alloy for laser Additive Manufacturing, *Phys. Procedia* 12 (2011) 369-374

- [SIHIFENG, 2014] W. Shifeng, W. Qingsong, C.Yan, Z.Sheng, S.Tusheng, Effect of molten pool boundaries on the mechanical properties of selective laser melting parts, *J.Mater.Process.Technol.* 214,(2014) 2660-2667
- [SIMONELLI, 2014] M. Simonelli, Y.Y. Tse, C. Tuck, Effect of the build orientation on the mechanical properties and fracture modes of SLM Ti-6Al-4V, *Materials Science & Engineering A* 616 (2014) 1–11
- [SONG, 2012] B. Song, S. J. Dong, P. Coddet, H. L. Liao, and C. Coddet, Fabrication and microstructure characterization of selective laser-melted Fe-Al intermetallic parts, *Surf. Coat.Technol.* 206, (2012) 4704–4709
- [SONG, 2014] B. Song, S. Dong, S. Deng, H. Liao, and C. Coddet, Microstructure and tensile properties of iron parts fabricated by selective laser melting, *Opt. Laser Technol.* 56, (2014) 451–460
- [SPEARS, 2016] T.G. Spears, S.A. Gold, In-process sensing in selective laser melting (SLM) additive manufacturing, *Integrating materials and Manufacturing Innovation* (2016) 5:2
- [SPIERINGS, 2011] A. B. Spierings, M. Schneider, R. Eggenberger, Comparison of density measurement techniques for additive manufactured metallic parts, *Rapid Prototyping J.* 17, (2011) 380-386
- [SPIERINGS, 2013] A. B. Spierings, T. L. Starr, and K. Wegener, Fatigue performance of additive manufactured metallic parts, *Rapid Prototyping J.* 19, (2013) 88–94
- [SPIERINGS, 2017-a] A. B. Spierings, K. Dawson, K.Kern, F.Palm, K. Wegener, SLM-processed Sc- and Zr-modified Al-Mg alloy: Mechanical properties and microstructural effects of heat treatment, *Materials Science & Engineering A* 701 (2017) 264-273
- [SPIERINGS, 2017-b] A.B. Spierings, K. Dawson, T. Heeling, P.J. Uggowitzer, R. Schäublin, F. Palm, K. Wegener, Microstructural features of Sc- and Zr-modified Al-Mg alloys processed by selective laser melting, *Mater. and Design* 115 (2017) 52-63
- [SUSTARSIC, 2009] B. Sustarsic, S. Dolinsek, M. Jenko, and V. Leskovsek, Microstructure and Mechanical Characteristics of DMLS Tool-Inserts, *Mater. Manuf.Process.* 24, (2009) 837–841.
- [SUN, 2015-a] S. Sun, L. Zheng, Y. Liu, J. Liu, H. Zhang, Characterisation of Al-Fe-V-Si heat-resistant aluminum alloy components fabricated by selective laser melting, *Journal of materials research* 30 (2015) 1661-1669
- [SUN, 2015-b] S. Sun, L. Zheng, Y. Liu, J.Liu, H. Zhang, Selective laser melting of Al-Fe-V-Si heat-resistant aluminium alloy powder: modelling and experiments, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 80 (2015) 1787-1797
- [SWAINSON, 1977] W.K. Swainson, Method, medium and apparatus for producing three dimensional figure product, patent US 004041476 (1977)
- [TAHA, 2012] M. A. Taha, A. F. Yousef, K. A. Gany, and H. A. Sabour, On selective laser melting of ultra high carbon steel: Effect of scan speed and post heat treatment, *Materialwiss. Werkstofftech.* 43, (2012) 913–923
- [TAKATA, 2017] N. Takata, H.Kodaira, K. Sekizawa, A. Suzuki, M. Kobashi, Change in microstructure of selectively laser melted AlSi10Mg alloy with heat treatments, *Materials Science & Engineering A* 704 (2017) 218-228
- [THIERY, 2013] C. Thiery, Tomographie à rayons X, *Tchniques de l'Ingénieur* (2013) réf: P950 V3

- [THIJS, 2013] L. Thijs, K. Kempen, J.P. Kruth, J. Van Humberg, Fine-structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder, *Acta Materialia* 61 (2013) 1809–1819
- [TOLOSA, 2010] I. Tolosa, F. Garciandia, F. Zubiri, F. Zapirain, A. Esnaola, Study of mechanical properties of AISI 316 stainless steel processed by « selective laser melting », following different manufacturing strategies, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 51 (2010) p.639-647
- [TREVISAN, 2017] F. Trevisan, F. Calignano, M. Lorusso, J. Pakkanen, A. Aversa, E. P. Ambrosio, M. Lombardi, P. Fino, D. Manfredi, On the selective laser melting (SLM) of the AlSi10Mg alloy: Process, Microstructure, and Mechanical Properties, *Materials* 10 (2017) doi:10.3390/ma10010076
- [TURNER, 2018] R.P. Turner, C. Panwisawas, Y. Lu, I. Dhiman, H.C. Basoalto, J. W. Brooks, Neutron tomography methods applied to a nickel-based superalloy additive manufacture build, *Materials Letters* 230 (2018) 109-112
- [VANDENBROUCKE, 2007] B. Vandenbroucke and J. P. Kruth, Selective laser melting of biocompatible metals for rapid manufacturing of medical parts, *Rapid Prototyping J.* 13, (2007) 196–203
- [VERÖ, 1936] J. Verö, The Hot-Shortness of Aluminum Alloys. *The Metal Industry* 48 (1936) 431-494
- [VILARO, 2012] T. Vilaro, C. Colin, J. D. Bartout, L. Nazé, and M. Sennour, Microstructural and mechanical approaches of the selective laser melting process applied to a nickel-base superalloy, *Mater. Sci. Eng., A* 534, (2012) 446–451
- [VORA, 2015] P. Vora, K. Mumtaz, I. Todd, N. Hopkinson, AlSi12 in-situ alloy formation and residual stress reduction using anchorless selective laser melting, *Additive Manufacturing* 7 (2015) 12-19
- [WANG, 2009] Y. Wang, J. Bergstrom, and C. Burman, Thermal fatigue behavior of an iron-based laser sintered material, *Mater. Sci. Eng., A* 513–514, (2009) 64–71.
- [WANG, 2011-a] Z. Wang, K. Guan, M. Gao, X. Li, X. Chen, and X. Zeng, The microstructure and mechanical properties of deposited-IN718 by selective laser melting, *J. Alloys Compd.* 513 (2012), 518–523
- [WANG, 2011-b] F. Wang, Mechanical property study on rapid additive layer manufacture Hastelloy® X alloy by selective laser melting technology, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 58, (2011) 545–551
- [WANG, 2013] F. Wang, S. Williams, P. Colegrove, A.A. Antonysamy, Microstructure and mechanical properties of Wire and Arc Additive Manufactured Ti-6Al-4V, *Metallurgical and materials transactions* 44A (2013) 968-977
- [WANG, 2017] P. Wang, H.C. Li, K.G. Prashanth, J. Eckert, S. Scudino, Selective laser melting of Al-Zn-Mg-Cu: Heat treatment, microstructure and mechanical properties, *Journal of Alloys and Compounds* 707 (2017) 287-290
- [WEINGARTEN, 2015] C. Weingarten, D. Buchbinder, N. Pirch, W. Meiners, K. Wissenbach, R. Poprawe, Formation and reduction of hydrogen porosity during laser melting of AlSi10Mg, *Journal of Materials Processing Technology* 221 (2015) 112-120
- [WOHLERS, 2017] Wohlers Report (2017)
- [WRIGHT, 2006] C. S. Wright, M. Youseffi, S. P. Akhtar, T. H. C. Childs, C. Hauser, P. Fox, and J. Xie, *Advanced Materials Forum III (Trans Tech Publications), Pts. 1 and 2*, (2006) 516–523

- [XI, 2019] L.Xi, P. Wang, K.G. Prashanth, H. Li, H.V. Prykhodko, S. Scudino, I.Kaban, Effect of TiB₂ particles on microstructure and crystallographic texture of Al-12Si fabricated by selective laser melting, *Journal of Alloys and Compounds* 786 (2019) 551-556
- [YADROITSEV] I. Yadroitsev, A. Gusarov, I. Yadroitsava, and I. Smurov, Single track formation in selective laser melting of metal powders, *J. Mater. Process. Technol.* 210, (2010).1624–1631
- [YAP, 2015] C.Y. Yap, C.K Chua, Z.L. Dong, Z.H. Liu, D.Q. Zhang, L.E. Loh, S.L. Sing, Review of selective laser melting: materials and applications, *Applied Physics Reviews* 2, 041101(2015)
- [YASA, 2011] E. Yasa, J. Deckers, and J.-P. Kruth, The investigation of the influence of laser re-melting on density, surface quality and microstructure of selective laser melting parts, *Rapid Prototyping J.* 17, (2011) 312–327
- [ZHANG, 2011] L.C.Zhang, D. Klemm, J. Eckert, Y.L. Hao, T.B. Sercombe, Manufacture by selective laser melting and mechanical behaviour of a biomedical Ti-24Nb-4Zr-8Sn alloy, *Scr. Mater.* 65 (2011) 21-24
- [ZHANG, 2012] T. Zhang, *Imagerie multi-résolution par tomographie aux rayons X: application à la tomographie locale en science des matériaux*, thèse de l'université de Grenoble, soutenue le 22 mai 2012
- [ZHANG, 2013] B. C. Zhang, H. L. Liao, and C. Coddet, Selective laser melting commercially pure Ti under vacuum, *Vacuum* 95, (2013) 25–29
- [ZHANG, 2016-a] H. Zhang, H. Zhu, X. Nie, T. Qi, Z. Hu, X. Zeng, Fabrication and heat treatment of high strength Al-Cu-Mg alloy processed using selective laser melting, *Proc. Of SPIE* (2016) doi: 10.1117/12.2211362
- [ZHANG, 2016-b] H. Zhang, H. Zhu, T. Qi, Z. Hu, X. Zeng, Selective laser melting of high strength Al-Cu-Mg alloy: Processing, microstructure and mechanical properties, *Materials Science & Engineering A* 656 (2016) 47-54
- [ZHANG, 2017] H. Zhang, H. Zhu, X Nie, J Yin, Z Hu, X Zeng, Effect of Zirconium addition on crack, microstructure and mechanical behaviour of selective laser melted Al-Cu-Mg alloy, *Scripta Materialia* 134 (2017) 6-10
- [ZHENG, 2015] L. Zheng, Y. Liu, S. Sun, H. Zhang, Selective laser melting of Al-8,5Fe-1,3V-1,7Si alloy: investigation on the resultant microstructure and hardness, *Chinese journal of aeronautics* (2015) 564-569.

Annexes

Annexe 1 : Correspondances bibliographiques [YAP, 2015]

| | |
|--------------------------|----------------------------|
| 19 : [BOURELL, 2011] | 81 : [KEMPEN, 2011-b] |
| 30 : [TOLOSA, 2010] | 82 : [DELGADO, 2012] |
| 62 : [MILOVANOVIC, 2009] | 94 : [VANDENBROUCKE, 2007] |
| 65 : [SONG, 2014] | 97 : [CHLEBUS, 2011] |
| 66 : [ROMBOUTS, 2006] | 115 : [GU, 2012] |
| 67 : [SONG, 2012] | 116 : [ZHANG, 2013] |
| 68 : [ROLINK, 2014] | 117 : [ZHANG, 2011] |
| 69 : [SUSTARSIC, 2009] | 119 : [BARBAS, 2012] |
| 70 : [WANG, 2009] | 125 : [WANG, 2011-a] |
| 71 : [ABD-ELGHANY, 2012] | 128 : [VILARO, 2012] |
| 72 : [YASA, 2011] | 129 : [RICKENBACHER, 2013] |
| 73 : [WRIGHT, 2006] | 130 : [OSAKADA, 2006] |
| 74 : [LIU, 2013] | 132 : [DAS, 1997] |
| 75 : [CASAVOLA, 2009] | 133 : [DAS, 1998-a] |
| 76 : [TAHA, 2012] | 134 : [DAS, 1998-b] |
| 78 : [GUAN, 2013] | 135 : [SANZ, 2013] |
| 79 : [RAFI, 2013] | 136 : [WANG, 2011-b] |
| 80 : [SPIERING, 2013] | 137 : [YADROITSEV, 2010] |

Annexe 2 : Correspondances bibliographiques [GALY, 2018]

| | |
|---------------------------|--------------------------|
| 6 : [LI, 2016-b] | 46 : [LI, 2016-a] |
| 7 : [PRASHANTH, 2014] | 47 : [OLAKANMI, 2013] |
| 8 : [LI, 2016-c] | 48 : [MANFREDI, 2013-a] |
| 11 : [BUCHBINDER, 2015-a] | 49 : [OLAKANMI, 2012] |
| 12 : [KIMURA, 2016] | 50 : [OLAKANMI, 2011] |
| 13 : [MANFREDI, 2013-b] | 51 : [THIJS, 2013] |
| 14 : [MA, 2014] | 52 : [SUN, 2015-b] |
| 20 : [READ, 2015] | 53 : [LI, 2014] |
| 24 : [CHOU, 2015] | 54 : [ZHANG, 2016-a] |
| 25 : [SPIERINGS, 2017-b] | 55 : [ZHANG, 2016-b] |
| 26 : [SCHMIDTKE, 2011] | 56 : [ZHANG, 2017] |
| 27 : [GEHM, 2015] | 57 : [CASATI, 2016] |
| 28 : [BUCHBINDER, 2015-b] | 58 : [KIM, 2016] |
| 29 : [BARTKOWIAK, 2011] | 59 : [MONTERRO, 2016] |
| 30 : [KARG, 2014] | 60 : [BAUER, 2016] |
| 31 : [KARG, 2017] | 61 : [KARG, 2015] |
| 32 : [DADBAKSH, 2014] | 62 : [SPIERINGS, 2017-a] |
| 33 : [ZHENG, 2015] | 63 : [JIA, 2017] |
| 34 : [SUN, 2015-a] | 64 : [AVERSA, 2017] |
| 35 : [MA, 2016] | 65 : [WANG, 2017] |
| 36 : [LOUVIS, 2011] | 66 : [PRASHANTH, 2015] |
| 37 : [VORA, 2015] | 72 : [ANWAR, 2017] |
| 38 : [ABOULKHAIR, 2016] | 77 : [SANCHEZ, 2009] |
| 39 : [TREVISAN, 2017] | 78 : [DAI, 2017] |
| 40 : [BUCHBINDER, 2014] | |
| 41 : [KEMPEN, 2012] | |
| 42 : [ABOULKHAIR, 2015] | |
| 43 : [BUCHBINDER, 2011] | |
| 44 : [WEINGARTEN, 2015] | |
| 45 : [KEMPEN, 2011-a] | |

Analysis Certificate

Powder Material

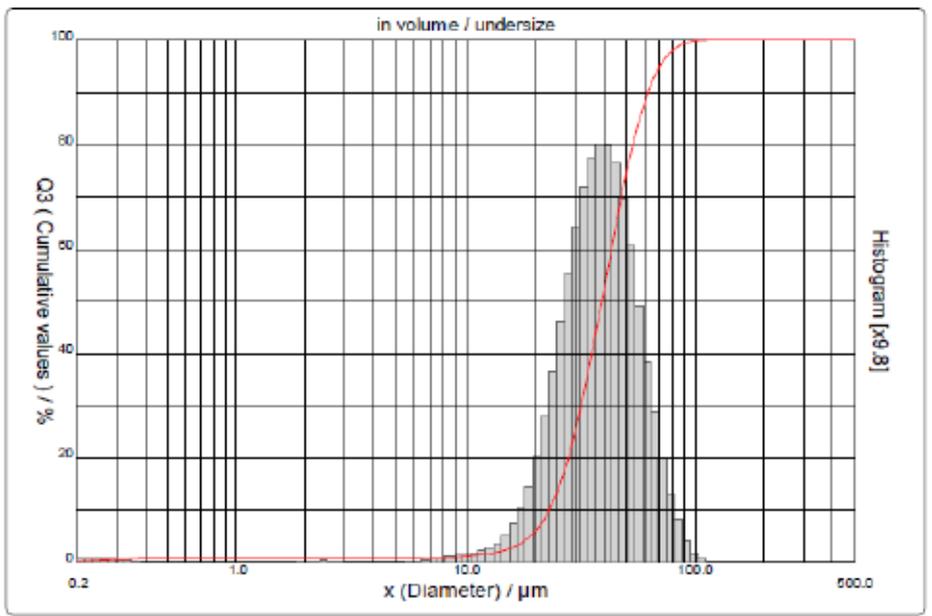


Particle Size distribution^[5]

| | |
|-----------------------------------|------------------------------|
| Sample ref. : 2016000975_3 | Ultrasounds : 60 s |
| Material : AISi7Mg0,6 | Obscuration : 18 % |
| Lieferant : 1 | Diameter at 10% : 22.94 µm |
| Comments : | Diameter at 50% : 39.12 µm |
| Liquid : Isopropanol | Diameter at 90% : 62.29 µm |
| Dispersing agent : None | Mean diameter : 41.08 µm |
| Operator : TW | Fraunhofer |
| Company : SLM Solutions | Density/Factor : ----- |
| Location : Lübeck | Specific surface : ----- |
| Date : 30.11.2016 Time : 11:59:05 | Automatic dilution : No / No |
| Index meas. : 1748 | Meas./Rins. : 30s/60s/3 |
| Database name : CilasDB1 | SOP name : 990L 5.00 Grob |

| Customer defined classes | | in volume / undersize | | | | | | | | | |
|--------------------------|-------|-----------------------|-------|-------|-------|--------|--------|--------|--------|--------|--|
| x | 0.20 | 0.50 | 1.00 | 2.00 | 3.20 | 4.00 | 5.00 | 6.00 | 8.00 | 10.00 | |
| Q3 | 0.35 | 0.75 | 0.75 | 0.75 | 0.81 | 0.81 | 0.81 | 0.81 | 0.92 | 1.22 | |
| x | 15.00 | 20.00 | 32.00 | 45.00 | 63.00 | 112.0 | 224.0 | 315.0 | 400.0 | 500.0 | |
| Q3 | 2.45 | 5.86 | 30.46 | 64.43 | 90.67 | 100.00 | 100.00 | 100.00 | 100.00 | 100.00 | |

x : diameter / µm Q3 : cumulative value / % q3 : density distribution



SLM Solutions GmbH, Printed in Germany. We reserve the right to change technical specifications without prior notice. Änderungen und Irrtümer vorbehalten.

SLM Solutions GmbH
Roggenhorster Straße 6c
D-23556 Lübeck
Germany

Telephone: +49(0)451 16082-0
Fax: +49(0)451 16082-250
E-Mail: info@slm-solutions.com
Internet: www.slm-solutions.com

Commerzbank AG (BLZ 230 400 22) 33 397 900
Deutsche Bank AG (BLZ 230 707 10) 0 359 000
Dresdner Bank AG (BLZ 230 800 40) 3 506 666
VAT-ID: DE 814 772 548

Analysis Certificate

Powder Material



Storage recommendations

- Storage in sealed container
- Store dry
- Use hygroscopic device
- Protect against variations in temperature
- Use antistatic containers
- Use gastight containers

Process recommendations

- Use Nitrogen as shielding gas with aluminum alloys for the SLM process

Lübeck, 30.11.2016

i.A. Signature

- [1] Measuring device: HYTE-LOG 4800Bd
- [2] Measuring device: SLM Hall-Flow-Meter 106-PM-SLM-QM
- [3] Regarding to powder material
- [4] optical determination by light microscopy
- [5] Grain size - Cilas 990 L

SLM Solutions GmbH
Roggenhorster Straße 9c
D-23556 Lübeck
Germany

Telephone: +49(0)451 16082-0
Fax: +49(0)451 16082-250
E-Mail: info@slm-solutions.com
Internet: www.slm-solutions.com

Commerzbank AG (BLZ 230 400 22) 10 397 900
Deutsche Bank AG (BLZ 230 707 10) 0 259 000
Dresdner Bank AG (BLZ 230 800 40) 3 506 666
VAT-ID: DE 814 772 548

Étude des interactions matériau/procédé en vue d'une optimisation des conditions opératoires du procédé de fabrication additive SLM sur des alliages d'aluminium pour des applications aéronautiques.

La fusion laser sélective d'un lit de poudres (Selective Laser Melting – SLM) connaît un véritable essor depuis quelques années, notamment en ce qui concerne la production de pièces métalliques. La faible densité des alliages d'aluminium, conjuguée à l'optimisation de conception rendue possible grâce aux procédés de fabrication additive, assure un gain de masse des structures conséquent, ce qui intéresse fortement les industriels des domaines automobile et aéronautique. Cependant, les propriétés finales des pièces aluminium fabriquées par SLM dépendent des nombreux défauts sont générés lors de la fabrication (porosités, fissuration à chaud, état de surface, ...). Cette thèse s'intéresse aux moyens de mieux maîtriser ces problèmes en explorant trois axes :

- Une identification et sélection des méthodes de caractérisations adaptées aux spécificités des matériaux métalliques élaborés par les procédés de fabrication additive « lit de poudre » a été mise en place. Par exemple, la comparaison de différentes méthodes de détermination de la densité relative de pièces nous a permis de montrer les avantages et inconvénients de chacune des techniques employées ;
- Une étude du moyen de fabrication SLM a mis en évidence l'influence de différents facteurs (flux de gaz, position des éprouvettes sur le plateau de construction, méthodes de dépôt de la poudre) sur les propriétés finales des pièces produites. Ces éléments ont un impact sur la densité des pièces, leurs propriétés de surface et leurs propriétés mécaniques. Nous avons ainsi constaté que la façon de positionner une pièce sur le plateau est une étape de la préparation d'une fabrication à ne pas négliger ;
- Les études paramétriques menées sur deux types d'alliages d'aluminium, AlSi7Mg0,6 et AM205, ont montré que la composition chimique de l'alliage d'aluminium employé influence de façon non négligeable le jeu de paramètres opératoires à appliquer pour fabriquer une pièce de manière optimale. La densité d'énergie volumique ψ , rapport de la puissance laser avec le produit de la vitesse de lasage, de la distance inter-cordons et de l'épaisseur de couche, est utilisée de façon classique pour l'optimisation des conditions opératoires en SLM. Nos études expérimentales à différentes échelles (1D et 3D) ont permis de mettre en évidence les limites de ce critère. La combinaison de ces résultats à la simulation numérique du lasage d'un cordon de poudre a servi de base à la définition d'un premier modèle dont l'objectif sera à terme d'optimiser le choix des paramètres de fabrication.

Mots clés: Fabrication additive – Fusion laser sélective (SLM) – Alliages d'aluminium

Study of the material / process interaction in order to optimize the operating conditions of the SLM additive manufacturing process applied to aluminum alloys.

Interest in selective laser melting (SLM) has been growing in recent years, particularly with regard to the production of metal parts. The low density of aluminum alloys, combined with the possible design optimization enabled by additive manufacturing processes, ensures a significant decrease in the mass of structures which is very interesting for manufacturers in the automotive and aerospace industries. However, it is difficult to control the final properties of aluminum parts manufactured by SLM because many defects, such as porosity, hot cracking, and surface roughness, are generated during the process. To better understand how to optimize the performance of SLM aluminium parts, several studies were conducted during this work:

- An identification and selection of characterization methods well-adapted to the specificities of metallic materials developed by powder bed additive manufacturing processes was established. For instance, the comparison of different methods of determining the relative density of parts showed the advantages and disadvantages of each of the techniques;
- A study of the SLM machine highlighted the influence of various factors (gas flow, positions of specimens on the construction plate, or methods of depositing the powder) on the final properties of the produced parts. These elements have an impact on the density of the parts, their surface properties, and their mechanical properties. We found that the positioning of a piece on the tray is a critical step in the preparation of a build that is not to be neglected;
- Parametric studies carried out on two types of aluminum alloys—AlSi7Mg0,6 and AM205—have shown that the chemical composition of the aluminum alloy used has a significant influence on the set of operating parameters required to manufacture an acceptable aluminum alloy part. The energy density, ψ , which is the ratio of the laser power to the product of the lasing speed, the hatching distance, and the layer thickness, is conventionally used for the optimization of the operating conditions in SLM. Our experimental studies performed at different scales (1D and 3D) have shown the limits of this criterion. The combination of these results with the numerical simulation of the lasing of a single powder bead served as a basis for the definition of an initial model, the final objective of which will be to optimize the choice of manufacturing parameters.

Keywords: Additive manufacturing – Selective Laser Melting (SLM) - Aluminum Alloys

Institut de Mécanique et d'Ingénierie - Bordeaux
UMR 5295, site IUT de Bordeaux, 15 rue Naudet 33175 Gradignan