



HAL
open science

Modélisation numérique du frittage laser des polymères en poudre

Aoulaiche Mokrane

► **To cite this version:**

Aoulaiche Mokrane. Modélisation numérique du frittage laser des polymères en poudre. Mécanique des fluides [physics.class-ph]. Université de Lyon, 2019. Français. NNT : 2019LYSEI062 . tel-03173067

HAL Id: tel-03173067

<https://theses.hal.science/tel-03173067v1>

Submitted on 18 Mar 2021

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.



N°d'ordre NNT : 2019LYSEI062

THESE de DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE LYON
opérée au sein de
I'INSA LYON

Ecole Doctorale ED162
(Mécanique, Energétique, Génie Civil, Acoustique)

Spécialité/ discipline de doctorat : Mécanique des Fluides

Soutenue le 06/09/2019, par :
Aoulaiche MOKRANE

**Modélisation numérique du frittage
laser des polymères en poudre**

Devant le jury composé de :

SCHMIDT, Fabrice / Professeur / Ecole des Mines d'Albi-Carmaux
BILLON, Noëlle / Professeur / Ecole des Mines de Paris
BERGHEAU, Jean-Michel / Professeur Ecole Nationale d'Ingénieurs de Saint-Etienne
REGNIER, Gilles / Professeur des Universités / Art et métiers Paris Tech
BOUTAOUS, M'hamed / Maître de conférences HDR / INSA Lyon
XIN, Shihe / Professeur des Universités / INSA Lyon
BARRES, Claire / Maître de conférences HDR / INSA Lyon

Rapporteur
Rapporteur
Examineur
Examineur
Directeur de thèse
Co-directeur de thèse
Invitée

Département FEDORA – INSA Lyon - Ecoles Doctorales – Quinquennal 2016-2020

SIGLE	ECOLE DOCTORALE	NOM ET COORDONNEES DU RESPONSABLE
CHIMIE	<p><u>CHIMIE DE LYON</u> http://www.edchimie-lyon.fr Sec. : Renée EL MELHEM Bât. Blaise PASCAL, 3e étage secretariat@edchimie-lyon.fr INSA : R. GOURDON</p>	<p>M. Stéphane DANIELE Institut de recherches sur la catalyse et l'environnement de Lyon IRCELYON-UMR 5256 Équipe CDFA 2 Avenue Albert EINSTEIN 69 626 Villeurbanne CEDEX directeur@edchimie-lyon.fr</p>
E.E.A.	<p><u>ÉLECTRONIQUE, ÉLECTROTECHNIQUE, AUTOMATIQUE</u> http://edeea.ec-lyon.fr Sec. : M.C. HAVGOUDOUKIAN ecole-doctorale.eea@ec-lyon.fr</p>	<p>M. Gérard SCORLETTI École Centrale de Lyon 36 Avenue Guy DE COLLONGUE 69 134 Écully Tél : 04.72.18.60.97 Fax 04.78.43.37.17 gerard.scorletti@ec-lyon.fr</p>
E2M2	<p><u>ÉVOLUTION, ÉCOSYSTÈME, MICROBIOLOGIE, MODÉLISATION</u> http://e2m2.universite-lyon.fr Sec. : Sylvie ROBERJOT Bât. Atrium, UCB Lyon 1 Tél : 04.72.44.83.62 INSA : H. CHARLES secretariat.e2m2@univ-lyon1.fr</p>	<p>M. Philippe NORMAND UMR 5557 Lab. d'Ecologie Microbienne Université Claude Bernard Lyon 1 Bâtiment Mendel 43, boulevard du 11 Novembre 1918 69 622 Villeurbanne CEDEX philippe.normand@univ-lyon1.fr</p>
EDISS	<p><u>INTERDISCIPLINAIRE SCIENCES-SANTÉ</u> http://www.ediss-lyon.fr Sec. : Sylvie ROBERJOT Bât. Atrium, UCB Lyon 1 Tél : 04.72.44.83.62 INSA : M. LAGARDE secretariat.ediss@univ-lyon1.fr</p>	<p>Mme Emmanuelle CANET-SOULAS INSERM U1060, CarMeN lab, Univ. Lyon 1 Bâtiment IMBL 11 Avenue Jean CAPELLE INSA de Lyon 69 621 Villeurbanne Tél : 04.72.68.49.09 Fax : 04.72.68.49.16 emmanuelle.canet@univ-lyon1.fr</p>
INFOMATHS	<p><u>INFORMATIQUE ET MATHÉMATIQUES</u> http://edinfomaths.universite-lyon.fr Sec. : Renée EL MELHEM Bât. Blaise PASCAL, 3e étage Tél : 04.72.43.80.46 infomaths@univ-lyon1.fr</p>	<p>M. Luca ZAMBONI Bât. Braconnier 43 Boulevard du 11 novembre 1918 69 622 Villeurbanne CEDEX Tél : 04.26.23.45.52 zamboni@maths.univ-lyon1.fr</p>
Matériaux	<p><u>MATÉRIAUX DE LYON</u> http://ed34.universite-lyon.fr Sec. : Stéphanie CAUVIN Tél : 04.72.43.71.70 Bât. Direction ed.materiaux@insa-lyon.fr</p>	<p>M. Jean-Yves BUFFIÈRE INSA de Lyon MATEIS - Bât. Saint-Exupéry 7 Avenue Jean CAPELLE 69 621 Villeurbanne CEDEX Tél : 04.72.43.71.70 Fax : 04.72.43.85.28 jean-yves.buffiere@insa-lyon.fr</p>
MEGA	<p><u>MÉCANIQUE, ÉNERGÉTIQUE, GÉNIE CIVIL, ACOUSTIQUE</u> http://edmega.universite-lyon.fr Sec. : Stéphanie CAUVIN Tél : 04.72.43.71.70 Bât. Direction mega@insa-lyon.fr</p>	<p>M. Jocelyn BONJOUR INSA de Lyon Laboratoire CETHIL Bâtiment Sadi-Carnot 9, rue de la Physique 69 621 Villeurbanne CEDEX jocelyn.bonjour@insa-lyon.fr</p>
ScSo	<p><u>ScSo*</u> http://ed483.univ-lyon2.fr Sec. : Véronique GUICHARD INSA : J.Y. TOUSSAINT Tél : 04.78.69.72.76 veronique.cervantes@univ-lyon2.fr</p>	<p>M. Christian MONTES Université Lyon 2 86 Rue Pasteur 69 365 Lyon CEDEX 07 christian.montes@univ-lyon2.fr</p>

Résumé

Le frittage laser (SLS) est l'un des procédés de la fabrication additive utilisant le laser comme source d'énergie pour fusionner et agglomérer des poudres de matériaux et réaliser des pièces en polymère. Bien que cette technique a suscité beaucoup l'intérêt des industriels et des académiques, il reste encore de nombreux phénomènes physiques nécessitant des investigations et analyses pour mieux les comprendre, les décrire correctement par des modèles mathématiques et de proposer des améliorations du procédé.

Ce travail de thèse est dédié à la modélisation et la simulation du procédé SLS pour explorer certaines des relations matériau-procédé-propriétés finales pour le frittage des polymères semi-cristallins. Une approche de modélisation macroscopique basée sur l'hypothèse du milieu homogène équivalent est proposée. Un modèle multiphysique 3D transitoire a été développé en utilisant la méthode des volumes finis. L'interaction laser-poudre est considérée par le biais d'un terme source de volume, le transfert de chaleur et le changement de phase à partir de l'état poudre solide présentant un taux d'air initial vers l'état fondu et de nouveau vers l'état solide tout en prenant en compte les différentes cinétiques de fusion, de densification, de cristallisation et l'évolution des propriétés du matériau dans l'environnement thermique du procédé. En outre, la nature transitoire du procédé et l'évolution dynamique de la géométrie du système avec l'ajout des couches de poudre sont pris en compte dans le modèle.

Le modèle est validé dans un premier temps numériquement puis par rapport à des mesures de la littérature. Ensuite, dans le cadre du projet ANR, le matériau concerné est le PA6 Sinterline, dont les propriétés caractérisées par notre partenaire du projet (IMP) ont été utilisées dans les modèles. L'effet des paramètres machine : puissance laser, vitesse de scanne, température de préchauffage de la poudre, température du bac de fabrication et l'épaisseur des couches de poudre sur la densification et la cristallisation du matériau fritté on été analysés. L'effet des caractéristiques rhéologiques et de la taille des particules sur la qualité de consolidation du polymère fritté est également investigué. Les résultats montrent le potentiel du modèle proposé pour la simulation et l'optimisation du procédé SLS.

Ce travail se termine par les futures extensions sur lesquels les travaux de recherche doivent s'orienter afin d'améliorer la compréhension et la maîtrise du procédé.

Mots clés : frittage laser, SLS, simulation, transfert de chaleur, changement de phase, fusion, cristallisation, coalescence, densification

Abstract

Laser sintering (SLS) is one of the additive manufacturing processes using the laser as energy source to fuse and agglomerate powdered polymer materials. Although this technique has attracted so much interest from industry and academics, there is still a lack of understanding of many physical phenomena to describe them correctly by mathematical models to propose process improvements.

This thesis is dedicated to modeling and simulation of the SLS process to explore some of the material-process-final properties relationships for sintering semi-crystalline polymers. A macroscopic modeling approach based on the hypothesis of homogeneous equivalent medium is proposed. A transient 3D multiphysical model was developed using the finite volume method. It considers the laser-powder interaction through a volume source term, heat transfer and phase change from the solid powder state with an initial air ratio to the melted state and again to the solid state while taking into account the different kinetics of melting, densification, crystallization and the evolution of the material properties in the thermal environment of the process. In addition, the transient nature of the process and the dynamic evolution of the geometry of the system with the addition of powder layers are taken into account in the model.

The model is first validated numerically and then compared to measurements from the literature. Then, as part of the ANR project, the material concerned is PA6 Sinterline, its properties characterized by our project partner (IMP) were used in the models. The effect of the process parameters : laser power, scanning speed, preheating temperature of the powder, temperature of the bulging base and the thickness of the powder layers on the densification and crystallization of the sintered material were analyzed. The effect of rheological characteristics and particle size on the consolidation quality of the sintered polymer is also investigated. The results show the potential of the proposed model for simulation and optimization of the SLS process.

This work ends with the future extensions on which researchs must focus in order to improve the understanding and control of the process.

Keywords : laser sintering, SLS, simulation, phase change, heat transfer, fusion, crystallization, coalescence, densification

Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au laboratoire CETHIL (Centre de Thermique de Lyon) dans le cadre du projet 3DSLS financé par l'Agence Nationale de la Recherche (ANR). Ce projet a été coordonné par BARRES Claire du laboratoire IMP. Mes remerciements vont aux différents partenaires du projet.

Je remercie tout d'abord **M'hamed BOUTAOUS**, mon directeur de thèse, pour la confiance et le soutien qui m'a toujours accordé, ainsi que ses conseils et sa disponibilité. Mes remerciements vont également à **Shihe XIN**, mon co-directeur de thèse. Merci pour avoir su me conseiller, m'orienter, m'aider, et me soutenir.

Je remercie chaleureusement **Fabrice SCHMIDT** et **Noëlle BILLON** qu'ils ont manifesté à l'égard de mon travail en me faisant l'honneur de lire en détail ce manuscrit et d'en être les rapporteurs. Je remercie également **Jean-Michel BERGHEAU** d'avoir participé au jury de cette thèse en tant qu'examinateur, et **Gilles REGNIER** qui a accepté d'évaluer mon travail et contribué à ma thèse en m'offrant un financement pour finir la rédaction dans de bonnes conditions.

Je remercie plus particulièrement mon collègue de bureau **Fouad, Nabil, Nadjiba, Abdou, Moustapha, Mathieu, Christophe, Pouya, ...** de m'avoir supporté durant ce parcours d'un peu plus que 3 ans. Je garderai un excellent souvenir des nombreuses discussions plus ou moins scientifiques mais toujours enrichissantes.

J'adresse mes remerciements aussi à tous les doctorants/Postdoc/ingénieurs/Stagiaires du laboratoire et les permanents (**Abdelkirm Trabelsi, Ronnie, Amara, Hayat LAKHDAR, . . .**) que j'ai eu plaisir à côtoyer et pour les moments partagés ensemble. Je remercie également **Meriem Dahmani, Florence Canale et toute l'équipe du secrétariat**, pour leur disponibilité et efficacité (et surtout je fait toujours tout à la dernière minute).

Un grand merci à mes oncles de France (**Mohend, Farid, Camelia**) et à tous mes amis en France et en Algérie.

Je remercie infiniment **ma chère maman**, mes frères (**Areski, Aziz, Hamid**) pour leur amour et soutien inconditionnel.

À la mémoire de mon père, je dédie ce travail à mon père, décédé trop tôt, qui m'a toujours poussé et motivé dans mes études.

Table des matières

Résumé	v
Abstract	vii
Introduction générale	1
1 État de l’art de la fabrication additive	5
1.1 La Fabrication Additive : historique et évolutions	5
1.2 Fabrication additive aujourd’hui	6
1.3 Applications de la fabrication additive	7
1.4 Technologies de la fabrication additive	8
1.5 Avantages de la FA par rapport aux procédés conventionnels	10
1.6 Voies de développement de la FA	11
1.7 Le procédé SLS	14
1.8 Propriétés matériau requises pour le procédé SLS	18
1.9 Développements numériques et expérimentaux autour du procédé SLS .	22
1.10 Conclusion partielle	26
2 Phénomènes physiques et modèles associés	27
2.1 Interaction laser/matière	27
2.1.1 Transfert radiatif dans les milieux granulaires	28
2.1.2 Transfert radiatif dans le procédé SLS	31
2.1.3 Formulation du problème de fusion	36
2.2 Frittage et densification	41
2.2.1 Étapes de densification	43
2.2.2 Paramètres influant sur le frittage des poudres	44
2.2.3 Approches de frittage visqueux et viscoélastique	46
2.2.4 Densification dans le procédé SLS	55
2.3 Solidification et Cristallisation	56
2.3.1 Théories de la cristallisation	57
2.3.2 Cinétique globale de cristallisation	57
2.3.3 Cristallisation dans le procédé SLS	60
2.4 Conclusion partielle	60

3	Couplage multiphysique et traitement numérique du problème	63
3.1	Problème à modéliser	63
3.2	Modèle global et hypothèses de la démarche	64
3.3	Modèle de transfert thermique	65
3.4	Modèle d'interaction laser-matière	65
3.5	Modèles d'évolution du milieu équivalent	66
3.5.1	Polymère à l'état poudre	66
3.5.2	Polymère en état de fusion	67
3.5.2.1	Modélisation de la fusion	67
3.5.2.2	Modélisation de l'évolution de la porosité du système	68
3.5.2.3	Propriétés équivalentes dues à la fusion	69
3.5.3	Polymère en état de cristallisation	71
3.5.3.1	Modèle de cinétique de cristallisation	71
3.5.3.2	Propriétés équivalentes dues à la cristallisation	71
3.6	Conditions aux limites	72
3.7	Méthodes numériques	72
3.7.1	Discrétisation temporelle de l'équation de l'énergie	72
3.7.2	Discrétisation en espace	73
3.7.3	Intégration temporelle des sous-modèles	74
3.7.4	Traitement de changement de phase	75
3.7.5	Retrait volumique du lit fondu	77
3.7.6	Ajout des couches supplémentaires	78
3.7.7	Évolution de la géométrie : Blocked-off method	79
3.7.8	Résolution par la méthode ADI	80
3.8	Validations numériques	82
3.8.1	Étude de convergence temporelle	84
3.8.2	Étude de convergence spatiale	86
3.9	Validations expérimentales	87
3.9.1	Conditions des simulations et données matériaux	87
3.9.2	Distribution de la température	89
3.9.3	Dimensions de la région fondue	90
3.9.4	Analyse de processus de densification	93
3.9.5	Densification avec une distribution de tailles	96
3.10	Conclusion partielle	98
4	Analyse paramétrique dans les conditions SLS	101
4.1	Définition des conditions opérationnelles	101
4.1.1	Domaine de calcul	101
4.1.2	Conditions aux limites	102
4.1.3	Caractéristiques du matériau	103
4.2	Analyse paramétrique sur un lit de poudre	107
4.3	Analyse de l'étalement d'une couche de poudre	109
4.3.1	Cinétique thermique après l'irradiation laser	110
4.3.2	Effet thermique de l'ajout d'une nouvelle couche	111

4.3.3	Étude paramétrique de l'étalement d'une couche de poudre . . .	112
4.4	Étude paramétrique sur plusieurs couches	116
4.4.1	Analyse globale des différentes évolutions pour plusieurs couches	117
4.4.2	Étude en fonction de la température de la poudre	121
4.4.3	Étude en fonction de la température du bac	124
4.4.4	Étude en fonction de l'énergie déposée	126
4.4.5	Étude en fonction de l'épaisseur des couches	127
4.4.6	Étude en fonction du temps d'attente entre couches	128
4.5	Étude de sensibilité aux paramètres matériaux	129
4.5.1	Influence de la viscosité du polymère	130
4.5.2	Influence de la granulométrie de la poudre	131
4.6	Conclusion partielle	132
	Conclusions & perspectives	135
	Bibliographie	139

Introduction générale

Introduction générale

La fabrication additive (AM), également appelée par le grand public l'impression 3D, est un ensemble d'opérations de fabrication couche par couche permettant de produire des objets 3D directement à partir d'un modèle numérique (CAO). Les procédés additifs permettent de réduire considérablement le "time to market" grâce à l'absence d'outillage et à une grande flexibilité durant la conception.

Parmi les technologies de fabrication additive, le frittage laser sélectif des poudres polymère (SLS) constitue la technique la plus prometteuse pour une production industrielle, voire même pouvant remplacer les techniques de fabrication traditionnelles. Ces dernières années, la technologie de la fusion sélective par laser (SLS) est considérablement améliorée au point qu'elle est en train de passer d'une technologie de prototypage rapide à une technologie de production viable pour des pièces de petites séries de formes complexes. De nombreuses machines existent déjà et permettent de fabriquer des composants polymères, soit amorphes ou bien semi-cristallins. Bien que le procédé SLS trouve actuellement de nombreuses applications industrielles, des réticences existent toutefois à son égard. Le manque de compréhension de procédé en raison de sa complexité a empêché de nombreux secteurs de l'adopter rapidement pour la production de pièces fonctionnelles. Les raisons principales sont la fiabilité réduite des pièces frittées et le manque de répétabilité de la qualité désirée.

En fait, pour le moment, cette technologie s'appuie fortement sur un savoir faire et des corrélations empiriques obtenues à partir d'expériences. Les processus physiques impliqués au cours de l'interaction laser-couche de poudre ne sont pas bien décrits. Il existe donc un réel besoin de compréhension des phénomènes intervenant lors du procédé, afin de pouvoir améliorer voire optimiser la qualité des pièces produites, notamment leur comportement mécanique. Il est admis que la capacité de la simulation numérique constitue une solution performante pour comprendre la complexité des phénomènes physiques impliqués (tels que l'absorption du rayonnement laser, le transfert de chaleur à l'intérieur de la poudre, la fusion, la coalescence, la densification et la cristallisation) et un contrôle accru du procédé. Un modèle numérique multiphysique, combinant l'ensemble de la physique mise en jeu dans le procédé SLS, est fortement attendue, tant par l'industrie que par les chercheurs académiques.

A ce jour, la majorité des travaux de recherche sur la modélisation et simulation des procédés de fabrication additive (SLS, SLM, SLW ou bien DMS) dont la plupart portent sur des poudres métalliques, utilisent la solution des logiciels commerciaux (COMSOL, ANSYS APDL, ABAQUS) qui ne sont pas vraiment dédiés au procédé. Cela reflète à la fois un manque de ressources logiciels dédiés, ainsi qu'une approche pragmatique en considérant que les outils commerciaux sont les plus répandus pour une adoption industrielle ultérieure. En outre, le coût de ces logiciels limite la recherche et ne fait pas profiter aux chercheurs des ressources informatiques disponibles aujourd'hui.

Partant de ce constat, le projet 3D-SLS porte sur la simulation numérique 3D du procédé de fusion laser de poudres polymères semi-cristallines pour la prédiction des propriétés microstructurales et des déformées des pièces. L'objectif du projet est de lever certains verrous scientifiques et technologiques pour permettre d'élargir le champ d'application du procédé SLS afin de produire des pièces fonctionnelles dans divers secteurs industriels.

Projet 3D-SLS

Le projet 3D-SLS est financé par l'Agence Nationale de la Recherche (ANR) et regroupe trois laboratoires universitaires (CETHIL Institut National des Sciences Appliquées - Centre d'énergétique et de thermique de Lyon, IMP Institut National des Sciences Appliquées de Lyon - Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux Polymères et ENSAM-PIMM Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers - Laboratoire de Procédés et Ingénierie en Mécanique et Matériaux), un fabricant de matériaux polymères (SOLVAY Rhodia Opérations) et un spécialiste en fabrication des pièces par la technique de frittage laser (Polyshape).

Le travail est centré sur la modélisation et la simulation numérique de l'ensemble du procédé afin de prédire certaines caractéristiques finales des pièces, telles que la cristallinité, la porosité ainsi que les contraintes et déformations mécaniques d'origine thermique. Ces objectifs sont de véritables défis car ce procédé n'est pas encore bien compris et il n'existe aucun code de simulation à ce jour répondant à ce besoin. En outre, cette simulation doit être menée en 3D et prendre en compte tous les couplages multiphysiques qui permettent d'inclure l'histoire thermique du matériau et la thermodépendance de ses propriétés au cours de la modélisation de ses transformations (fusion, coalescence, densification, cristallisation).

Les paramètres physiques, les équations cinétiques et constitutives nécessaires à l'alimentation du code de calcul pour décrire le comportement du matériau seront déterminés expérimentalement, au moyen de techniques de caractérisation courantes mais aussi d'expériences modèles à différentes échelles (de l'échelle macromoléculaire à celle de l'objet). Par exemple, l'interaction laser/polymère devra être caractérisée en fonction de l'épaisseur et de la densité de la poudre, et la diffusion de gaz dans le fondu devra être modélisée.

Le matériau choisi pour l'étude est le PA6 que SOLVAY synthétisera sous forme de poudres aux caractéristiques adaptées à la nature du procédé (morphologie, distribution de taille des particules et masse molaire). En faisant varier ces paramètres-clés, on

comprendra mieux leur influence sur les propriétés finales des pièces et on évaluera la robustesse de la simulation. Ce projet permettra d'optimiser les caractéristiques du PA6 pour le SLS, offrant ainsi à d'éventuels nouveaux utilisateurs l'accès à une matière plus technique.

Les résultats des simulations seront validés par confrontation à des données expérimentales. D'une part des essais d'instrumentation par caméra thermique en cours de fabrication sur la machine SLS permettront de réaliser un suivi de l'histoire thermique. D'autre part, des pièces fabriquées dans différentes conditions (puissance et vitesse de balayage du laser, espacement de hachurage) seront caractérisées en termes de microstructure cristalline, de porosité et de déformation pour comparaison avec les prédictions du calcul.

Les relations entre caractéristiques du matériau, conditions de procédé et propriétés des pièces seront analysées grâce à l'apport de la simulation numérique.

Objectifs de la thèse

Le travail de cette thèse porte sur la modélisation et la simulation à l'échelle macroscopique du procédé SLS appliqué aux polymères semi-cristallins. L'objectif est de proposer une modélisation multi-physique simulant le procédé entier en prenant en compte les phénomènes physiques les plus pertinents. Un modèle thermique en trois dimensions basé sur la formulation enthalpique sera développé. Sous l'hypothèse du milieu équivalent homogène, le modèle multi-physique globale tiendra compte du transfert conductif dans le matériau polymère, du transfert radiatif du à la source laser, et de l'ensemble des phénomènes multi-physiques thermiquement induits dans l'environnement du procédé.

L'énergie déposée par la source laser dans le lit de poudre sera considérée comme une source de chaleur volumique qui va dépendre de la nature du polymère et de l'état granulaire du lit de poudre. Durant cette étape de chauffage, le comportement du polymère durant le changement de phase solide-liquide aura une influence sur le transfert thermique dans le matériau, et nécessitera une description précise. De plus, le taux d'air présent dans le lit de poudre à chaque instant sera obtenu par un modèle de coalescence et un modèle de dissolution des bulles d'air pour la phase finale de densification. Enfin, au cours du refroidissement du polymère fondu, un modèle de cinétique globale de cristallisation pour un scénario thermique quelconque sera mis en œuvre pour le suivi du taux de cristallisation du matériau. Une attention particulière sera accordée aux différents choix de modèles, de méthodes numériques de résolution et de précision.

Le modèle sera étendu à l'étude de plusieurs couches de poudre. La simulation reproduira le processus de fabrication de couche par couche en prenant en compte l'opération d'étalement de la poudre fraîche sur le polymère fondu et de l'évolution dans le temps de la géométrie de la pièce en cours de fabrication.

Un code basé sur la méthode des volumes finis sera développé en interne sous FORTRAN pour la résolution numérique des équations mathématiques. L'implémentation numérique du modèle développé est confirmée, dans un premier temps, par une valida-

tion mathématique, ensuite les résultats des simulations sont confrontés aux données expérimentales provenant de la littérature.

Les prédictions des simulations permettront une analyse des différents paramètres que ce soit du procédé ou du matériau intervenant durant le procédé SLS, et aideront à la qualification et l'amélioration des propriétés des pièces produites.

État de l'art de la fabrication additive

1.1 La Fabrication Additive : historique et évolutions

D'un point de vue historique, les premières apparitions de la fabrication additive remontent au 19^{ème} siècle, et trouve leurs origines dans la topographie et la sculpture photographique, qui partagent au sens large le principe d'empilement successif des coupes de l'objet à reproduire [1]. Ces idées sont ensuite développées au début du 20^{ème} siècle. En 1951, Otto Munz a breveté la première technologie additive d'enregistrement de glyphes photographiques. Cette technique consiste à l'exposition sélective d'une émulsion photographique à un ensemble de coupes transversales successives de l'objet à reproduire, d'une façon similaire à ce qu'est connu aujourd'hui par la stéréolithographie (SLA) [2].

La fabrication additive moderne telle qu'on la connaît aujourd'hui, n'est devenue possible qu'après le développement des technologies informatiques et électronique connexes, telle que la conception assistée par ordinateur (CAO), le contrôle numérique par ordinateur (CNC), et surtout la montée en puissance des ordinateurs qui ont permis de nouvelles perspectives aux procédés de la FA et encourager la réflexion autour de ces technologies [3].

En 1984, Chales Hull dépose son brevet d'invention de la stéréolithographie bien connu sous le nom de SLA. Le procédé consiste à durcir sélectivement des couches de résines photosensibles par exposition à un faisceau de lumière. Cette invention est considérée comme étant la première démonstration de prototypage rapide, et l'effet déclenchant de l'ère de la commercialisation des technologies de la FA [2].

Juste après que son brevet d'invention fut accordé en 1986, C.Hull a fondé '3D systems', la première société spécialisée en fabrication additive basée sur la technologie SLA, qui commercialise pour la première fois dans l'histoire les premières machines SLS à partir de 1987. La contribution majeure de 3D systems pour l'avenir de la fabrication additive a été le développement du format de fichier STL (Standard Triangulation Language), qui décrit la géométrie de surface des objets 3D [2].

À la même période, Carl Deckard et Joseph Beaman de l'université du Texas (Austin), brevettent la technique de frittage sélectif au laser (Selective Laser Sintering) d'un lit de poudre, réputé sous le nom de SLS, et qui est l'une des techniques les plus appréciées par

la fabrication directe. Suivis par Michale Feygin pour le procédé de production d'objets à partir de la stratification de couches minces (LOM) ; S.Scott Crump qui obtient le brevet d'invention de dépôt de fil fondu (FDM) et qui fonde la société "Stratasys" en 1992, qui reste l'un des acteurs mondiaux de la fabrication additive ; et Emanuel Sachs de Massachusetts (MIT) qui a mis en place le premier procédé de Binder jetting. Cette tendance d'exploration de nouveaux procédés s'est poursuivie au courant des années 90, où en 1994, le procédé de fusion par faisceau d'électrons couramment utilisé aujourd'hui pour les matériaux métalliques, a été breveté par Ralf Larsson [2].

Au même moment, la communauté de la fabrication additive a commencé à se former et à s'agrandir. Le premier congrès sur le thème de la fabrication additive a eu lieu en 1990 aux États-Unis sous le nom de 'Solid Freeform Fabrication' (SFF), et de même la communauté européenne s'est réunie pour la première fois à Nottingham au Royaume-Uni en 1992. Au fur et à mesure de ces développements, la recherche s'est beaucoup plus intensifiée sur ces nouveaux procédés, en particulier avec l'implication des fabricants de machines de fabrication additive, avec l'amélioration de la qualité de production. A la fin des années 1990, commence l'étape d'exploration des domaines d'applications de cette nouvelle technologie, à la fois pour le prototypage et la fabrication directe [2].

La multiplication des rencontres autour de la fabrication additive entre les différents acteurs qu'ils soient académiques ou industriels, avec la participation des médias, ont grandement influencé l'impact des technologies de fabrication additive sur la société et le monde industriel. Les ventes des machines grand public ont enregistré une croissance fulgurante ; d'environ 60 vendues en 2007 à 23 000 vendues en 2011 [2].

En 2009, pour répondre au problème des normes et des standards de production qui a été soulevé dès les premières apparitions de ces nouvelles techniques de production, ASTM International (American Society for Testing and Materials) a formé le comité F42 pour lancer le processus d'élaboration de normes pour cette industrie en croissance [2]. La coïncidence de ces nouvelles orientations, ont incité l'ensemble des acteurs du milieu académique, industriels, et des gouvernements à s'organiser pour l'évaluation de l'état de l'art et l'avenir de ces technologies [2].

1.2 Fabrication additive aujourd'hui

Les technologies FA sont devenues aujourd'hui un sujet courant de développement et d'intérêts, aussi bien dans les milieux industriels que scientifiques, ceci est dû en partie à la perception selon laquelle ces technologies peuvent changer le paysage économique et industriel par la voie des délais, du coût, de machine, de procédés d'assemblages, d'approvisionnement et de la décentralisation voire même le rapatriement de certaines industries dans leurs pays d'origines [2, 4]. Malgré le manque de compréhension et de maîtrise des procédés de la FA, ainsi que son avenir incertain, ces technologies semblent être l'une des manières de fabrication les plus appréciées de l'histoire [1]. Depuis sa commercialisation il y a quelques années, l'industrie au tour des technologies de la fabrication additive a atteint près de 3 milliards de dollars en 2012 et devrait atteindre plus de 6,5 milliards de dollars en 2019 [2].

La technologie aujourd'hui est caractérisée par un certains nombre de procédés concurrents. La différence de coût est un indicateur de la qualité des pièces produites, de la vitesse de production et de la taille des pièces finales [2].

En effet, comme le montre la Fig.1.1, plus de 70% des machines professionnelles, tous procédés inclus, sont vendues par des firmes américaines, avec une relative émergence européenne ces dernières années notamment par l'Allemagne. D'où la nécessité aujourd'hui en Europe, notamment en France, de développer ces technologies, car il reste encore une contribution importante à apporter à la maîtrise et au développement de ces procédés qui n'ont pas encore atteint un niveau de maturité suffisant pour une production viable et de qualité.

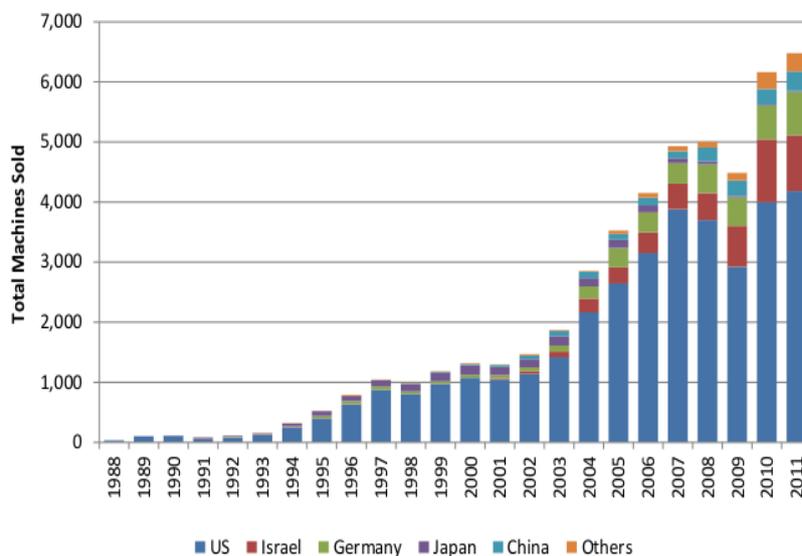


FIGURE 1.1: Nombres de machines vendues dans le monde ces dernières années [2]

1.3 Applications de la fabrication additive

Grâce au progrès remarquable en terme de recherche et développement portant sur les volets matériaux, procédés, logiciels et équipements pour le besoin des procédés de la FA, et la réduction du coût de la fabrication avec une démocratisation plus large de ces technologies, de nombreuses applications ont vu le jour dans les domaines aérospatial, biomédical et autres, pour de multiples besoins [1, 5–7] :

- **Prototypage rapide** : C'était l'objectif des premières pièces fabriquées par les technologies de la fabrication additive. Les pièces fabriquées servent de modèles de présentation ou bien d'aide à la décision de conception. Dans ce contexte, plusieurs systèmes à bas coût existent jusqu'à présent.

- **Maintenance et réparation** : Une autre application importante dans laquelle la technologie a émergé est la maintenance des pièces endommagées. En particulier pour les grands composants qui présentent de petites sections d'usures, c'est là où la technologie présente de nombreux avantages de coût et même en précision de reproduire la forme initiale.
- **Fabrication directe** : Certaines des technologies de la FA ont pu mûrir avec le temps, et sont maintenant utilisées pour la production directe en petites et moyennes séries des pièces finales à haute valeur ajoutée présentant des propriétés satisfaisantes, mais aussi pour la fabrication des matrices et des moules pour d'autres procédés.
- **Dispositifs médicaux** : Autre que les produits à destination industrielle, l'une des applications les plus importantes de la FA concerne le domaine médical, tels que la production des prothèses, des dispositifs dentaires et des modèles préopératoires.

Actuellement, la fabrication directe des pièces fonctionnelles devient l'objectif de la plupart des technologies de la FA, particulièrement pour les matériaux métalliques et polymères [1].

1.4 Technologies de la fabrication additive

Au fil des années, les procédés de la FA ont porté de nombreuses appellations qui diffèrent d'un fabricant à un autre [2]. Les différentes technologies de la FA reposent sur quatre brevets clés : la photo-polymérisation des résines photosensibles, la fusion en lit de poudre, l'extrusion de matériaux et la consolidation par des liants [4]. Par rapport à l'état de la matière de départ, ces technologies peuvent être regroupées en quatre grandes catégories ; on distingue des procédés à base de matériaux sous forme de poudre, de liquide, de pâte fondue et de feuilles minces. Également, suivant le type du matériau de fabrication, tels que les polymères, les métaux, les céramiques, les composites et les matériaux biologiques [1].

En fonction des techniques utilisées pour le dépôt des couches de matériau et le type de consolidation entre couches, le comité F42 de l'ASTM international a classé les technologies de la FA en sept catégories [1, 2, 4] :

- **Photo-polymérisation - Stereolithography** : généralement des résines photosensibles sont sélectivement durcies par polymérisation activée à l'aide d'un faisceau de lumière.
- **Fusion de lit de poudre - Powder bed fusion** : c'est un procédé dans lequel un laser est utilisé pour fusionner sélectivement un lit de poudre.
- **Extrusion de matériaux - Material extrusion** : un procédé qui concerne essentiellement les polymères où le matériau de fabrication est distribué à l'état fondu à travers une buse d'extrusion.

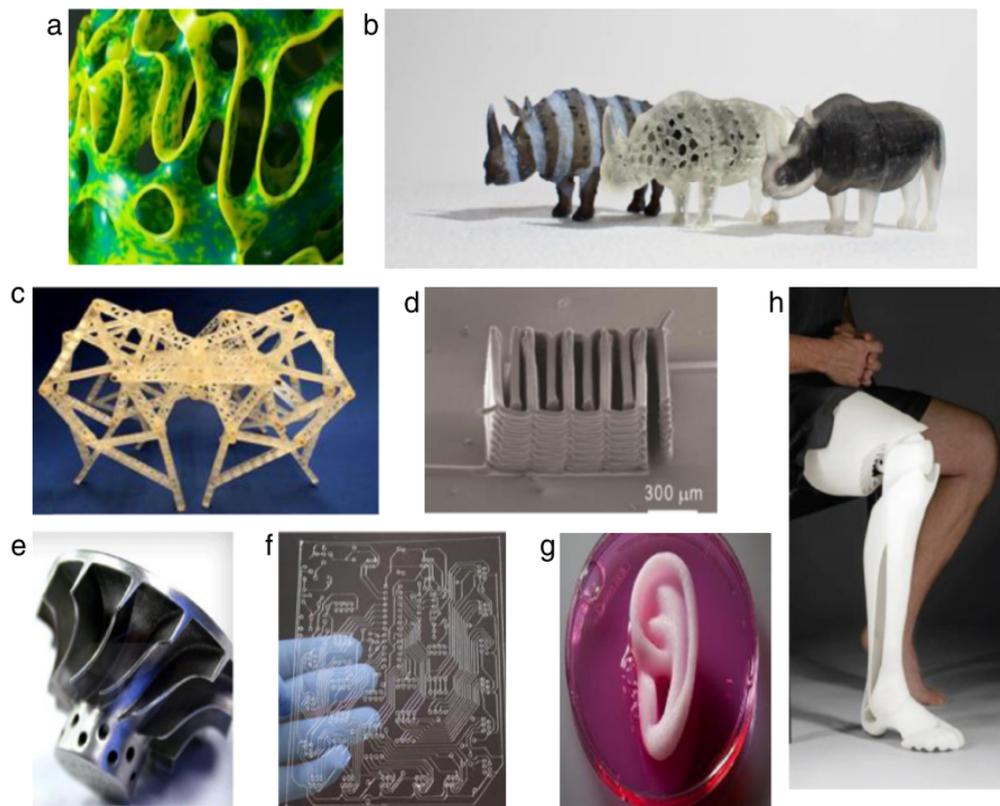


FIGURE 1.2: Différentes applications de la fabrication additive (FA) [4]

- **Laminage de feuilles - Sheet lamination** : des feuilles minces de matériau sont collées successivement pour construire un objet.
- **Projection de liant - Binder jetting** : un procédé dans lequel un agent liant est sélectivement déposé pour consolider les matériaux en poudre.
- **Dépôt d'énergie dirigée - Directed energy deposition** : les matériaux en poudre sont déposés en cours de la fabrication et en les fondant en même temps avec une puissante source d'énergie.
- **Projection de matériaux - Material jetting** : le matériau en poudre est fondu en amont et des gouttelettes de ce dernier sont sélectivement lancées à une grande vitesse. Souvent utilisé pour la réparation des parties endommagées.

Tous ces procédés présentent des avantages relativement les uns aux autres, notamment sur les critères tels que le type de matériau concerné, la vitesse de fabrication, la qualité de surface, les géométries de pièces réalisables, le coût et l'application ciblée, entre autres [2].

CATEGORIES	TECHNOLOGIES	PRINTED "INK"	POWER SOURCE	STRENGTHS / DOWNSIDES
Material Extrusion	Fused Deposition Modeling (FDM)	Thermoplastics, Ceramic slurries, Metal pastes	Thermal Energy	<ul style="list-style-type: none"> • Inexpensive extrusion machine • Multi-material printing • Limited part resolution • Poor surface finish
	Contour Crafting			
Powder Bed Fusion	Selective Laser Sintering (SLS)	Polyamides /Polymer	High-powered Laser Beam	<ul style="list-style-type: none"> • High Accuracy and Details • Fully dense parts • High specific strength & stiffness • Powder handling & recycling • Support and anchor structure • Fully dense parts • High specific strength and stiffness
	Direct Metal Laser Sintering (DMLS)	Atomized metal powder (17-4 PH stainless steel, cobalt chromium, titanium Ti6Al-4V), ceramic powder		
	Selective Laser Melting (SLM)		Electron Beam	
	Electron Beam Melting (EBM)			
Vat Photopolymerization	Stereolithography (SLA)	Photopolymer, Ceramics (alumina, zirconia, PZT)	Ultraviolet Laser	<ul style="list-style-type: none"> • High building speed • Good part resolution • Overcuring, scanned line shape • High cost for supplies and materials
Material Jetting	Polyjet / Inkjet Printing	Photopolymer, Wax	Thermal Energy / Photocuring	<ul style="list-style-type: none"> • Multi-material printing • High surface finish • Low-strength material
Binder Jetting	Indirect Inkjet Printing (Binder 3DP)	Polymer Powder (Plaster, Resin), Ceramic powder, Metal powder	Thermal Energy	<ul style="list-style-type: none"> • Full-color objects printing • Require infiltration during post-processing • Wide material selection • High porosities on finished parts
Sheet Lamination	Laminated Object Manufacturing (LOM)	Plastic Film, Metallic Sheet, Ceramic Tape	Laser Beam	<ul style="list-style-type: none"> • High surface finish • Low material, machine, process cost • Decubing issues
Directed Energy Deposition	Laser Engineered Net Shaping (LENS) Electronic Beam Welding (EBW)	Molten metal powder	Laser Beam	<ul style="list-style-type: none"> • Repair of damaged / worn parts • Functionally graded material printing • Require post-processing machine

FIGURE 1.3: Classification des procédés FA selon l'ASTM International [4]

1.5 Avantages de la FA par rapport aux procédés conventionnels

L'adoption des technologies de la FA pour les différentes applications est corrélée aux nombreux avantages qu'elle propose par rapport aux procédés conventionnels ; par catégorie et type d'avantage on distingue [2, 6, 8] :

- L'aide à la prise de la décision et la rapidité de la mise sur le marché de nouveaux produits, puisque les technologies de la FA permettent de tester et d'itérer les prototypes dans des délais plus réduits.
- Géométrie sans limites, possibilité de fabrication des géométries complexes qui ne seraient réalisables autrement avec les anciens procédés, qu'en assemblage de plusieurs pièces. De plus, la fabrication est indépendante de la conception, contrairement aux procédés conventionnels où le temps et le coût de fabrication dépendent de la conception.
- Perte de poids. En effet, l'indépendance de la géométrie du processus de fabrication permet une conception plus optimale, qui devient techniquement intéressant lorsque la conception est combinée avec les méthodes d'optimisation topologique.

- Personnalisation, facilité de modifier la conception selon le besoin et la demande sans surcoûts considérables, étant donné que les modifications s'effectuent en amont sur ordinateur. Créer des pièces uniques comme utilisée par l'industrie du luxe. La FA permet aussi la production de tissus organiques personnalisés d'une manière précise avec des propriétés physicochimiques anticipées, contournant ainsi le mal ensemencement cellulaire manuel. Dans cet objectif, plusieurs matériaux biodégradables ont été développés et utilisés pour la fabrication de tissus et de matrices organiques, y compris les polymères (naturels et synthétiques), les céramiques et les composites.

1.6 Voies de développement de la FA

L'expérience et le savoir acquis avec le temps, montre aujourd'hui une montée en compétence et une certaine expertise sur les différentes technologies de la fabrication additive. De plus, la recherche est largement diversifiée sur le volet matériau, optimisation du procédé, logiciel de simulation et sur de nouveaux procédés [6]. En terme d'intérêt, on estime que ces dernières années, la technologie a atteint son pic sur la courbe de visibilité comme le montre la Fig. 1.4, tirée d'un travail réalisé en 2015 par un laboratoire américain, sur l'état de la FA et son potentiel futur.

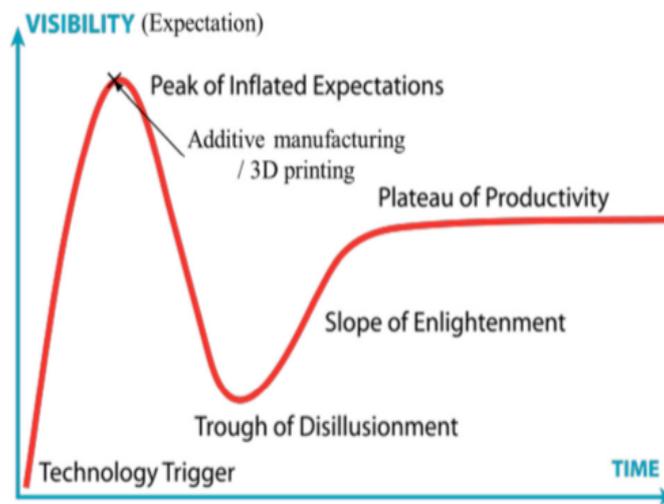


FIGURE 1.4: Situation actuelle des technologies de la FA [1]

Bien que la FA a bénéficié d'un énorme progrès, elle n'a toujours pas encore gagné la confiance de la plupart des industries [5]. Améliorer l'état actuel de la technologie au point de l'amener à un stade d'adoption industrielle plus large, c'est l'objectif crucial des prochaines années [5]. Une approbation industrielle exige que les procédés de la FA garantissent une fabrication rapide à moindre coût, tout en répondant aux exigences fonctionnelles sur les pièces finales [1]. Cela doit passer par une optimisation de la qualité des pièces fabriquées, répondant à des critères basés sur des connaissances

approfondies et la maîtrise des transformations des matériaux dans ces procédés. Bien que les développements industriels sont nombreux, les connaissances sur ces procédés restent limitées et les lacunes sur la compréhension des différents mécanismes qui se manifestent durant la fabrication sont considérables [6]. Pour accélérer cette insertion de la FA dans les industries de haute technicité et à forte exigence en qualité d'usage des produits, tels que l'aéronautique ou l'automobile, des travaux de recherches sur l'ensemble de la chaîne que ce soit matériaux, compréhension des phénomènes physiques, conception des procédés et machines, modélisation ou contrôle de procédé, sont nécessaires et représentent un grand challenge, faisant appel à des compétences et disciplines multiples pour la recherche appliquée et fondamentales [1, 4, 9].

Comme toutes autres technologies en développement, La FA manifeste plusieurs limitations et reste dans le besoin d'un grand effort de recherche et compréhension fondamentale [9].

- **Matériaux**

De manière globale, tous les matériaux sont utilisés dans la FA ;les polymères, les métaux et les céramiques. Néanmoins, le type de matériau est fortement lié au type de procédé. En particulier, les polymères sont principalement exclusifs à certains procédés, car ils présentent des propriétés, telles que leur caractère amorphe ou semi-cristallin, souvent dépendantes des paramètres de fabrication. Ce qui n'est pas le cas pour les métaux, qui permettent plus souvent l'utilisation de métaux classiques, tel que le titane Ti Al6V4 [2]. Améliorer la formulation des matériaux utilisés actuellement dans les procédés de la FA, notamment les polymères, est une nécessité, ainsi que le développement de nouveaux matériaux afin d'élargir la sélection actuelle [1]. La recherche sur les matériaux est dictée principalement par les performances et la qualité souhaitées des pièces finales [2], d'où le besoin d'une meilleure compréhension de la physique des multiples phénomènes interactifs inhérent aux processus de fabrication ; et l'élaboration de base de données reliant l'interaction entre les matériaux, les paramètres du procédé et les propriétés thermo-mécaniques des pièces fabriquées par la FA pour un contrôle facile et optimal de la production [1, 5].

- **Contrôle, instrumentation et modélisation du procédé**

Comprendre comment mettre en relation les paramètres du procédé, les propriétés du matériau de départ, et la qualité de la pièce finale notamment son comportement mécanique (contraintes résiduelles, ductilité, résistance, ..etc), c'est la finalité des recherches nécessaires sur les procédés de la FA [1].

La modélisation des phénomènes physiques mis en jeu au cours des procédés permettra d'accéder à l'historique thermique, la prédiction des contraintes résiduelles et les déformations résultantes, ainsi que la microstructure et les propriétés mécaniques à la fin de la fabrication. Les différentes échelles en temps et en espaces nécessitent des approches multi-échelles et multi-physiques pour mieux décrire les dépendances complexes entre matériaux de départ-propriétés-paramètres machines-structure finale. Cela est aussi nécessaire pour maîtriser

l'adhésion des couches qui se produit entre matériaux homogènes et hétérogènes dans des états différents, lors de la construction des objets [1, 5]. Enfin, développer des outils de simulation numérique multiphysiques qui pourront prédire avec succès les propriétés des pièces finales, malgré les nombreuses contraintes des procédés, assurera une bonne répétabilité des opérations et de la qualité de la production et permettra de proposer une optimisation aussi bien du procédé que du produit, basée sur des critères objectifs tenant compte de l'interaction procédé-structure [5].

Les cinétiques très rapides (instantanées) de chauffage et de refroidissement ainsi que les scénarios thermiques que subissent les matériaux durant le procédé, créent des transformations de microstructure méconnues et pas suffisamment comprises pour les décrire avec des modèles mathématiques. Le manque de mesures en temps réel durant les procédés de la FA vient de la limitation en instrumentation de la chambre de production qu'impose la nature de ces procédés. Le besoin aujourd'hui est de pouvoir remonter aux mesures in situ de températures, des caractéristiques de la masse fondue, des contraintes résiduelles, des dimensions géométriques...etc. L'accès aux mesures en temps réel apportera la compréhension de la physique mise en jeu durant et après la fabrication, permettra le développement et l'amélioration des modèles mathématiques qui décrivent les différentes transformations que subit le matériau, et assurera la validation des modèles numériques qui vont permettre la prédiction d'autres informations auxquelles l'instrumentation ne peut avoir accès, enfin assurera le contrôle du procédé en temps réel [1].

Les performances qu'offre aujourd'hui le calcul intensif peuvent grandement répondre aux besoins de la modélisation. De plus, une corrélation entre la simulation numérique, les mesures en temps réel, l'identification des paramètres et le contrôle de procédé, est fortement souhaitée aujourd'hui pour une optimisation de haute fidélité [1].

Le challenge est de concevoir un système de contrôle adaptatif, basé sur des modèles de simulation prédictifs d'ordre réduit qui assureront la réponse du système en temps réel en fonction de l'état de la chambre de fabrication [1, 5]. L'intégration des technologies de machine-learning aux systèmes de contrôle aidera à améliorer la production par la maîtrise du contrôle des machines [5].

- **Tirer profit de la variété des procédés de la FA**

Les technologies de la FA présentent des caractéristiques uniques par rapport aux procédés classiques, qu'il faut notamment exploiter. Comme la fabrication anisotrope à partir de multi-matériaux, ou la possibilité d'incorporation des composants de mesure ou de commande (capteurs et actionneurs) pendant le processus de fabrication [5].

- **Vitesse de fabrication**

Bien que le coût de la fabrication additive est indépendant de la complexité géométrique et du nombre de pièces produites, comme montré sur les Fig.1.5 et 1.6,

les procédés classiques restent compétitifs, notamment pour une fabrication de grandes série, ou des pièces de géométrie relativement simple. En particulier, pour les procédés FA dont le principe est basé sur le laser et le dépôt de poudres, où l'ajout de couches de poudre est l'étape la plus lente et la plus coûteuse en temps de fabrication, concevoir d'autres systèmes de dépôt de poudre sera la clef d'un autre horizon pour ces procédés [2].

- **Caractérisation et Normalisation**

La répétabilité de production est l'un des freins majeurs des procédés de la FA, et pour faciliter le lien entre donneurs d'ordre et producteurs des pièces par FA, des normes spécifiques de production et de qualité sont absolument nécessaires. Un travail de caractérisation de matériaux en relation avec leur procédés et de construction de benchmarks afin de standardiser et de qualifier la qualité de production devra être mené dans ce sens [1].

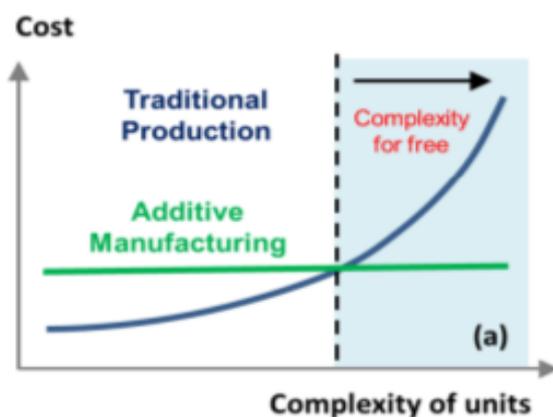


FIGURE 1.5: Coût de la FA en fonction de la complexité [9]

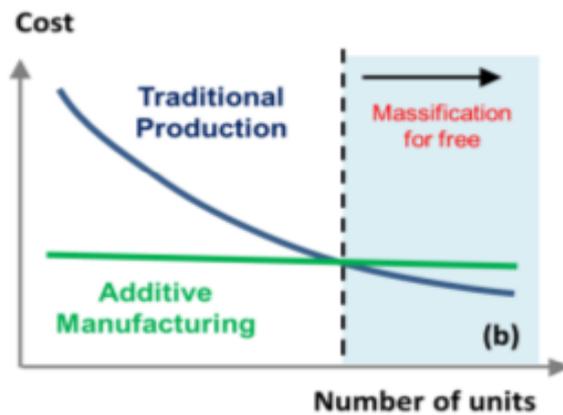


FIGURE 1.6: Coût de la FA en fonction du nombre d'unité produites [9]

1.7 Le procédé SLS

Le procédé de frittage sélectif au laser SLS (Selective Laser Sintering) est l'une des technologies de la FA appartenant à la catégorie des procédés de fusion des lits de poudre. Le SLS est propre aux matériaux polymères. L'origine de cette appellation vient de la manière de consolider des grains de polymères entre eux, gouvernée par la coalescence et la croissance du contact entre deux particules de polymère après un apport d'énergie suffisant par le passage laser [9–11]. Comparé aux autres techniques de FA de matériaux polymères, comme le montre la Fig.1.7, le procédé SLS est particulièrement le plus adapté en terme de qualité de production. En effet, les pièces issues de ce procédé présentent de meilleures propriétés mécaniques et thermiques. Certaines de ces propriétés avoisinent voire sont similaires à celles fabriquées par les procédés

classiques (injection et extrusion) [9, 10]. Le SLS offre de nombreux autres avantages en terme de vitesse de production et de coût de matériau. Les poudres peuvent être obtenues de la plupart des matériaux et en fonction des caractéristiques du matériau et de la poudre, les paramètres du procédé pourront être adaptés facilement [11].

La construction de l'objet 3D s'effectue par frittage de couches de poudre successives,

Technology	Geometric Details	Surface Quality	Mechanical / Thermal Properties	Parts Use F:Functional P:Prototyping	Build Time	Cost	Aging	Recycling	Reproducibility
Powder Bed Fusion	Good	Good	Very good	F&P	High	High	Neutral	Neutral	High
Vat Polymerization	Very good	Very good	Good	F&P	High	Very high	Bad	Bad	Very high
Material Extrusion	Bad	Bad	(Very) Good	(F)&P	High	High	Good	Neutral	High
Binder Jetting	Neutral	Neutral	Very Bad	P	Very Low	Very Low	Bad	Very good	Low
Sheet Lamination	Very Bad	Neutral	Bad	P	High	Neutral	Bad	Bad	Low

FIGURE 1.7: Caractéristiques des pièces fabriquées par les différentes catégories de la FA [9]

d'épaisseur environs $100\mu\text{m}$, au moyen d'énergie provenant du spot laser. La granulométrie des poudres utilisées dans le SLS est généralement d'un diamètre moyen situé entre 20 à $80\mu\text{m}$, limité par l'épaisseur minimale des couches qui se situe entre 60 et $150\mu\text{m}$ [11].

Souvent, un laser CO_2 est utilisé du fait de la qualité d'absorption du rayonnement par les polymères dans sa gamme de longueur d'onde ($10.6\mu\text{m}$) [9]. Sur la Fig.1.8, sont représentées les différentes opérations et composants de la technique SLS.

La caractéristiques des objets obtenus par ce procédé dépendent des différents processus que subit le matériau, gouvernés par son histoire thermique. Le procédé SLS consiste à préchauffer la poudre à fritter afin de l'amener proches de sa température de fusion, la faire fondre, consolider la couche de poudre, puis ajouter une nouvelle couche à l'état poudreux solide et la "souder" ou bien l'adhésion de cette nouvelle couche à la précédente, qui est à l'état liquide consolidée, et ainsi de suite jusqu'à la construction de l'objet [11].

Selon Nelson et al. [12], les paramètres pertinents de ce procédé sont : la puissance laser, le diamètre du spot laser, la vitesse de scan, la longueur du vecteur de scan (L), l'espacement entre passages laser, l'épaisseur des couches, la température du lit de poudre, la température de préchauffage de la poudre, le temps écoulé entre le frittage d'une couche et l'ajout de la couche supérieure, et le temps écoulé entre l'ajout d'une couche et le début de frittage (WL).

Actuellement, une variété de polymères techniques sont disponibles avec des caracté-

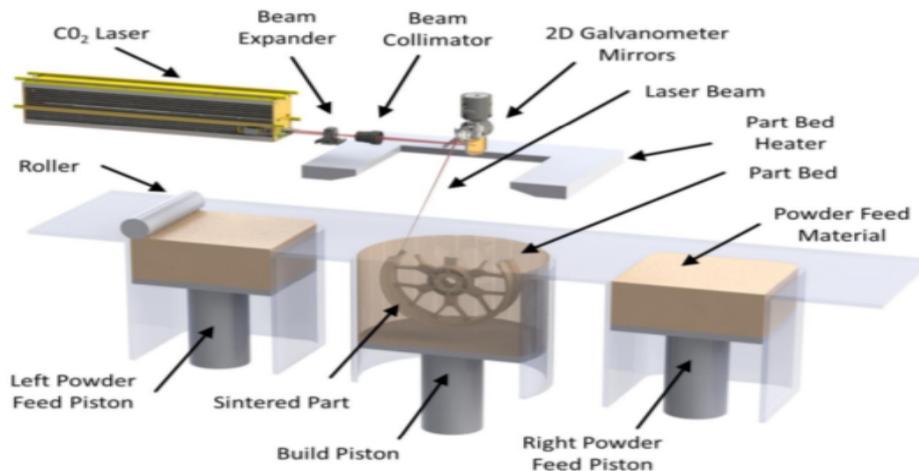


FIGURE 1.8: Procédé SLS [9]

ristiques adaptées à la nature du procédé SLS [13]. Le polyamide 12 demeure le plus utilisé et couvre plus de 95% de la part du marché [9–11]. Toutefois, la plupart des matériaux polymères disponibles pour le SLS sont dédiés au prototypage et génèrent des pièces non fonctionnelles [11]. Ceci est dû aux propriétés spécifiques requises pour qu'un matériau soit adapté au procédé SLS, souvent différentes de celles exigées par les procédés classiques tels que l'injection et l'extrusion. En effet, il y a une grande différence entre les processus de transformation subis par le matériau dans l'un ou l'autre des procédés, notamment le mécanisme de coalescence et densification générateur de porosités, et qui limite donc les choix des propriétés rhéologiques permettant de palier à ce problème. [10].

Bien que les matériaux polymères sont aujourd'hui très utilisés par les procédés SLS,

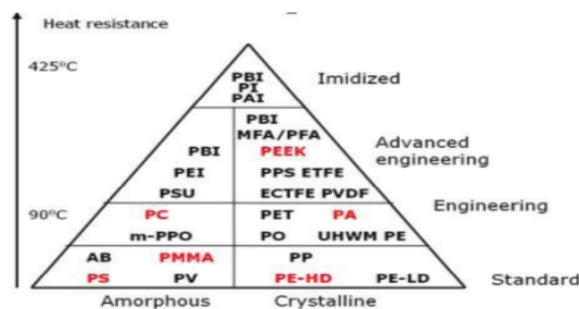


Figure 4: Thermoplastic polymers (Red = material used in SLS)

FIGURE 1.9: Thermopolymers [13]

les mécanismes influants sur la coalescence et la densification des poudres sont encore les moins compris et les moins décrits dans la littérature [13]. Par conséquent, cela limite la recherche sur de nouveaux polymères utilisables pour des productions avec le SLS [10, 11, 14].

Parmi les différentes applications du procédé SLS sur les thermoplastiques, on peut distinguer [13] :

- Fabrication des pièces réelles : essentiellement avec des polymères semi-cristallins
- Prototype de précision pour moulage : dans la plupart des cas avec des polymères amorphes
- Support ou liant sacrifié pour des pièces métalliques ou céramique : avec des polymères thermo-dégradables

En termes de propriétés mécaniques des pièces fabriquées par SLS, la Fig.1.10 montre une comparaison entre les matériaux polymères dédiés au procédé SLS par rapport à d'autres polymères d'injection. La comparaison concerne la résistance à la traction et le module de Young en fonction de l'allongement. Malgré que certains polymères SLS manifestent des propriétés comparables à celles des polymères injectés pour des allongement allant jusqu'à 150%, aucun polymère SLS n'est capable d'atteindre des allongements aussi élevés que ceux de l'injection.

Généralement, les densités obtenues sont légèrement inférieures à celles des pièces

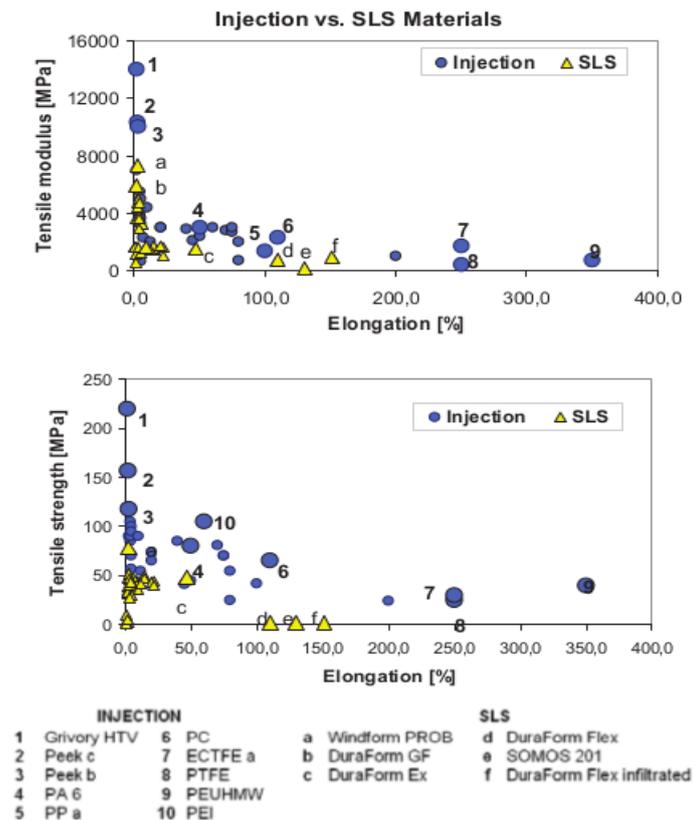


FIGURE 1.10: Propriétés des polymères SLS et d'injection [13]

moulées, avec des propriétés similaires en compression, mais plus sensibles à la traction, où la limite à la rupture est bien supérieure en injection comparée au SLS [13].

1.8 Propriétés matériau requises pour le procédé SLS

Le procédé SLS, bien qu'offrant de meilleures potentialités d'industrialisation, nécessite néanmoins plus de développements et de maîtrise. En effet, au coût élevé des machines SLS, s'ajoute la nécessité à chaque introduction de nouveau matériau, un travail de développement et d'adaptation aux propriétés techniques requises pour l'application SLS et un frittage adéquat du matériau, menant à un comportement final des pièces acceptables selon son utilisation.

La difficulté de la consolidation de la matière vient de la nature du procédé basé sur une source chauffante transitoire et mobile. Le chauffage de la matière s'effectue par balayage d'une source laser pendant un temps de séjour très court par rapport au temps nécessaire à la densification complète du lit de poudre. Cela signifie que la viscosité du fondu polymère doit être maintenue inférieure à une certaine valeur critique. De l'autre côté, on a l'influence des paramètres du procédé, tels que, le type du laser et l'efficacité de son interaction avec le lit de poudre, notamment son absorption, et l'épaisseur du lit de poudre qui peut favoriser la surchauffe des couches précédemment frittées générant une mauvaise microstructure (mauvaise consolidation des grains, gradients importants, contraintes résiduelles...) [13].

Selon Schmid et al. [14], les propriétés essentielles pour la sélection d'un polymère à une production par SLS peuvent être regroupées en deux grandes classes qui sont les propriétés extrinsèques qui concernent la poudre et les particules polymères, contrôlées par la manière d'élaborer la poudre, et les propriétés intrinsèques dictées par la structure moléculaire du polymère, qui seront détaillées ci-dessous :

- **Propriétés optiques**

Comme l'apport d'énergie dans le procédé est via une source radiative qu'est le laser, une absorption suffisante du polymère dans la gamme du spectre du laser (généralement un laser CO₂ est utilisé) est primordiale pour que la fusion et la consolidation du lit de poudre aient lieu. Par ailleurs, pour une absorption assez élevée par le polymère, l'énergie du laser ne pénétrera que quelques micromètres dans l'épaisseur de la couche, cela peut causer soit une surchauffe en surface et donc une possible dégradation du polymère, ou bien un chauffage non suffisant dans l'épaisseur de la couche. Dans le cas d'une absorption faible, une augmentation de l'énergie du laser constitue l'une des solutions pour compenser cet effet, mais les couches précédemment frittées vont subir de multiples cycles de chauffage impactant ainsi la microstructure finale. Par ailleurs, généralement, les polymères semi-cristallins ont un comportement semi-transparent vis à vis du rayonnement, et une bonne absorption peut être obtenue facilement grâce au mélange avec certains additifs ou colorants, permettant ainsi de palier au problème et de réduire l'importance de cette caractéristique [14].

- **Propriétés thermiques et thermo-mécaniques**

L'agglomération des poudres de polymères semi-cristallins passe par le chauffage au-dessus de leur température de fusion. Après absorption d'une quantité de chaleur nécessaire à leur fusion, ils passent de l'état granulaire solide à un liquide

visqueux avec une viscosité relativement faible comparé aux polymères amorphes. Ceci favorise la coalescence et la densification du lit de poudre. Contrairement aux polymères amorphes, l'agglomération des grains de poudre se produit graduellement au dessus de la température de transition vitreuse, à laquelle le polymère amorphe se trouve dans un état plus visqueux qu'un polymère semi-cristallin à une température similaire [13]. Dans le cas des polymères semi-cristallins, l'intervalle de température existant entre le point de fusion et la température de cristallisation est important pour le procédé, communément appelé 'fenêtre de frittage'. Cette "fenêtre thermique" doit être au dessus d'une valeur seuil minimale afin d'éviter la recristallisation du polymère durant la fabrication [9]. L'étendue de cet intervalle est considérée comme une indication sur l'aptitude du polymère au procédé SLS [10]. La fenêtre de frittage du PA12, qui est un des polymères les plus utilisés en frittage, est considérée comme étant une référence pour les autres polymères semi-cristallins [9]. Juste après le passage laser, la température du fondu chute subitement et revient à une valeur égale à la température de préchauffage. Ensuite, le processus de refroidissement prend le relais graduellement durant la fabrication. Cependant, plus l'intervalle entre la température de préchauffage et le point de cristallisation est grand plus la pièce à la fin de la fabrication aura le temps de refroidir et d'avoir une distribution de température homogène avant le début de la cristallisation. Le taux de refroidissement doit être relativement lent par rapport à la vitesse de fabrication, afin d'éviter de forts gradients thermiques et des taux de cristallisation qui provoquent l'apparition des contraintes résiduelles dues au retrait volumique, et qui à leurs tour engendrent des distorsions géométriques [10, 13]. Si la température dans la pièce en cours de fabrication est trop proche du point de cristallisation, avec un refroidissement lent, la cristallisation aura lieu à des températures élevées et donnera lieu à des déformations importantes de la pièce [14]. Dans le cas idéal, durant la fabrication, la température de la pièce en construction doit être maintenue dans la fenêtre optimale du frittage du polymère.

La nature du processus de fabrication de couche par couche sans outillage et la distribution non-homogène de la température dans la pièce en cours de construction, requièrent un matériau présentant une faible tendance à exhiber des déformations. L'énigme des distorsions et des déformations géométriques durant et après la fabrication, est l'une des premières difficultés rencontrées lors des tests de nouveaux polymères sur les machines SLS [10].

D'autres facteurs tels que la dégradation sous l'effet du chauffage soudain par laser, et l'aptitude au recyclage de la poudre déjà présente dans le bac de fabrication, jouent aussi un rôle dans la sélection des matériaux pour l'application SLS [13].

- **Propriétés rhéologiques (tension de surface et viscosité)**

Durant le procédé SLS, l'écoulement est pratiquement nul, les contraintes de cisaillement sont négligeables et la fabrication se déroule en surface libre, sans aucune contrainte extérieure. Ce qui n'est pas le cas du procédé d'injection par

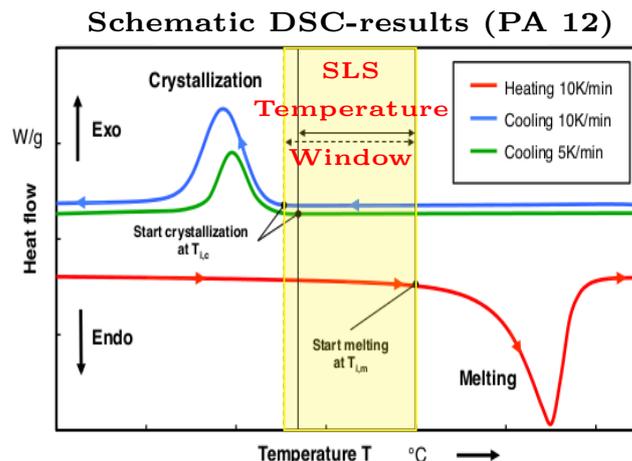


FIGURE 1.11: Résultat du DSC d'un PA12 avec sa fenêtre de frittage correspondante [15]

exemple, où on procède au compactage du matériau à l'intérieur du moule [14]. Dans ces conditions, concernant le volet rhéologique, le rapport entre la viscosité du fondu et sa tension de surface constitue un paramètre important. Une grande valeur de ce rapport donne lieu à une coalescence lente entre les grains en fusion, et une valeur très faible favorise la formation de bulle d'air [9]. Pour une bonne consolidation entre particules et afin d'atteindre une densification complète après interaction avec le laser, avec une bonne adhérence entre les couches, la viscosité Newtonienne (à très faible cisaillement) du polymère fondu doit rester relativement faible durant l'échelle du temps de fabrication [10, 13]. Cependant, une faible viscosité entraîne un retrait de volume élevé durant la fabrication et une mauvaise précision sur les dimensions finales des pièces [13].

Concernant les polymères semi-cristallins, ils ont la spécificité d'une chute soudaine de la viscosité juste à la température de fusion, comme schématisée sur la Fig. 1.12. Cela permet d'imposer un préchauffage de la poudre à une température légèrement en dessous du point de fusion, qui ne nécessitera par la suite qu'un faible apport d'énergie pour déclencher la fusion et la coalescence des grains de polymère, tout en minimisant la consolidation des régions non désirées et donc qui garantie une bonne précision géométrique. La dépendance existante entre la viscosité et la température au dessus de la température de transition vitreuse pour les polymère amorphes, est l'origine de la difficulté de leur aptitude au SLS. Au préchauffage, il faut veiller à ce que la température ne soit pas suffisamment grande, car pouvant causer le collage de grains entre eux et donc un mauvais étalement du lit de poudre. Pour fondre et consolider les grains du polymère amorphe, une énergie importante est requise pour avoir une viscosité convenable à une bonne consolidation du lit de poudre. Une énergie importante apportée par le laser augmentera le risque d'adhésion des régions adjacentes à celle fritté et donnera lieu à une mauvaise précision géométrique de la pièce à fabriquer [11]. Par ailleurs, afin de rendre le procédé économe, il est nécessaire de pouvoir réuti-

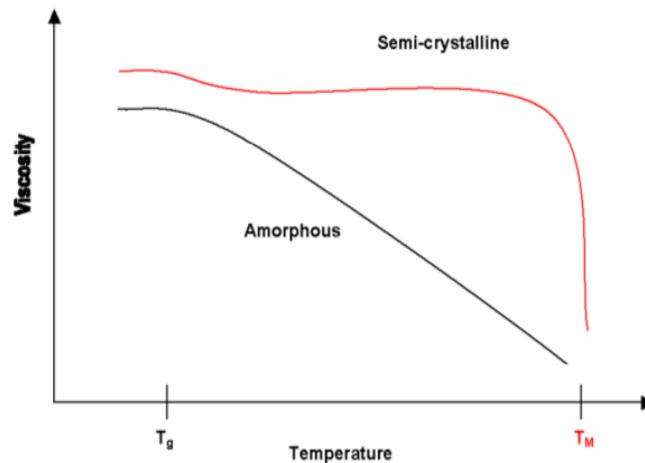


FIGURE 1.12: Viscosité d'un polymère semi-cristallin et amorphe en fonction de la température [11]

liser la grande masse de poudre non-frittée mais ayant servi dans la production des premières pièces. La réutilisation des poudres SLS conduit à des viscosités plus élevées, et suscitera des problèmes de consolidation des grains et une qualité finale médiocre ou inacceptable [13].

Toutefois, certains additifs liants peuvent être ajoutés pour favoriser la consolidation des grains de polymères, mais sans aucune influence sur la viscosité du fondu. L'utilisation des fibres pour le renforcement des propriétés mécaniques, peuvent aussi améliorer l'aptitude des matériaux au procédé [10].

- **Poids moléculaire :**

Pour fabriquer des pièces fonctionnelles avec des propriétés mécaniques satisfaisantes, les polymères ayant des poids moléculaires aussi élevés que possible doivent être utilisés. Un poids moléculaire élevé implique une viscosité élevée et une mauvaise aptitude du matériau au procédé SLS, comme analysé précédemment [13]. Un bon compromis entre ces deux quantités devra être satisfait pour qu'un polymère sera dédié au procédé SLS. Le poids moléculaire devra être suffisamment grand pour assurer de bonnes caractéristiques mécaniques, et pas trop élevé pour permettre une faible viscosité du polymère fondu, qui est l'élément clef pour une bonne coalescence et consolidation entre les grains [11].

Par ailleurs, la poudre doit avoir une aptitude à s'étaler (à l'écoulement), pour assurer le dépôt d'un lit de poudre homogène de faible épaisseur d'environ $100\mu\text{m}$, avec la compacité désirée [10].

1.9 Développements numériques et expérimentaux autour du procédé SLS

Bien que le principe du procédé SLS est conceptuellement simple, les phénomènes physiques mis en jeu sont complexes et s'étalent sur différentes échelles de temps et d'espace. Des paramètres tels que la puissance du laser, la vitesse et la taille du faisceau laser contrôlent la longueur, la largeur et la profondeur du bain fondu et ses caractéristiques. L'histoire thermique durant le procédé, influe directement sur les propriétés de la pièce finale, telle que la densité, la microstructure finale et les grands gradients thermiques donnent lieu à des contraintes résiduelles induisant des distorsions géométriques.

Par conséquent, pour une compréhension fondamentale des nombreux phénomènes physiques se produisant pendant la transformation du polymère, il existe un réel besoin de recherche concernant à la fois la modélisation, la caractérisation et l'instrumentation du procédé.

Plusieurs travaux dans la littérature se sont intéressés à proposer des modélisations plus ou moins simplifiées pour la description du procédé SLS. Mais la majorité souffrent du manque de validations par des données expérimentales viables et disponibles, en raison des difficultés d'instrumentation rencontrées pour réaliser des mesures en temps réel. L'encombrement dans la chambre de fabrication, la présence de source chauffante et la cinétique instantanée qui caractérise la plupart des phénomènes qui se manifestent au cours du procédé, tous des facteurs influant négativement sur la mesure. Dans de telles situations, des simulations de haute fidélité sont primordiales pour mieux comprendre le procédé [16].

Cependant, les défis de calcul sont majeurs, liés d'un côté aux échelles spatiales de la source laser et la géométrie globale de la pièce, et amplifiés de l'autre côté par les échelles de temps imposées par les cinétiques très rapides de chauffage local, le transfert de chaleur global et les temps de fabrication qui durent souvent des heures. Cela représente un vrai challenge pour la simulation numérique [17].

La plupart des contributions, disponibles dans la littérature, concernent les modèles thermiques, thermomécaniques et d'interaction laser-matière. Pour décrire les transferts thermiques lors du procédé, la théorie classique de la conduction de Fourier est la plus utilisée. L'énergie incidente du laser est supposée soit de nature surfacique suivant une distribution Gaussienne soit une source de chaleur dans le volume qui s'atténue selon la loi de Beer-Lambert. Les approches de simulation peuvent être classées en fonction de l'échelle de modélisation microscopique/macrosopique du lit de poudre considéré comme un milieu continu homogène ou sous forme d'un milieu granulaire discret, et de type de modélisation choisi pour la source laser [17].

L'objectif des modèles à l'échelle de la poudre est de fournir des résultats fiables, comme la densité finale et l'aptitude des poudres au frittage laser. L'exploitation des simulations pourra nous informer sur la forme du bain de fusion, les recouvrements résultant de la solidification, la rugosité sur les différentes faces ainsi que l'étude de la

diffusion de l'air emprisonné dans le lit de poudre. La modélisation à l'échelle des grains peut également servir d'outil d'optimisation des différents paramètres liés au faisceau laser. Ce type de simulation est un outil très puissant pour étudier et optimiser plusieurs aspects microscopiques, tels que [17] :

- L'analyse des effets de la puissance laser, sa vitesse de balayage, le diamètre du faisceau et sa forme sur le bain de fusion.
- L'optimisation de la distribution des tailles des grains et la densité du lit de poudre.
- L'amélioration des caractéristiques des poudres et développement d'alliages spécialement conçus pour la fabrication additive.
- La compréhension des effets qui contrôlent l'état de surface final.

Les techniques de résolution numérique choisies sont, en majorité basées sur la méthode des éléments discrets (DEM) et quelques essais avec Lattice-Boltzmann (LBM) en 2D [16]. Parmi ces travaux, on trouve dans la thèse de Dayal [18] différents modèles numériques, proposés, validés et testés indépendamment (sans couplage), pour étudier le transfert thermique, la coalescence entre les particules de poudre et l'interaction laser-particules. Récemment, Liu et al. [19], [20], en considérant la nature discrète du lit de poudre, ont développé une approche de modélisation multiphysique, comprenant la conduction thermique dans le milieu granulaire, la coalescence et la densification due à la fusion. Pour mieux décrire l'interaction laser-poudre et prédire le taux d'absorption du rayonnement par le lit de poudre ainsi que la distribution volumique de l'énergie apportée, une méthode de Monte Carlo modifiée (Ray-tracing) est implémentée.

Ces simulations à l'échelle des particules sont très fiables mais, leur coût de calcul ne permet pas d'étendre les études à l'ensemble du processus de fabrication SLS. Il est donc intéressant de développer des modèles à l'échelle macroscopique avec un coût de calcul raisonnable, mais suffisamment fiables dans leur description et couplage des phénomènes multi-physiques mis en jeu, capables de fournir des informations utiles pour la qualification du procédé et de prédire certaines caractéristiques de la pièce finale. Si la modélisation à l'échelle de la poudre peut identifier une loi d'évolution de la porosité, par exemple, basée sur l'histoire thermique locale et des gradients de température, alors le modèle à l'échelle de la pièce pourrait au moins donner une information sur des régions susceptibles d'avoir une porosité inacceptable. L'intérêt des simulations à l'échelle de la pièce est d'aider à la définition des intervalles de tolérance et constituent un moyen efficace pour explorer les questions liées à la conception et à la gestion de fabrication dans un cadre d'optimisation multi-objectifs. Elles permettent notamment de :

- Avoir l'histoire thermique et aider à estimer les défauts de microstructure sur différentes parties de la géométrie.
- Prédire les contraintes résiduelles (notamment les contraintes de Von Mises) et évaluer leur impact sur les conditions de travail de la pièce.
- Prédire les déformations résultantes durant la fabrication et évaluer les tolérances du processus.

- Fournir des données importantes pour le post-process tel que le traitement thermique.

Dans ce but, Nelson et al. [12] ont proposé le premier modèle éléments finis (FE) unidimensionnel pour étudier l'évolution de la densité du matériau lors du frittage du polycarbonate amorphe. Le processus de densification est représenté en fonction du temps par une évolution de type Arrhenius, et les paramètres nécessaires pour cette variation sont identifiés par régression linéaire à partir des résultats expérimentaux. Reprenant ce dernier travail, Dong et al. [21] ont développé un modèle 3D pour simuler les transferts thermiques et la prédiction de la densité au cours du procédé. L'énergie provenant du laser est prise sous forme d'une distribution gaussienne en surface sans pénétration dans le volume, ce qui constitue une des hypothèses forte dans son modèle. Concernant l'analyse de frittage des polymères semi-cristallins, Riedlbauer et al. [22] ont étudié le comportement d'un polyamide PA12 (PA2200, EOS). Une bibliothèque d'éléments finis open source est utilisée pour des simulation effectuées en géométrie 3D en tenant compte de la chaleur latente due au changement de phase solide-liquide. Les propriétés physiques sont considérées évolutives avec la température, la densité est supposée constante par phase, entièrement solide ou liquide, sans dépendance du volume d'air chassé et de toute évolution de densification. Un travail expérimental a été mené et une confrontation des mesures aux résultats des simulations est effectuée. En raison de la disponibilité de certaines mesures expérimentales et données du matériau, ce travail nous servira de référence pour valider notre modèle qui sera présenté en détail dans les chapitres suivants. Une autre contribution à la modélisation du frittage laser de polymères semi-cristallins appliqué sur du PA12 et du PEEK est apportée par Peyre et al. [23], en se basant sur le travail de thèse de Defauchy [24]. Un travail à la fois expérimental et numérique a été réalisé et l'ensemble des paramètres liés à l'énergie du laser, que ce soit pour sa distribution surfacique ou bien pour son atténuation en profondeur on été déterminés expérimentalement. Un modèle 3D est implémenté sur un logiciel commercial de type éléments finis, en considérant un milieu homogène équivalent pour les propriétés effectives du lit de poudre et qui sont considérées indépendantes de l'état du matériau (solide ou liquide). Concernant les dimensions de la masse fondue, les résultats des simulations correspondent bien aux mesures, par contre, le profil de température simulé est surestimé par rapport à celui mesuré via une caméra infrarouge. De plus, le modèle ne prend pas en compte l'évolution de la densité causée par le phénomène de la densification. Ganci et al. [25] pour une application sur du polypropylène, dans son modèle thermique, a introduit l'enthalpie de fusion et des propriétés physiques dépendantes de l'état du matériau. Tout en ignorant la nature semi-transparente de la poudre du polymère et seule une distribution gaussienne en surface est considérée pour la source laser. Plus récemment, Amado et al. [26] en utilisant un modèle éléments finis 3D transitoire, ont pris en compte la cinétique de cristallisation et les contraintes résiduelles résultantes pendant le refroidissement du co-propylène fritté. Il est aussi à noter que certains chercheurs utilisent une approche de couplage « one way », où une solution thermique est pré-calculée pour l'ensemble de la pièce, puis insérée comme une donnée pour la simulation mécanique qui sert à

prédire les contraintes résiduelles dues aux gradients thermiques et les déformations résultantes. Les aboutissements de cette approche sont prometteurs pour une adaptation industrielle [16].

Plusieurs études portant sur la prédiction du mécanisme de consolidation des pièces polymères produites par le procédé SLS ont été rapportées dans la littérature. Berzins et al. [27], Childs et al. [28,29] et Tontowi et al. [30], ont tous étudié par simulation, sur des géométries 2D, la microstructure finale résultante des pièces frittées en polycarbonate amorphe et en polymères semi-cristallins. En tenant compte de la densification du lit de poudre et du retrait volumique résultant. Le modèle du mécanisme de consolidation utilisé n'est autre que la loi empirique proposée par Nelson et al. [12]. Schultz [11], dans sa thèse portant sur la modélisation analytique du procédé SLS, a développé un modèle décrivant le mécanisme de consolidation en combinant les deux comportements visqueux et viscoélastique du polymère. Bien que le modèle représente une approche simplifiée en se basant sur de nombreuses hypothèses, il est limité à une analyse à l'échelle du spot laser et non pas sur l'ensemble de la géométrie de la pièce. Defauchy [24] dans sa thèse, a simulé à l'échelle microscopique la coalescence des grains d'un lit de poudre de polymère (PEEK) sous l'effet d'une source laser. Le modèle permet d'étudier la qualité de soudage des grains avec une approche 2D, sans aucune information sur la densité relative de la pièce finale. Dans le même objectif de prédiction de la microstructure finale, Bugeda et al. [31] ont proposé un modèle 3D éléments finis pour simuler le frittage du polycarbonate amorphe, en supposant des caractéristiques équivalentes du milieu homogénéisé et en tenant compte du mécanisme de consolidation de la poudre. L'évolution de la densité est basée sur un modèle combinant le taux de déformation proposé par Scherer [32] et le modèle de Mackenzie-Shuttleworth [32], en ignorant tout changement de volume de la partie simulée.

Concernant le retrait volumique dû à la transformation du lit de poudre de l'état solide poudreux à un état liquide dense, la plus grande partie des travaux ont porté sur des poudres métalliques. Zhang et al. [33], Cheng et al. [34] et Xiao et al. [35–37], dans leurs outils développés pour l'étude de frittage des poudres métalliques, ont pris en compte le retrait volumique causé par la variation de la densité du lit de poudre. Leurs systèmes d'équations sont résolus moyennant la méthode des volumes finis et la forme géométrique irrégulière due à la densification est traitée par la méthode block-off comme préconisé par Patankar [38]. Dans une autre tentative, Dai et al. [39], ont étudié la densité relative avec la méthode de suivi d'interface VOF (Volume Of Fluid). Avec une approche empirique, Loong-Ee et al. [40] ont utilisé un modèle éléments finis (FE), dans lequel une fraction volumique est initialement définie pour être retirée après fusion du lit de poudre. Récemment, cette fois-ci pour l'analyse thermomécanique du polymère PA12, Riedlbauer et al. [41], en utilisant la méthode de maillage mobile, ont modélisé le retrait volumique par différence de densité entre l'état poudreux solide et l'état fondu de la couche frittée. Cependant, dans tous les travaux qu'on vient de mentionner, les différents modèles reposent sur l'hypothèse d'une densification totale du volume exposé au laser juste après la fusion, en ignorant l'évolution du processus de

consolidation qui se produit progressivement au cours du temps et qui dépend à la fois des conditions du procédé et des propriétés thermo-rhéologiques du matériau fondu.

1.10 Conclusion partielle

Ce premier chapitre a permis de présenter l'état de l'art sur les procédés de la fabrication additive et notamment le procédé de frittage laser sélectif des polymères. Pour ce faire, nous avons rappelé les avancées réalisées au cours des vingt dernières années et avons mis en évidence les verrous scientifiques à lever. Ceci a révélé également un manque de travaux relatifs à l'étude du procédé SLS.

La revue de la littérature a fait ressortir une variété d'approches possibles, de modélisation d'une part et numérique d'autre part, pour décrire la physique mise en jeu dans le procédé SLS. La plupart des modèles présentés sont focalisés sur la simulation de l'interaction du faisceau laser avec le lit de poudre en l'espace d'une milliseconde, négligeant l'aspect transitoire de la fabrication additive. La qualité des pièces finales dépend d'un grand nombre de paramètres de procédé et des propriétés matériaux tels que la densité d'énergie déposée, la stratégie de frittage, la granulométrie de la poudre et l'épaisseur des couches. En effet, il s'agit d'un procédé très complexe englobant des physiques qui restent encore mal comprises. De nouveaux développements académiques sont donc nécessaires pour établir un lien entre le procédé, les propriétés du matériau et les propriétés finales des pièces. Cela conduit à la conclusion que la simulation du procédé SLS est un travail multidisciplinaire.

Afin de rendre le procédé SLS accessible à la simulation numérique, plusieurs hypothèses doivent être formulées. Il est certain qu'une modélisation décrivant finement les nombreux mécanismes donnera lieu à des simulations de hautes fidélités et à une meilleure compréhension de point de vue physique. En conséquence, ceci fera appel à un grand nombre de paramètres matériau et procédé qui nécessiteront une importante campagne de caractérisation et d'acquisition, ainsi à des simulations numériques avec un coût de calcul exorbitant. A l'inverse, un modèle phénoménologique sera simple à développer mais ne permettra pas d'améliorer la compréhension de certaines caractéristiques du procédé. Il existe donc un compromis entre rigueur et coût, principalement dicté par l'échelle d'analyse visée et l'objet de l'exploitation des résultats.

Cette thèse tente de proposer une modélisation multiphysique du procédé SLS afin d'étudier l'effet de ces paramètres matériaux et procédé sur la qualité des pièces finales. Le chapitre suivant présente en détails les phénomènes physiques intervenant au cours du procédé et leurs modèles associés afin de développer au chapitre 3 le modèle couplé simulant le procédé SLS basé sur une méthode de volumes finis.

Phénomènes physiques et modèles associés

Dans ce chapitre on présentera en détails les différents phénomènes physiques provoqués durant le procédé SLS et une synthèse des travaux de la littérature sur ces phénomènes dans ce contexte. On se focalisera principalement sur leurs modélisations mathématiques.

En premier, nous évoquerons l'interaction laser-matière impliquant le transfert radiatif en milieu granulaire, ensuite, le changement de phase solide-liquide provoquant à son tour l'aspect principal du procédé qu'est le frittage et la physique de consolidation des poudres. Puis, nous nous intéresserons à la phase de refroidissement du polymère semi-cristallin fondu, et donc à la cinétique de cristallisation. Ce chapitre se focalise sur la physique mise en jeu dans le procédé et sa modélisation mathématique. Le développement numérique du couplage de nos modèles multiphysiques sera détaillé dans le chapitre suivant.

2.1 Interaction laser/matière

Le faisceau laser est la source d'énergie principale du procédé SLS. Le laser impose le jeu de paramètres du procédé : la puissance du faisceau, la vitesse de scanne et l'espacement entre passages laser.

Par rapport aux matériaux denses, les poudres présentent une absorption du rayonnement plus élevée à la surface ainsi qu'une pénétration plus importante en profondeur d'une part et d'autre part, la porosité réduit la conductivité effective du lit de poudre et influe négativement sur le transfert conductif. En plus, les polymères ont une faible conductivité, généralement de l'ordre de $0.3 [Wm^{-1}K^{-1}]$, en conséquence, le rayonnement se manifeste comme étant le transfert de chaleur le plus dominant par rapport à la conduction dans les lits de poudres polymères.

Les différentes transformations que subit le matériau durant le procédé telles que la fusion, le refroidissement et la consolidation du lit de poudre dépendent fortement de l'histoire thermique [42]. De plus, les cinétiques de chauffage et de refroidissement sous laser, par rapport aux procédés classiques, sont très élevées et les nombreux phénomènes physiques se manifestent de manières différentes [11]. Ainsi donc, une précision sur l'estimation du champ de température durant la fabrication est fortement souhai-

tée. Cette dépendance vis-à-vis de l'interaction se produisant entre le faisceau laser et les particules de poudre, prétend à ce que la quantification de la distribution de cette énergie radiative permettra l'accès à l'ensemble des mécanismes intervenant au cours de la fabrication [18, 43]. En d'autres termes, l'étendue de la distribution de l'énergie laser est définie comme étant la résolution spatiale du procédé [44].

À l'élaboration d'un modèle thermique pour le procédé SLS, le premier problème qui apparaît est comment décrire l'énergie déposée dans le lit de poudre par la source laser. Juste après que le rayonnement laser est dirigé vers la surface du lit de poudre, une partie du faisceau est réfléchiée par la surface, et une autre partie est diffractée sous l'effet de l'interaction avec les grains du lit de poudre. La porosité connectée présente dans le lit, en raison des multiples réflexions à travers le vide inter-particules, permet aux ondes électromagnétiques de pénétrer à des profondeurs plus importantes dans l'épaisseur que dans le cas d'un matériau massif où l'extinction a lieu à quelques nanomètres de la surface. Ensuite, son absorption donne lieu à une source de chaleur à distribution volumique dans le lit de poudre [18, 42, 44, 45]. La description de l'énergie radiative dans le procédé SLS relève donc du transfert radiatif dans les milieux poreux (granulaires).

2.1.1 Transfert radiatif dans les milieux granulaires

Le transfert radiatif dans les poudres polymères est décrit par le rayonnement en milieux semi-transparents. La propagation d'ondes électromagnétiques en milieu semi-transparent se produit sous l'effet d'absorption, d'émission et de diffusion, comme schématisée sur la Fig. 2.1. Pour la description du rayonnement en milieux discrets

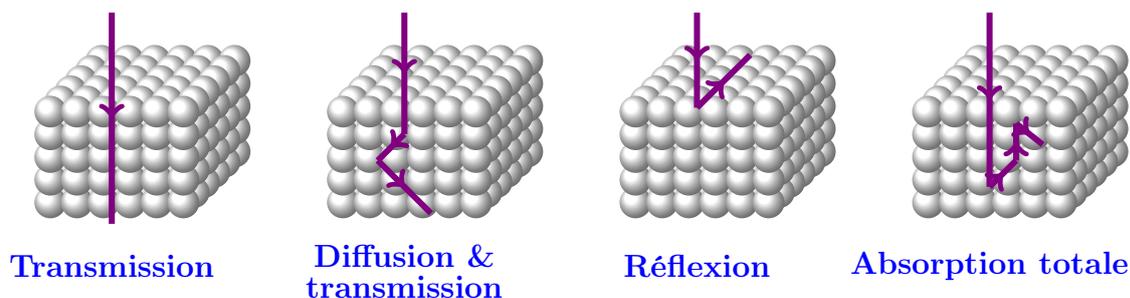


FIGURE 2.1: Différentes interactions possibles entre un rayon incident et un lit de poudre semi-transparent

tel que dans les lits de poudre, ou bien pour la prédiction des propriétés radiatives équivalentes, dans un premier temps, on doit quantifier les paramètres de diffraction radiative à l'aide des théories d'interaction onde-particule. À l'interaction d'une onde électromagnétique avec une particule, représentée sur la Fig. 2.2, l'ensemble des propriétés radiatives constitué du coefficient d'absorption κ_λ , coefficient de diffusion σ_λ et de la fonction de phase P_λ , vont dépendre des facteurs suivants [44, 46, 47] :

- La dimension caractéristique de la particule (son rayon r_p dans le cas d'une géométrie sphérique) qui gouverne sa surface spécifique.
- La nature du matériau de la particule (opaque ou semi-transparent). La particule est définie notamment grâce à son indice complexe de réfraction :

$$n^* = n - ik$$

où n est l'indice de réfraction et k est l'indice d'absorption du milieu. Ces propriétés sont des grandeurs spectrales et dépendent de la longueur d'onde incidente λ . L'indice optique complexe relatif m de la particule par rapport à son milieu environnant d'indice n_0 est défini comme :

$$m = \frac{n^*}{n_0}$$

- Le paramètre de taille x , représentant le rapport entre la dimension caractéristique de la particule et la longueur d'onde incidente λ :

$$x = \frac{2 \cdot \pi \cdot r_p \cdot n^*}{\lambda}$$

Dans le cas d'une particule, pour le calcul des paramètres de diffraction, on distingue

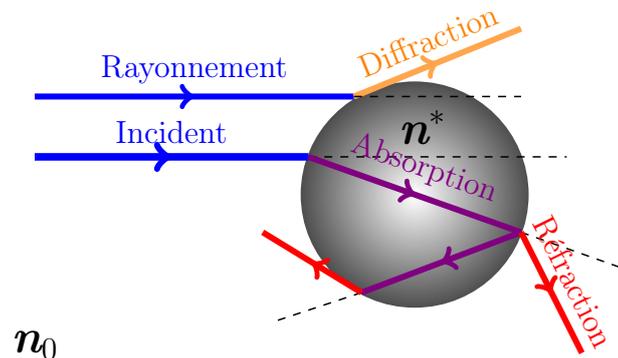


FIGURE 2.2: Schéma d'interactions d'ondes électromagnétiques avec une particule sphérique

trois régimes de diffusion différents, chacun a son approche correspondante :

- **Approche de Rayleigh, valable pour $x \ll 1$ et $x|m - 1| \ll 1$**
- **Optique géométrique, valable pour des $x \gg 1$ et $x|m - 1| \gg 1$**
- **Théorie de Mie, valable pour des $x \gg 1$ et $x|m - 1| \ll 1$**

La théorie de Rayleigh développée en 1871, décrit la diffusion de la lumière dans un milieu dilué en molécules de gaz. Son application conditionne que la longueur d'onde incidente soit suffisamment grande devant la grandeur caractéristique des particules diffusantes. Lorsque la taille des particules est très grande devant la longueur d'onde incidente, l'optique géométrique est applicable. Sinon, c'est le régime de diffusion de Mie. L'efficacité d'extinction d'une onde électromagnétique en fonction du rayon de diffuseur sphérique est représentée sur la Fig.2.3 dans les trois régimes.

Gustave Mie en 1908 [48], a publié son travail communément appelé « Théorie de Mie » portant sur l'étude de la diffusion d'une onde électromagnétique plane par une particule sphérique, en se basant sur les équations de propagation d'ondes de Maxwell. L'apport de cette théorie est de proposer une solution analytique exacte au problème en fonction du rayon de la particule r_p , de son indice optique n^* et celui du milieu environnant n_0 . La théorie de Mie permet de déterminer les propriétés radiatives dans le cas de la diffusion indépendante pour une particule isolée [46] [49]. Au début, la théorie de Mie n'est valable que pour des géométries sphériques pour n'importe quel indice complexe de réfraction et paramètre de taille, mais par la suite, elle a été généralisée pour différentes formes de diffuseurs.

Dans le cas des poudres polymères élaborées pour le procédé SLS, les granulométries utilisées se situent entre 40 et 60 μm et la longueur d'onde du laser CO₂ est de 10.6 μm , ce qui nous amène au domaine de la diffusion de Mie. En effet, les grains de poudre présentent des formes très variées et ne sont pas de géométrie sphérique suivant le postulat de la théorie de Mie, comme illustré sur la Fig.2.4. En revanche, selon Mischenko et al. [50], avec une faible dissymétrie et une orientation aléatoire des particules, l'erreur due à l'application de la théorie de Mie devient insignifiante. La littérature sur

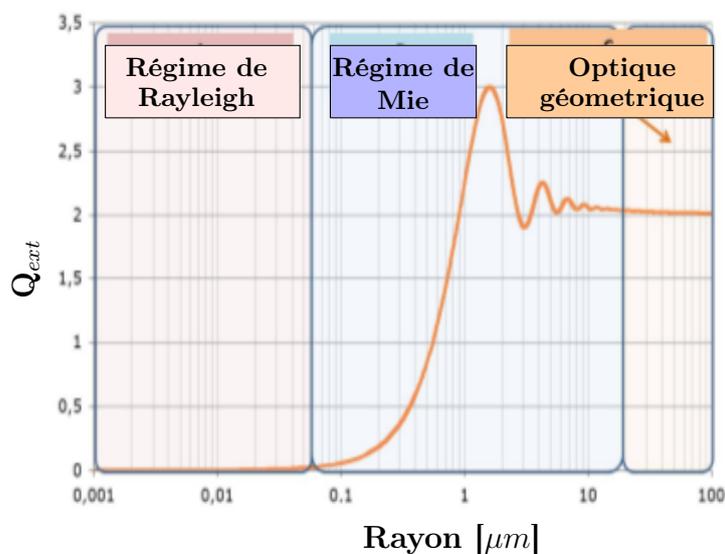


FIGURE 2.3: Efficacité d'extinction à l'interaction onde-particule

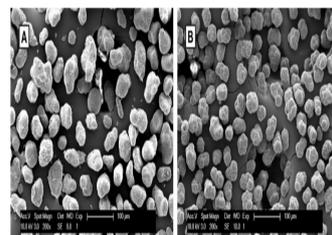


FIGURE 2.4: Poudres de polymère pour le SLS

l'étude des transferts radiatifs dans les milieux dispersés (ou poreux) est très riche, généralement ces travaux couvrent deux aspects : le premier consiste à la résolution des équations gouvernant le rayonnement dans ces milieux, et le deuxième à la prédiction de leurs propriétés radiatives effectives dépendantes à partir des propriétés indépendantes du matériau dispersé (absorption, émissivité, ...). Sur le volet modélisation et simulation, la solution exacte de la formulation différentielle de l'équation de transfert

radiatif (ETR) n'est possible que sous certaines hypothèses pour des configurations absolues. Certains auteurs considèrent le milieu comme étant un milieu continu et l'ETR est résolue sous sa formule intégrale par des méthodes quasi-analytiques, telles que les méthodes de 2-flux et 4-flux. La seconde approche est basée sur la formulation discrète de l'équation de transfert radiatif, qui est généralement résolue par les méthodes de ray-tracing ou des ordonnées discrètes (DOM) qui sont souvent couplées avec la méthode statistique de Monte-carlo [49, 51].

Les travaux sur la corrélation des propriétés radiatives effectives des milieux dispersés (poudre), considèrent soit un ensemble de particules dispersées ou bien l'approche du volume élémentaire représentatif. Pour une application à des particules opaques ou semi-transparentes, l'ensemble des auteurs [52–57] ont utilisé des approches discontinues basées sur la méthode de Monte-Carlo/ray-tracing/DOM. Kamiuto *et al.* [?], ont développé une corrélation théorique du transfert radiatif dans les poudres monodispersées à particules sphériques. Leurs résultats théoriques du coefficient d'extinction sont confrontés aux mesures expérimentales. Singh et Kaviany [58, 59], ont démontré que dans le cas des poudres à particules sphériques, les propriétés radiatives dépendantes équivalentes peuvent être obtenues en fonction des propriétés indépendantes des particules. À partir des résultats de la simulation numérique, ils ont proposé une corrélation pour tirer les propriétés radiatives dépendantes du lit de poudre en fonction des propriétés indépendantes des particules. Le facteur de corrélation est seulement exprimé en fonction de la porosité du lit de poudre, ignorant tout autre effet dû à l'émissivité entre particules.

Dans un travail récent, pour une application sur un milieu constitué de particules de polymère semi-transparent, Ilie *et al.* [60, 61], en combinant la théorie de Mie avec la méthode de Monte-Carlo, à partir des résultats de la simulation numérique et d'une régression linéaire, ont obtenu le profil spatial de la distribution du faisceau laser diffracté. Le but du travail était l'obtention d'une formulation mathématique simplifiée de la distribution spatiale de l'énergie laser qui pourra par la suite être intégrée dans d'autres modélisations pour prédire le champ thermique et la physique induite par ce dernier.

2.1.2 Transfert radiatif dans le procédé SLS

Par rapport à ce qu'on a déjà vu dans la partie précédente, la distribution de l'énergie laser apportée au lit de poudre, va dépendre de la puissance du faisceau incident, des propriétés du matériau poudreux, de la granulométrie et la distribution de taille des particules, et de la densité (ou la porosité) du lit de poudre.

Les travaux dédiés spécialement à l'étude du transfert radiatif pour une application au procédé SLS (ou SLM) ne sont pas nombreux. Wang et Kruth [62], ont le mérite de proposer le premier travail dédié au procédé SLM. Sous l'hypothèse de l'optique géométrique, ils ont développé un modèle par la méthode de ray-tracing pour simuler la distribution spatiale de l'absorption d'énergie dans un lit de poudre métallique. Par contre, le transfert de chaleur n'est pris en compte que par l'effet d'absorption d'énergie radiative négligeant tout transferts conductifs entre particules. Par la suite, Gusarov

et Kruth [42], toujours pour une application au SLM, sous l'hypothèse de l'optique géométrique et d'un milieu continu, l'équation de transfert radiatif est résolue analytiquement par l'approche simplifiée de deux flux. Le modèle consiste à la prédiction des propriétés effectives du lit de poudre en se basant sur les données radiatives indépendantes des particules. Ensuite, ce travail est repris [63] et couplé avec l'équation de conduction thermique résolue par différences finies pour étudier le transfert de chaleur dû à l'interaction laser-poudre métallique.

Dayal D. [18] dans son travail de thèse, a adopté l'approche du milieu discret, considérant que le transfert de chaleur entre particules s'effectue par rayonnement et par conduction tout en négligeant l'effet de la convection. Sous l'hypothèse de l'optique géométrique, la simulation du transfert radiatif est menée à l'aide de la méthode de ray-tracing. Les seuls travaux vraiment dédiés au SLS, sont ceux de Liu *et al.* [20], où une approche couplant la théorie de Mie et la méthode de ray-tracing est développée. Le modèle multiphysique globale prend en compte la distribution du rayonnement laser et le transfert conductif inter-particule. Streek *et al.* [45], à partir des résultats des simulations, et en fonction de la distribution de la densité d'énergie, ont exprimé le profil de la distribution de l'énergie laser en fonction de l'épaisseur du lit de poudre et des propriétés du matériau polymère.

Dans ce travail, la distribution du rayonnement laser n'est qu'une partie intégrante du modèle qui sera développé par la suite, afin d'éviter tout problème de coût de calcul ou de complexité d'implémentation et de couplage entre les différentes physiques, l'énergie laser sera considérée comme une source de chaleur volumique formée par une distribution surfacique qui s'atténue dans l'épaisseur.

En assimilant le laser à un faisceau collimaté d'une seule longueur d'onde, dans un faisceau de rayonnement élémentaire de direction \vec{s} , la variation de la densité du flux monochromatique sur la longueur ds est équilibrée par les termes de dissipation (absorption et diffusion du rayonnement dans les directions autre que \vec{s}) et de production (émission et diffusion du faisceau incident dans la direction \vec{s}), Fig.2.5.

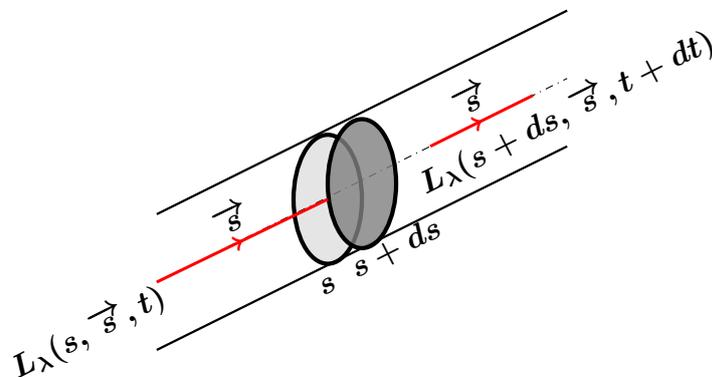


FIGURE 2.5: Faisceau de rayonnement élémentaire

La variation de la luminance radiative sur la longueur ds , peut s'exprimer comme :

$$L_\lambda(s + ds, \vec{s}, t + dt) - L_\lambda(s, \vec{s}, t) = k_\lambda L_\lambda^0(s, t) ds - k_\lambda L_\lambda(s, \vec{s}, t) ds - \sigma_{\lambda,d} L_\lambda(s, \vec{s}, t) ds + \frac{\sigma_{\lambda,d}}{4\pi} \int_{4\pi} (L_\lambda(\vec{s}_i) \phi_\lambda(\vec{s}_i, \vec{s})) d\Omega_i ds \quad (2.1)$$

Sachant que $ds = c dt$ (où c est la vitesse de déplacement et dt le temps) alors, au premier ordre :

$$L_\lambda(s + ds, \vec{s}, t + dt) = L_\lambda(s, \vec{s}, t) + dt \frac{\partial L_\lambda}{\partial t} + ds \frac{\partial L_\lambda}{\partial s} \quad (2.2)$$

Ce qui donne l'équation du transfert radiatif :

$$\frac{1}{c} \frac{\partial L_\lambda}{\partial t} + \frac{\partial L_\lambda}{\partial s} = k_\lambda L_\lambda^0 - k_\lambda L_\lambda - \sigma_{\lambda,d} L_\lambda + \frac{\sigma_{\lambda,d}}{4\pi} \int_{4\pi} L_\lambda(\vec{s}_i) \phi_\lambda(\vec{s}_i, \vec{s}) d\Omega_i \quad (2.3)$$

Sous l'hypothèse de la quasi-stationnarité et en utilisant le coefficient d'extinction β_λ :

$$\beta_\lambda = k_\lambda + \sigma_\lambda$$

$$\frac{dL_\lambda}{ds} \equiv \nabla L_\lambda \vec{s} = k_\lambda L_\lambda^0 - \beta_\lambda L_\lambda + \frac{\sigma_{\lambda,d}}{4\pi} \int_{4\pi} L_\lambda(\vec{s}_i) \phi_\lambda(\vec{s}_i, \vec{s}) d\Omega_i \quad (2.4)$$

En introduisant l'épaisseur optique τ_λ et l'albédo ω_λ , l'équation devient :

$$\tau_\lambda = \int_0^s \beta_\lambda ds \quad \omega_\lambda = \sigma_\lambda / \beta_\lambda$$

$$\frac{dL_\lambda}{d\tau_\lambda} = (1 - \omega_\lambda) L_\lambda^0 - L_\lambda + \frac{\omega_\lambda}{4\pi} \int_{4\pi} L_\lambda(\vec{s}_i) \phi_\lambda(\vec{s}_i, \vec{s}) d\Omega_i \quad (2.5)$$

En introduisant une fonction source $S_\lambda(\tau_\lambda, \vec{s})$:

$$S_\lambda(\tau_\lambda, \vec{s}) = (1 - \omega_\lambda) L_\lambda^0 + \frac{\omega_\lambda}{4\pi} \int_{4\pi} L_\lambda(\vec{s}_i) \phi_\lambda(\vec{s}_i, \vec{s}) d\Omega_i \quad (2.6)$$

L'ETR s'écrit tout simplement :

$$\frac{dL_\lambda}{d\tau_\lambda} + L_\lambda = S_\lambda(\tau_\lambda, \vec{s}) \quad (2.7)$$

Pour un milieu non émissif :

$$k_\lambda = 0 \quad \beta_\lambda = \sigma_{\lambda,d} \quad \omega_\lambda = 1$$

De plus, si la diffusion est monodirectionnelle dans un seul sens :

$$\int_{4\pi} L_\lambda(\vec{s}_i) \phi_\lambda(\vec{s}_i, \vec{s}) d\Omega_i = 0$$

On obtient la loi de Beer-Lambert :

$$L_\lambda(\tau_\lambda) = L_\lambda(0) e^{-\tau_\lambda} = L_\lambda(0) \exp\left(-\int_0^{\tau_\lambda} \beta_\lambda ds\right) \quad (2.8)$$

Si le milieu est homogène et le coefficient β_λ est indépendant du trajet optique, avec $\beta_\lambda = \beta$, on obtient :

$$L_\lambda(\tau_\lambda) = L_\lambda(0)e^{-\beta_\lambda s} \quad (2.9)$$

Avec $L_\lambda(0)$ est la luminance incidente.

Pour un flux incident monochromatique de direction \vec{z} , le flux de chaleur radiatif sera donc :

$$q_r = L(0)e^{-\beta z} \quad (2.10)$$

La puissance volumique engendrée par le flux de chaleur radiatif est :

$$\nabla \cdot q_r = L(0)\nabla \cdot (e^{-\beta z}) \quad (2.11)$$

Cette loi d'atténuation a été identifiée par Défauchy [24] dans son travail de thèse. Sur un banc expérimental, comme montré sur la Fig.2.6, constitué d'une lame NaCl supposée parfaitement transparente à la longueur d'onde du laser CO₂ incident, il a mesuré la puissance transmise à travers différentes épaisseurs d'un lit de poudre polymère. Récemment, dans [64], le même travail était mené et les résultats obtenus sont similaires. Liu et al. [20], par les résultats de simulation du transfert radiatif dans un milieu granulaire utilisant la méthode de Monté Carlo, ont obtenu le même comportement de l'énergie laser qui décroît en profondeur suivant une exponentielle, représenté sur la Fig. 2.7.

Par ailleurs, d'après le travail de Gusarov *et al.* [43], l'effet de la diffraction du faisceau laser par les grains de poudre peut réduire considérablement le dépôt d'énergie au centre du laser, mais son influence est moins importante sur l'élargissement du profil radial de l'énergie déposée. Quant à la distribution surfacique de l'intensité laser $I = L(0)$ est supposée décroître radialement suivant une fonction quasi-gaussienne qui dépend de la puissance maximale du laser P et de la distance radial r :

$$I = \frac{2P}{\pi w^2} e^{-\frac{2r^2}{w^2}} \quad (2.12)$$

où w est la distance radiale à laquelle l'intensité décroît jusqu'à $1/e^2$ de sa valeur au centre du laser, donnée par le rapport entre le rayon du faisceau laser R_l et un coefficient de distribution C [65] :

$$w = \frac{R_l}{C}$$

Defauchy [24] a étudié également la distribution surfacique de la puissance du spot incident. Pour approcher correctement la distribution réelle du spot laser CO₂, représentée sur la Fig. 2.8, il a assigné la valeur de **1.5** au coefficient C au lieu de **2.146** de la littérature [21]. Sur la Fig. 2.9 est tracée la distribution adimensionnelle de l'intensité laser correspondante à chaque coefficient. Le couplage de la distribution gaussienne et de la loi de Beer-Lambert forme un terme source d'énergie volumique qui dépendra en plus de la vitesse de balayage et de l'espacement entre deux passages laser. Si Ref est la réflectivité surfacique du lit de poudre, β est le coefficient d'atténuation moyen dépendant de la nature de polymère et du compactage du lit, le taux d'énergie volumique

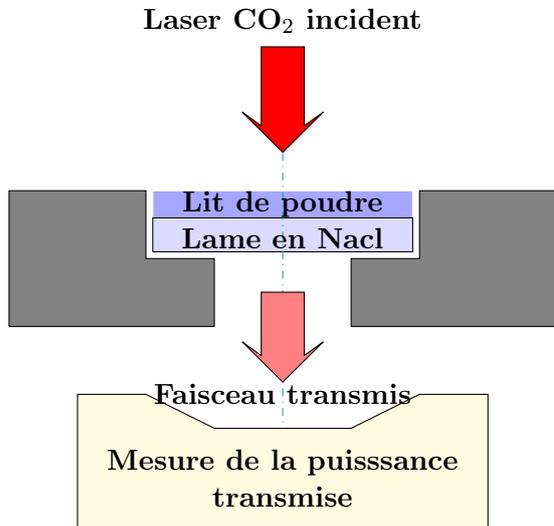


FIGURE 2.6: Banc expérimental d'identification de la loi d'extinction de Beer-Lambert

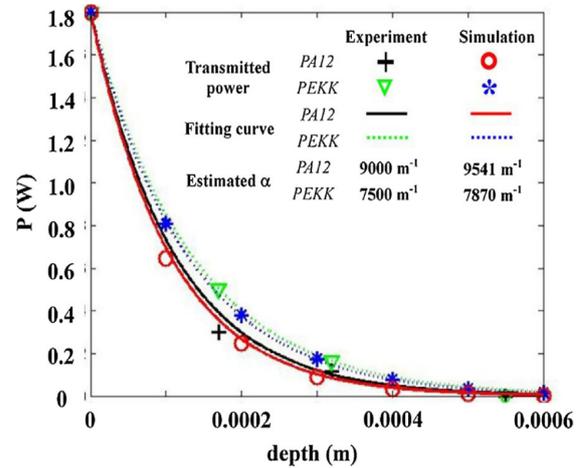


FIGURE 2.7: Résultats des simulations DEM et mesures expérimentales de l'atténuation de la puissance laser dans un lit de poudre [20]

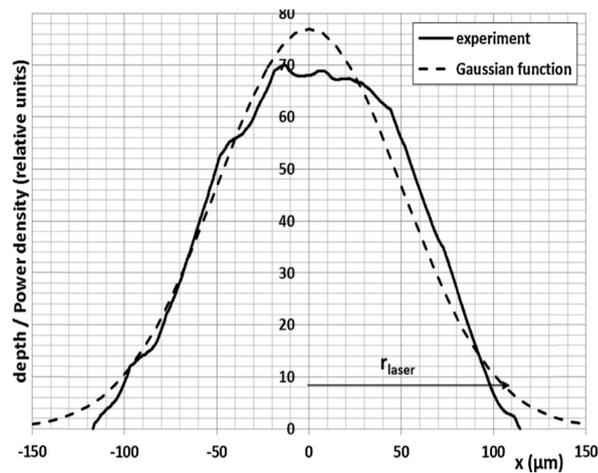


FIGURE 2.8: Profil expérimental de la distribution de l'intensité laser à travers le diamètre [24]

Q déposé en fonction de l'épaisseur de la couche z , pourra être formulé comme :

$$Q = -\nabla_z \cdot q(z) = -(1 - Ref) \frac{2P}{\pi w^2} e^{\frac{2r^2}{w^2}} \nabla \cdot (e^{-\beta z}) \quad (2.13)$$

En exemple, une répartition du taux d'énergie volumique Q en fonction de l'épaisseur d'atténuation et du rayon laser est illustrée sur la Fig. 2.10.

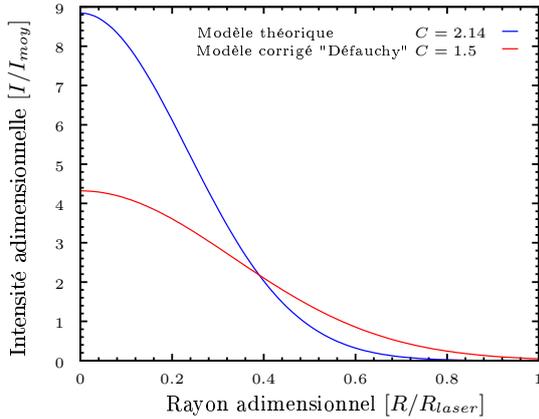


FIGURE 2.9: Répartition surfacique gaussienne de l'intensité du Laser

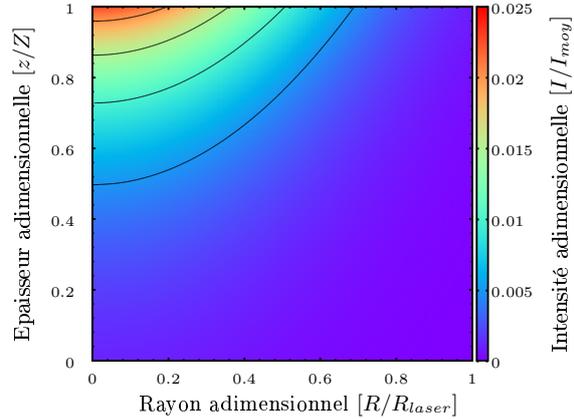


FIGURE 2.10: Atténuation du faisceau Laser selon la profondeur z ($Ref = 0.4$ et $\beta = 7500 \text{ m}^{-1}$)

2.1.3 Formulation du problème de fusion

Le problème de transfert de chaleur avec changement de phase solide-liquide a fait l'objet de nombreux travaux dans la littérature, issus de divers disciplines de recherche. Le phénomène de changement d'état des matériaux concernent non seulement les procédés industriels mais aussi les nouveaux systèmes énergétiques comme le stockage par chaleur latente ou les systèmes d'isolation thermique et de refroidissement [66]. Souvent, dans le milieu scientifique, le problème du changement de phase est communément appelé le problème de Stefan qui a étudié la fonte d'un bloc de glace en suivant la position de l'interface solide-liquide en fonction du temps et de l'espace [66, 67].

La fusion ou la solidification d'un matériau présente une phase solide, une phase liquide et une interface solide-liquide dans le cas d'un matériau pure avec changement de phase à une température précise ou bien une zone de transition pâteuse avec présence des deux phases en même temps. Un changement de phase est endothermique dans le cas de la fusion et exothermique dans le cas de la solidification.

Le changement de phase d'un polymère semi-cristallin (la fusion ou la cristallisation) s'effectue sur une plage de température et donne lieu à une zone de transition lors du passage d'un état de la matière à un autre.

La résolution d'un problème de changement de phase solide-liquide consiste à déterminer le champ de température dans les deux phases ainsi que la position du front de

transition. Dans le cas d'un front de fusion/solidification bien défini, le problème peut s'écrire comme [68] :

$$\frac{\partial(\rho_i h_i)}{\partial t} = \nabla \cdot (k_i \nabla T_i) \quad ; \quad i = l, s \quad (2.14)$$

L'enthalpie totale h_i est reliée à la température T dans chaque phase par la relation suivante :

$$h_s = \int_{T_{ref}}^T C_{p_s} dT \quad (2.15)$$

$$h_l = \int_{T_{ref}}^T C_{p_l} dT + \delta h \quad (2.16)$$

avec δh l'enthalpie de fusion. De plus, les deux équations d'énergie de chaque phase sont couplées par des conditions d'interface liquide-solide.

Pour le changement de phase d'un alliage (comme dans le cas d'un polymère semi-cristallin) avec présence d'une zone pâteuse, l'enthalpie du système liquide-solide est la somme de l'ensemble des enthalpies, telle que :

$$H = h_s + h_l \quad (2.17)$$

Dans cette zone pâteuse, chaque phase est reconnue par son taux de présence f :

- $f_l = 0$ et $f_s = 1$ si le milieu est complètement solide
- $f_l = 1$ et $f_s = 0$ si le milieu est complètement liquide

Et l'ensemble des fractions volumiques $f_{s,l}$ satisfont l'équation :

$$f_l + f_s = 1 \quad (2.18)$$

L'enthalpie du mélange sera donc :

$$H = f_s \int_{T_{ref}}^T \rho_s C_{p_s} dT + f_l \int_{T_{ref}}^T \rho_l C_{p_l} dT + f_l \rho_l \delta h \quad (2.19)$$

L'équation de conservation d'énergie du mélange contrôlée par la conduction sera donc sous la forme :

$$\frac{\partial H}{\partial t} = \nabla \cdot (k \nabla T) \quad (2.20)$$

avec k la conductivité du mélange liquide-solide.

À cause de la non-linéarité due au changement de phase qui apparaisse dans l'équation d'énergie, peu de solutions analytiques sont disponibles pour la résolution de ce type de problèmes, et même si elles existent c'est pour des configurations simples avec des hypothèses simplificatrices. Ceci a incité le développement des méthodes numériques adaptées à cette problématique. Les méthodes numériques appliquées à la résolution des problèmes de changement de phase peuvent être classées en deux grands groupes. Le premier concerne les méthodes de suivi du front liquide-solide ou ce qu'on appelle la formulation forte et le second est les méthodes à grille fixe communément appelées méthodes enthalpiques sous formulation faible [66, 67, 69, 70]. Dans la suite de cette section, on va présenter brièvement les méthodes du premier groupe et on détaillera les méthodes enthalpiques qui nous intéressent pour notre travail.

Méthodes de suivi du front d'interface (formulation de Stefan)

Dans ce formalisme, les équations de conservation sont résolues pour chaque phase, et sont couplées par le biais des conditions à l'interface solide-liquide. Utilisées beaucoup plus pour des problèmes unidimensionnels, elles servent au suivi précis du front de phase dans le temps et dans l'espace. En général, ces méthodes se subdivisent en deux sous-classes :

- **Méthode à grille variable**

Dans ce cas, durant tout le calcul, l'interface liquide-solide est fixée sur les mêmes nœuds de maillage. À chaque pas de temps, en fonction du mouvement de l'interface, tout en gardant le même nombre de point de la grille initiale, on déforme le maillage pour que l'interface se situe toujours sur les mêmes nœuds du départ. À cause de la déformation régulière de la géométrie, à chaque pas de temps, une interpolation des variables de résolution de l'ancien au nouveau maillage est nécessaire. Cette méthode est généralement qualifiée de méthode lagrangienne.

- **Méthode à grille fixe avec pas de temps fixe/variable**

Au lieu d'une interface fixe sur un maillage mobile, cette méthode consiste en l'emploi d'une grille fixe et une interface mobile avec un pas de temps fixe ou variable. Le pas de temps est adapté de telle sorte que l'interface se déplace d'un pas de maillage. La technicité de cette méthode se résume dans la façon dont ce pas de temps est calculé.

En outre, ces méthodes offrent l'avantage de bien capter les différents sauts à l'interface, et obtenir la position de cette interface à chaque pas de temps sans calcul à posteriori. Aussi, pour considérer l'effet du retrait dû au changement de phase, elles permettent d'imposer correctement les conditions dynamiques et thermiques à cette interface. Par contre, ces méthodes restent difficiles à mettre en œuvre et leur extension pour des problèmes multidimensionnels devient complexe. Elles nécessitent toujours une solution initiale et sont incapables de simuler des changements de phases complexes, comme par exemple avec apparition et disparition de phases.

Cependant, dans le cas du changement de phase avec existence des deux phases en même temps dans le même volume élémentaire, ces méthodes ne sont pas applicables, les méthodes enthalpiques leurs sont préférables dans ces cas.

Méthodes enthalpiques

Appelées aussi méthodes à grille fixe ou à formulation faible, elles sont caractérisées par la résolution d'une seule équation continue sur l'ensemble du domaine, sans tenir compte de la singularité du saut à l'interface liquide-solide. La chaleur latente liée au changement de phase est traitée par le biais d'un terme proportionnel inclus dans l'équation d'énergie. Il n'est donc pas nécessaire de faire un suivi explicite du front liquide-solide, sa position est obtenue à chaque instant par un calcul à posteriori. Les difficultés et les limitations que présente la formulation forte, rendent ces méthodes une solution alternative et efficace. Elles s'appliquent facilement à la résolution des problèmes de changement de phase multidimensionnels, que ce soit pour des matériaux

pures ou des alliages. Cette méthode est constituée de trois classes principales [67, 71, 72] :

- **Méthode d'enthalpie totale**

Avec cette méthode, l'équation d'énergie est écrite sous forme de l'enthalpie totale (sensible et latente) et la température est calculée à posteriori. Dans tout le domaine, l'ensemble des propriétés s'obtiennent par la théorie des mélanges, sous l'hypothèse principale que les constituants sont en équilibre thermodynamique.

Pour un changement de phase dominé par la conduction, sous l'hypothèse d'une densité constante, le problème formulé en termes d'enthalpie s'écrit comme :

$$\rho \frac{\partial h}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(k \frac{\partial T}{\partial x} \right) \quad (2.21)$$

Avec une discrétisation implicite en temps, l'équation résultante est non linéaire et ne peut être résolue directement sans approche numérique spéciale. Les méthodes de résolution différent, soit via des solveurs non linéaires comme par la méthode de Newton-Raphson ou bien par des solveurs linéaires couplés à des stratégies itératives. L'obtention de la solution désirée nécessite une relation enthalpie-température dans l'intervalle de changement de phase $2\Delta T$, comme par exemple :

$$T = \begin{cases} \frac{h}{Cp_s} & , & h \leq Cp_s \cdot (T_m - \Delta T) \\ \frac{h + \left[\frac{Cp_l - Cp_s}{2} + \frac{L}{2\Delta T} \right] (T_m - \Delta T)}{\left[\frac{Cp_l - Cp_s}{2} + \frac{L}{2\Delta T} \right]} & , & Cp_l(T_m - \Delta T) < h < Cp_s \cdot (T_m + \Delta T) + L \\ \frac{h - (Cp_s - Cp_l) \cdot T_m - L}{Cp_l} & , & h \geq Cp_l \cdot (T_m + \Delta T) + L \end{cases} \quad (2.22)$$

où L est la chaleur latente de fusion et T_m est la température de mi-fusion.

Parmi les algorithmes les plus efficaces pour améliorer la convergence de cette méthode, on peut citer la technique de prédiction et correction des solutions intermédiaires proposées par Swaminathan et Voller [70].

- **Méthode de capacité thermique apparente**

Ici, l'équation d'énergie est écrite sous forme de température et l'effet du changement de phase est encapsulé dans le terme de la capacité thermique. Dans l'intervalle du changement de phase, la chaleur latente est considérée par l'emploi d'une capacité thermique à valeur modifiée. La fusion ou la solidification est supposée se produire dans une marge de température autour d'une valeur centrée, cet intervalle peut être réel pour les alliages ou fictif pour les matériaux purs.

L'équation de conduction monodimensionnelle avec changement de phase sous forme de température s'écrit selon cette méthode comme :

$$\rho \cdot Cp^A(T) \cdot \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(k \frac{\partial T}{\partial x} \right) \quad (2.23)$$

Le succès de cette approche réside dans l'approximation de la capacité thermique $Cp^A(T)$ durant le changement de phase. La première approche est appelée empirique

ou analytique, et consiste à modifier la capacité thermique dans une marge de température réelle ou fictive $2\Delta T$. Bonacina et al [73] proposent la relation suivante pour la mise à jour de la capacité thermique apparente :

$$Cp^A = \begin{cases} Cp_s & , & T \leq T_m - \Delta T \\ \frac{Cp_s + Cp_l}{2} + \frac{L}{2\Delta T} & , & T_m - \Delta T < T < T_m + \Delta T \\ Cp_l & , & T \geq T_m + \Delta T \end{cases} \quad (2.24)$$

Afin d'approcher la discontinuité du changement de phase isotherme tout en gardant une continuité à l'interface liquide-solide, Yao et Chait [74] ont proposé une modification à cette formulation et ils ont introduit une approximation 'Homographique' de la fonction du Dirac pour décrire l'évolution de la chaleur latente :

$$Cp^A = \frac{Cp_s + Cp_l}{2} + \frac{L}{2\eta(1 + |T - T_m|/\eta)^2} \quad (2.25)$$

Le paramètre η permet de contrôler un changement de phase isotherme ou dans une marge de température. Il prend une valeur entre 0 et 1.

D'autres auteurs ont travaillé sur une approche alternative purement numérique pour estimer la valeur de cette capacité thermique apparente. Parmi ces techniques, on peut citer la méthode de moyenne spatiale proposée par Lemmon [75] :

$$Cp^A = \left[\frac{\nabla H \cdot \nabla H}{\nabla T \cdot \nabla T} \right]^{1/2} \quad (2.26)$$

et celle proposée par Morgan et al [76] basée sur la moyenne temporelle :

$$Cp^A = \left[\frac{H^{m+1} - H^m}{T^{m+1} - T^m} \right] \quad (2.27)$$

m renvoie au nombre d'itérations dans l'algorithme de convergence. Les deux méthodes sont basées sur des stratégies de prédictions-corrrections.

Cette méthode de capacité calorifique apparente, en raison de sa simplicité et de la formulation en température de l'équation d'énergie, a été très adoptée dans la littérature. Néanmoins, elle requiert un pas de temps suffisamment petit pour que l'interface n'avance pas plus d'un nœud en un pas de temps, sinon la chaleur latente dans les points totalement traversés par l'interface n'est pas prise en compte. Généralement, une adaptation du pas de temps pour éviter ce type de problèmes est souvent associée à cette méthode [70]. Avec une discrétisation implicite en temps, du fait du changement de phase mais aussi de la variation des propriétés physiques thermodynamiques, l'équation d'énergie devient fortement non linéaire et une résolution itérative s'impose. Pour une meilleure convergence, on procède également à une stratégie de sous-relaxation.

- **Méthode du terme source**

Cette méthode consiste à séparer l'enthalpie totale en enthalpie sensible et en enthalpie latente prise comme un terme source [68]. Ce terme source est relié au taux de

transformation (la fraction liquide/solide) qui à son tour dépend du temps et de la température. Une seule équation d'énergie est résolue sur l'ensemble du domaine, avec des propriétés moyennées et un terme source variable. Dans le cas d'une fusion, on aura :

$$\rho \cdot C_p \cdot \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(k \frac{\partial T}{\partial x} \right) - \rho \cdot \delta h \cdot \frac{\partial f_l}{\partial t} \quad (2.28)$$

Le taux de présence f_l est estimé localement pour chaque élément du volume de calcul et le suivi de front de fusion se fait par l'évaluation de cette fraction liquide f_l qui prend une valeur de 1 dans la région liquide, 0 dans la région solide et une valeur dans l'intervalle $[0 : 1]$ dans la zone pâteuse. La mise à jour de la solution calculée s'effectue via la relation entre la température et la fraction liquide dans le cas d'une fusion. Pour une évolution linéaire du taux fondu en fonction de la température, on a comme exemple l'approximation suivante :

$$f_l = \begin{cases} 0 & , & T \leq T_m - \Delta T \\ \frac{T - T_s}{T_L - T_s} & , & T_m - \Delta T < T < T_m + \Delta T \\ 1 & , & T \geq T_m + \Delta T \end{cases} \quad (2.29)$$

Pareil que précédemment, une discrétisation implicite fait apparaître une non linéarité due à la fraction liquide présente dans le terme source. Une linéarisation de ce terme nécessitera une résolution itérative en température avec un schéma de prédiction correction pour la fraction liquide. L'efficacité de cette méthode réside dans la manière dont ce terme source est mis à jour après chaque itération.

Pour la linéarisation de ce terme source, les travaux les plus marquants sur la méthode source sont ceux de Voller et *al.* [68, 70, 71, 77, 78] qui ont mené une suite de développement de formulations alternatives et d'algorithmes itératifs. Cette méthode s'adapte à l'ensemble des approches numériques que ce soit EF, VF ou DF, et se distingue des autres par sa rapidité de convergence et sa nature intuitive pour la programmation.

En général, les méthodes enthalpiques présentent des oscillations et nécessitent parfois un maillage assez fin pour une précision comparable à la formulation forte. Cependant, elles présentent tous l'avantage d'être facile à implémenter et couvrent tous les types de changement de phase et de configurations.

Enfin, le choix d'une méthode par rapport à une autre dépend du besoin, de la flexibilité et du coût de calcul. Dans notre cas, par rapport à notre objectif de simuler la fusion et la cristallisation d'un polymère semi-cristallin, la méthode la plus adaptée est la méthode source avec l'algorithme de convergence rapide donné dans [68].

2.2 Frittage et densification

Le frittage, en général, est le processus dans lequel un échantillon de poudre composé de nombreuses particules en verre, en céramique, en métal ou en polymère, est chauffé à une température telle que l'écoulement soit suffisant pour créer des interface entre les particules. Les phénomènes de base qui se produisent pendant ce processus, appelé

frittage, sont la croissance des grains et la densification. La Fig. 2.11 montre une image prise sous microscope électronique au cours de frittage des particules de bronze en fusion [79]. En conséquence, la consolidation entre particules augmente avec le temps.

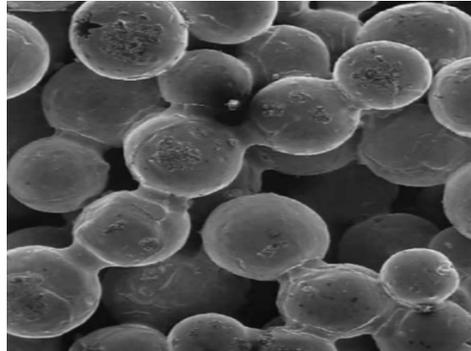


FIGURE 2.11: Images sous microscope électronique de frittage des particules de bronze [79]

On distingue trois type de frittage, frittage à l'état solide, frittage visqueux à l'état liquide ou même un frittage réactif.

Le processus de frittage est étudié traditionnellement pour les matériaux céramiques et métalliques où de nombreux travaux ont été consacrés à la densification de ces poudres. Par contre, la consolidation des poudres polymères est plutôt limitée au cadre de l'étude du procédé de rotomoulage. La majorité des recherches sur la coalescence des particules de polymères ont été liées à ce procédé. La coalescence des polymères se produit à des températures supérieures au point de fusion pour les semi-cristallins ou supérieures à la température de transition vitreuse pour les amorphes. Les particules de polymère en contact les unes avec les autres ont tendance à diminuer leur surface totale par coalescence. La force motrice est la tension superficielle et le principal facteur qui s'oppose à la coalescence est la résistance à l'écoulement, exprimée par la viscosité [80].

Dans le cas du frittage laser sélectif, après l'étalement de la poudre, l'énergie fournie par le faisceau laser provoque l'agglomération des particules de poudre au cours du procédé. La formation d'une masse fondue de polymère à partir des particules de poudre, induite par frittage laser, est pratiquement libre de cisaillement et de toutes forces extérieures. Le polymère a tendance à fondre librement. Cependant, la densification résultante a une influence à la fois sur la propagation du faisceau laser et la diffusion thermique en raison de l'évolution de la porosité du lit de poudre. Ceci dit que la compréhension de la physique de consolidation de la poudre est importante pour modéliser le procédé SLS.

Dans les sections ci-après, on va détailler les étapes d'avancement du frittage visqueux, les différents facteurs dont il dépend, ainsi que les différentes approches de modélisations et leurs modèles mathématiques correspondant.

2.2.1 Étapes de densification

La coalescence entre particules se produit simultanément avec la modification de la structure des pores inter-particules et la forme des grains. Tous ces changements géométriques tendent vers la minimisation de l'énergie interfaciale par la réduction de la surface totale, associés à la liaison (diffusion) entre particules, et renforcent davantage la consolidation de la poudre. Avec la croissance des cols de coalescence (soudure), le nombre de grains diminue tout comme le volume des pores. Ainsi, la coalescence se manifeste à travers de nombreux changements dans la microstructure : augmentation du col de contact, diminution de la surface totale, du nombre de grains et de la population de pores. Le frittage des poudres se produit par étapes, représentant la progression

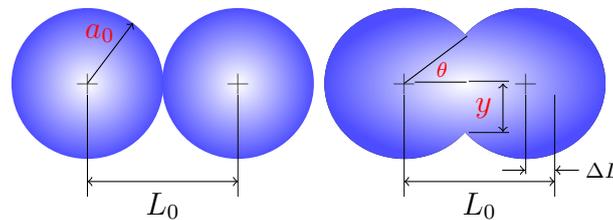


FIGURE 2.12: Schéma de coalescence de deux particules sphériques

géométrique de la transformation de l'état poudre discret en état consolidé homogène. Sur un modèle de coalescence de deux sphères identiques, comme schématisé sur la Fig. 2.12, le frittage est initié d'abord par les contacts ponctuels entre les particules voisines [79]. Dans ces conditions, trois étapes essentielles sont rencontrées :

- Étape initiale - Croissance des contacts

À partir de l'état poudreux discret, après chauffage et fusion, chaque contact entre deux particules s'accroît sans interaction avec les contacts voisins. Cette étape se termine lorsque le col de coalescence atteint approximativement un rapport de taille y/a de 0.33. Dans un échantillon de poudre, cet accroissement se produit simultanément sur chaque contact entre deux particules pour finalement se confondre avec son voisin, comme illustré sur la Fig. 2.13.

- Phase intermédiaire

Durant cette phase, les cols de coalescence se développent et s'interconnectent entre eux pour former un réseau de pores tubulaires ouverts (2.14) qui va se resserrer progressivement en même temps que la porosité totale diminue. Cette combinaison de densification, d'agrandissement de grains, de formation et rétrécissement des pores se poursuit tout au long de cette étape. Au fur et à mesure que la surface de contact solide-solide augmente, la taille des nouveaux grains formés s'accroît de sorte que la taille des grains augmente progressivement et dépasse celle des particules initiales. La géométrie des grains formés par coalescence tend vers un dense tétrakaidécaèdre. Au cours de cette étape, l'essentiel de la consolidation a lieu et avec la densification cette phase intermédiaire s'achève à une densité relative de l'ordre de 92%. À la fin de cette phase, les pores sont sphériques et fermés.

- Étape finale - pores fermés et isolés

Au stade final, l'espace inter-grains se resserre de plus en plus pour former des pores isolés de formes sphériques ou ellipsoïdes. Cette étape est relativement lente par rapport aux deux premières. L'élimination de cette porosité fermée peut s'effectuer par diffusion de gaz dans la phase visqueuse liquide.

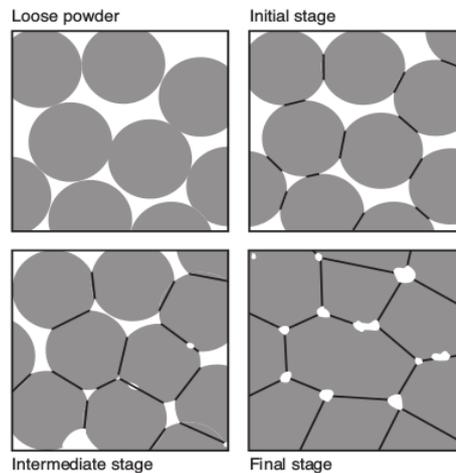


FIGURE 2.13: Illustration de la modification de la structure des grains et des pores durant les différentes étapes de frittage [79]

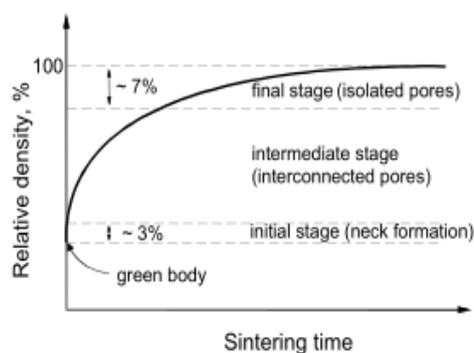


FIGURE 2.14: Schéma montrant la courbe de densification d'un compact de poudre et les trois étapes de frittage [79]

2.2.2 Paramètres influant sur le frittage des poudres

Nombreux sont les paramètres ayant une incidence directe ou indirecte sur la cinétique de frittage. Ceci implique une combinaison de facteurs en interaction, et de différents modes de transfert de masse. Le frittage est un processus à mécanismes multiples où les flux de masse sont additionnés à chaque instant. Le rôle relatif de la température, du temps, du taux de chauffage et de la taille des particules dépend du matériau [79].

- Température

La température est la variable de frittage la plus importante. La coalescence implique une physique thermiquement induite de sorte que toute mesure du frittage ξ (par exemple le rapport de taille du col, la réduction de surface ou le retrait de volume induit) dépend de la température via la relation exponentielle d'Arrhénius :

$$\xi^n = \frac{C}{T} \exp \left[-\frac{A}{RT} \right]$$

où T est la température, A est l'énergie d'activation reliée à la température de fusion du matériau, R est la constante des gaz parfaits, C est une constante et n est un exposant de temps approprié.

- Temps

La notion du temps en frittage est variable. Le maintien du matériau à haute température favorise davantage la croissance des grains, mais des temps plus longs contribuent également à une consolidation de la microstructure. Généralement, un temps de frittage plus long a moins d'influence qu'une température de frittage plus élevée. Cette comparaison est montrée sur la Fig. 2.15 où est tracée l'évolution du carré de col de coalescence en fonction du temps pour trois températures différentes, dans le cas de billes de verre.

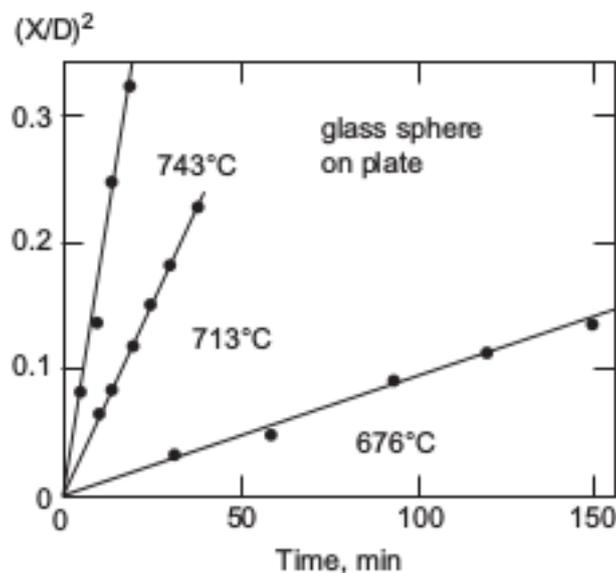


FIGURE 2.15: Évolution en fonction du temps du carré de col de coalescence des sphères de verre frittées à trois températures différentes [79]

- Cinétique de chauffage

Bien entendu, la vitesse de chauffage est une combinaison de temps et de température dans un seul paramètre. Une cinétique de chauffage élevée provoque souvent une diffusion à la surface et réduit la croissance de contact entre les grains. Souvent, on préfère

un chauffage lent à des vitesses de 2 à 10 °C/min avec moins de risque de gauchissement dû à un transfert de chaleur non uniforme.

- Taille des particules

Le diamètre moyen des particules est la caractéristique la plus représentative des échantillons de poudre. Ce diamètre moyen contrôle le vide inter-particule et également la densité de la poudre. Son influence sur le processus de frittage est illustré sur la Fig.2.16 qui représente l'évolution de la densité relative en fonction de la température pour trois tailles de particules de Nickel. On constate qu'au fur et à mesure que la taille des particules diminue, il se produit une baisse de la température de déclenchement du frittage et une densification plus élevée quelque soit la température.

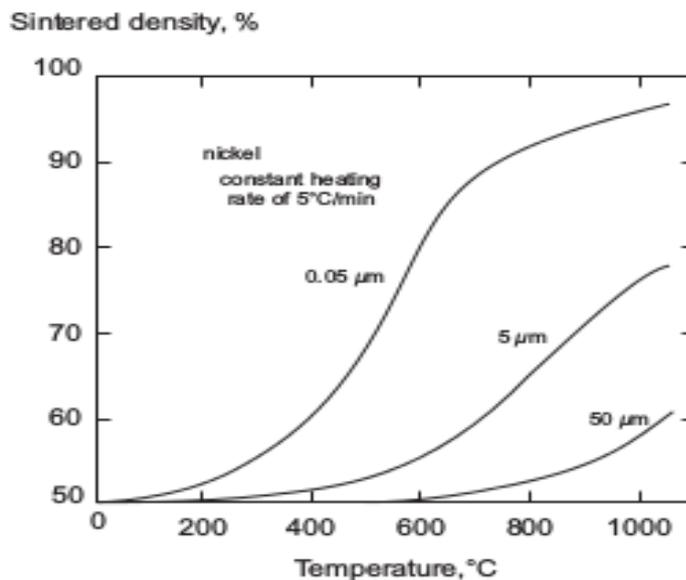


FIGURE 2.16: Densité due à la coalescence en fonction de la température pour trois tailles de particules de Nickel [79]

- Densité de la poudre

La densité des poudres dépend de leur degré de compacité. Généralement, la compacité des poudres est ajustable sur une plage relativement étroite pour une distribution de taille de particules donnée. La densité de l'échantillon de poudre est un paramètre important pour la qualité de frittage, une valeur élevée donne lieu à une bonne agglomération et une densité trop faible rend le matériau difficile à consolider. Une densité élevée de la poudre donne plus de contacts particule-particule et une taille de pore plus petite, les deux facteurs conduisent à un frittage plus rapide.

2.2.3 Approches de frittage visqueux et viscoélastique

En particulier pour les poudres polymères, Kontopoulou [80] a décrit ce processus de frittage en deux étapes successives. Dans un premier temps, les particules adjacentes se collent entre elles en développant des ponts et des interfaces ou il y a peu de changement

de densité du système. Puis, suivi de la densification, durant laquelle le réseau formé se resserre et forme des cavités d'air piégées retardant davantage la formation d'un bain fondu homogène. Si la fusion est suffisamment lente, il y a augmentation de la densité par dissolution de ces bulles d'air qui seront conduites vers la surface.

Le processus se produit en deux étapes successives : d'abord la coalescence puis la diffusion de l'air dans le polymère, comme décrit plus bas.

Coalescence

Le premier modèle analytique pour la description de la coalescence de deux sphères identiques est proposé par Frenkel [81] en 1945. À ce jour la plupart des modèles mathématiques de frittage visqueux reposent sur ce modèle. Frenkel a appliqué un bilan énergétique pour décrire les premiers instants de la coalescence de deux particules sphériques identiques, en considérant que le travail des forces de tension de surface effectué pour diminuer la surface totale est égale à l'énergie dissipée produite par l'écoulement. Cependant, il a supposé un écoulement uniaxial uniforme vers la surface de contact entre les deux sphères et que le rayon varie au fur et à mesure de la coalescence afin de préserver le volume des sphères, voire Fig. 2.12.

$$\frac{y}{a(t)} = \left(\frac{3 t \Gamma}{2 \eta a_0} \right)^{1/2} \quad (2.30)$$

où a_0 est le rayon initial de la particule, t est le temps de la coalescence, $a(t)$ est le rayon de la particule à l'instant t , y est le rayon du col de la coalescence, Γ est la tension de surface et η est la viscosité.

Eshelby (1949) [82] a souligné que l'équation de continuité de l'écoulement visqueux incompressible n'est pas respectée lors de l'élaboration du modèle de Frenkel. Il a proposé une correction au modèle appelé par la suite le Modèle Frenkel / Eshelby :

$$\frac{y}{a(t)} = \left(\frac{t \Gamma}{\eta a_0} \right)^{1/2} \quad (2.31)$$

Malgré la simplicité du modèle et les différentes hypothèses utilisées, il peut renseigner sur l'effet des propriétés du matériau et de la taille des particules sur l'avancement de la coalescence. Mais il reste valable que pour les premiers instants de la coalescence et pour un processus isotherme.

Par la suite, ce raisonnement de Frenkel a été repris par plusieurs auteurs, soit pour développer d'autres modèles de coalescence à partir de deux sphères identiques comme Exner et Petzow [83], ou l'élaboration d'autres modèles géométriques d'analyse de frittage visqueux tels les travaux de Mackenzie & Shuttleworth [84] et Scherer [32] [85]. Scherer [32] a développé le modèle dit de pores ouverts, qui suppose un réseau tridimensionnel régulier de cylindres inter-connectés. Il a utilisé ce modèle pour analyser la phase initiale et intermédiaire du frittage visqueux. Comme cellule représentative du milieu discret, Scherer a choisi un réseau cubique constitué de cylindres situés sur toutes les arêtes, comme montré sur la Fig.2.17, à partir desquelles la surface totale

a été calculée. Par l'application du bilan énergétique de Frenkel, il a obtenu une relation analytique de l'évolution de la densité relative en fonction du temps. Cependant, le modèle n'est plus valable lorsque les pores sont piégés dans chaque cellule durant la dernière phase de densification. Scherer [85] a étendu son raisonnement aux distributions bimodales de tailles de pores. Partant des équations d'écoulement de Stokes,

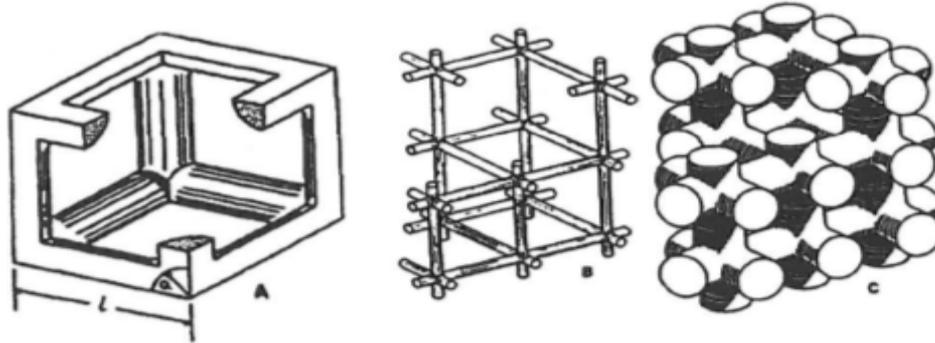


FIGURE 2.17: Microstructure développée par Scherer [85]

sans aucune hypothèse sur la déformation et l'écoulement se produisant au cours de la coalescence, Hopper [86] a résolu analytiquement le problème de la coalescence sur le modèle des cylindres. Une vérification expérimentale de la solution de Hopper pour la coalescence de deux cylindres a été effectuée par Korwin et al. [87]. Ils ont observé un bon accord entre les formes obtenues expérimentalement et les prédictions théoriques de Hopper [86].

Dans le cadre de l'étude du procédé de rotomoulage, Pokluda et *al.* [88] ont repris le modèle de Frenkel / Eshelby pour prendre en compte l'effet de la variation du rayon de la sphère $a(t)$ au cours de la coalescence. Sous l'hypothèse de masse volumique constante, à chaque instant t , le volume du système est invariant et par conservation de la masse on aura :

$$\frac{2}{3}\pi a(t)^3(1 + \cos \theta)^2(2 - \cos \theta) = \frac{8}{3}\pi a_0^3$$

Et donc le rayon de la particule à chaque instant t est obtenu par l'équation suivante :

$$a(t) = a_0 \left(\frac{4}{(1 + \cos \theta)^2(2 - \cos \theta)} \right)^{1/3}$$

Les forces de surface participant à la coalescence dépendent de la tension superficielle et de la variation de surface, leur travail W_s peut être qualifié comme :

$$W_s = -\Gamma \frac{dS}{dt}$$

$$S = 4\pi a(t)^2(1 + \cos \theta)$$

où S est la surface totale des deux sphères. En prenant en considération la variation du rayon de la particule dans le temps, le travail des forces de surface devient :

$$W_s = \Gamma \frac{8\pi a_0^2 2^{1/3} \cos \theta \sin \theta}{(1 + \cos \theta)^{4/3} (2 - \cos \theta)^{5/3}} \frac{\partial \theta}{\partial t}$$

La déformation est supposée constante, le tenseur de déformation d'une transformation élongationnelle à volume constant est exprimée comme :

$$D = \begin{pmatrix} -2\dot{\epsilon} & 0 & 0 \\ 0 & \dot{\epsilon} & 0 \\ 0 & 0 & \dot{\epsilon} \end{pmatrix}$$

Le travail des forces visqueuses pour un fluide newtonien peut être exprimé en fonction du volume mis en jeu V et du tenseur de déformation D , comme :

$$W_v = \int \int \int_v ((2\eta D) : D) dV$$

En reliant le taux de déformation $\dot{\epsilon}$ à la variation du rayon de la particule et en équilibrant le travail des forces de surface avec le travail des forces visqueuses, Pokluda et *al.* [88] ont obtenu l'équation de la variation de l'angle de coalescence θ :

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} = \frac{\Gamma}{\eta a} \frac{2^{-5/3} \cos \theta \sin \theta (2 - \cos \theta)^{1/3}}{(1 - \cos \theta)(1 + \cos \theta)^{1/3}} \quad (2.32)$$

Cette équation nécessite une résolution numérique et l'évolution du col de coalescence s'obtient par un calcul à posteriori :

$$\frac{y}{a(t)} = \sin \theta \quad (2.33)$$

Par comparaison aux résultats expérimentaux, montré sur la Fig.2.18, les prédictions du modèle sont relativement en bon accord avec les mesures ainsi qu'avec le modèle de Hopper [86]. Les modèles mentionnés basés sur les hypothèses de Frenkel sont bien

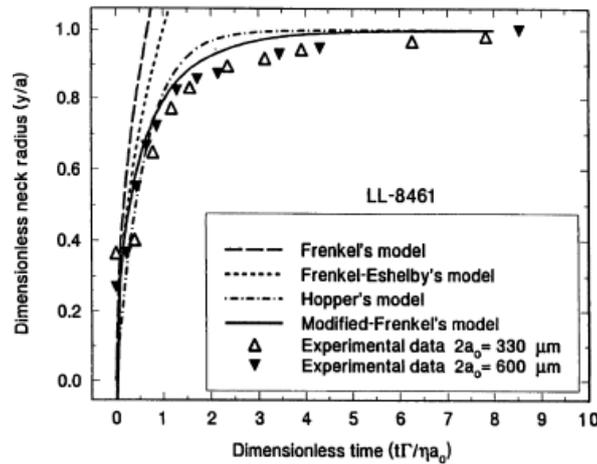


FIGURE 2.18: Comparaison entre les prédictions du modèle modifié de Frenkel et les autres modèles théoriques avec les mesures expérimentales sur la poudre de la résine LL-8461 a 130 °C [88]

établis pour le frittage des matériaux amorphes ayant un comportement newtonien en

écoulement avec une coalescence régie par les forces de tension de surface comme forces motrices et freinée par les forces visqueuses.

Concernant le frittage des polymères, de nombreux travaux expérimentaux ont montré une discordance entre la théorie du frittage visqueux et les mesures où est constaté que les modèles newtoniens prédisent une coalescence plus rapide que celle observée. Contrairement aux fluides newtoniens, les polymères montrent un certain écrouissage à l'élongation. Un fluide avec une grande viscosité élongationnelle montrera une résistance élevée à la coalescence puisque l'écoulement impliqué durant est essentiellement extensionnel. L'expérience a également montré que les résines ayant une grande élasticité à l'état fondu coalescent lentement [88]. Ce résultat, révoque l'hypothèse que les polymères ont des propriétés purement visqueuses et que des facteurs autres que la tension superficielle et la viscosité jouent un rôle dans la coalescence des grains de polymère [88]. En effet, les propriétés rhéologiques des polymères sont viscoélastiques et ne peuvent plus être décrites comme étant uniquement visqueuses. Mazur et al. [89] dans leur travail expérimental ont montré l'importance de la déformation non visqueuse sur la croissance de contact des sphères viscoélastiques. Ils ont même observé une similitude entre la forme des courbes de fluage et celles de croissance de la coalescence. Par modélisation, Jagota et al. [90] ont montré que la croissance par contact viscoélastique ne peut être expliquée uniquement par des forces de réduction de surface. Les modèles de description de la coalescence des polymères de Jagota et al. [90], et de Lin et al. [91] suggèrent que la phase initiale de la coalescence des particules de polymère se produit par déformation viscoélastique puis entraînée par les forces de surface. Récemment, Bellehumeur [92] dans son étude de la croissance de l'angle de contact entre les grains de polymères, a montré l'effet notable du caractère viscoélastique du polymère fondu sur la coalescence.

Sur le même modèle de deux sphères identiques de Frenkel, en reprenant le développement mené par Pokluda et al. [88], Bellehumeur [92] a incorporé le comportement viscoélastique du polymère en introduisant le modèle constitutif de Maxwell dans la description de la coalescence, et a fait apparaître un nouveau paramètre dans le modèle qu'est le temps de relaxation du matériau τ . L'équation constitutive de Maxwell peut être écrite comme :

$$\tau \dot{\sigma} + \sigma = 2\eta D \quad (2.34)$$

ou σ est le tenseur des contraintes et $\dot{\sigma}$ est la dérivée convectée supérieure temporelle du tenseur des contraintes.

L'écoulement au cours de la coalescence est supposé extensionnel à déformation angulaire nulle. La croissance du col pendant la coalescence des particules du polymère fondues est très lente (au moins un ordre de grandeur plus lent que les temps caractéristiques du matériau). En supposant un écoulement stationnaire l'Eq(2.34) devient :

$$\sigma + \Lambda \tau (D \cdot \sigma + \sigma \cdot D) = 2\eta D \quad (2.35)$$

Alors on obtient les composantes principales du tenseur des contraintes :

$$\sigma_{yy} = \frac{-4\eta \dot{\epsilon}}{1 - 4\Lambda \tau \dot{\epsilon}} \quad (2.36)$$

$$\sigma_{xx} = \sigma_{zz} = \frac{2\eta\dot{\epsilon}}{1 + 2\Lambda\tau\dot{\epsilon}} \quad (2.37)$$

En remplaçant les contraintes par leurs formules dans l'expression du travail des forces visqueuses du modèle visqueux et en équilibrant avec le travail des forces de surface, une équation différentielle non linéaire est obtenue :

$$8(\Lambda\tau k_1 \frac{\partial\theta}{\partial t})^2 + (2\Lambda\tau k_1 + \frac{\eta a k_1^2}{\Gamma k_2}) \frac{\partial\theta}{\partial t} - 1 = 0 \quad (2.38)$$

$$k_1 = \frac{\sin(\theta)}{(1 + \cos\theta)(2 - \cos\theta)} \quad \text{et} \quad k_2 = \frac{2^{-5/3} \cos\theta \sin\theta}{(1 + \cos\theta)^{4/3}(2 - \cos\theta)^{5/3}}$$

où Λ est la constante du modèle de *Maxwell*, et vaut 1 pour le modèle UCM (Upper Convected Maxwell Model) qui décrit mieux le comportement viscoélastique des polymères.

Les auteurs ont appliqué le modèle pour la prédiction de la coalescence des particules de résine et un de leurs résultats est représenté sur la Fig.2.19. Ils ont obtenu une description plus précise de la coalescence par rapport au modèle newtonien mais une différence est observable par rapport aux expériences durant les derniers instants. Pour

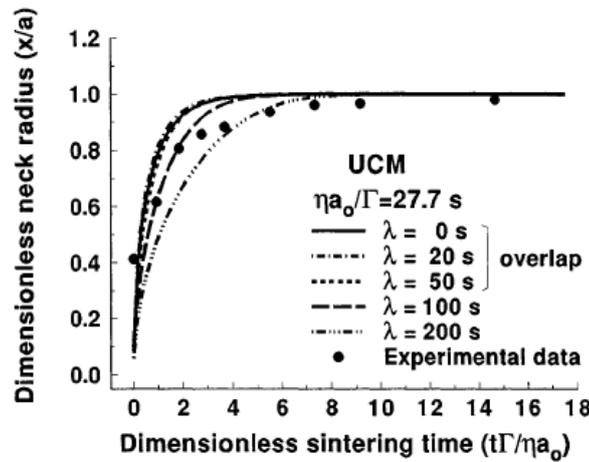


FIGURE 2.19: Comparaison entre le modèle viscoélastique du modèle de Frenkel modifié avec l'équation constitutive UCM par rapport aux mesures expérimentales sur la résine PP-XP1 [92]

prédire la cinétique de densification de pores monodispersés, Scherer [32], [85] a traduit l'évolution géométrique des différentes cellules types (sphères, cylindres, tétraèdres) en termes de densité relative. Pareils avec le modèle de deux sphères identiques, pour traduire le modèle de Frenkel en expression de densité, sous certaines hypothèses géométrique sur l'évolution de l'angle θ et la distance entre les centres des sphères ΔL , comme présentées sur la Fig.2.12, les rapports $y/2a$ et $\Delta L/L_0$ sont reliés par analogie au modèle des cylindres. Scherer [32] a établi une relation entre l'évolution de l'angle de coalescence θ et la densité relative du matériau fondu. En terme d'évolution du taux

de gaz présent dans le milieu, cela conduit à :

$$\frac{\Delta L}{L_0} = \left[\frac{y}{2a} \right]^2 = \left[\frac{\sin(\theta(t))}{2} \right]^2 = 1 - \left[\frac{\rho_0}{\rho(t)} \right]^{1/3} \quad (2.39)$$

$$L_0 = L(0) = 2a$$

$$\Delta L = L(0) - L(t)$$

où ρ_0 est la masse volumique initiale de l'échantillon poudre et $\rho(t)$ est la masse volumique à chaque instant t . En exprimant l'Eq (2.39) en fonction de la porosité φ , ceci donne :

$$\frac{1 - \varphi_0}{1 - \varphi(t)} = \left[1 - \left(\frac{\sin(\theta(t))}{2} \right)^2 \right]^3 \quad (2.40)$$

$$\varphi(t) = 1 - \frac{1 - \varphi_0}{\left[1 - \left(\frac{\sin(\theta(t))}{2} \right)^2 \right]^3} \quad (2.41)$$

où φ_0 est la porosité initiale et $\varphi(t)$ est la porosité actuelle à un instant t .

Ce modèle décrivant l'évolution du rayon de coalescence en fonction du temps et sa translation en porosité sera utilisé dans notre travail.

Selon Scherer [32], la coalescence ou bien le modèle de pores ouverts reste valable jusqu'à une densité relative de 0.942. Kontopoulou [80], par analogie entre les modèles de deux cylindres et deux particules sphériques, a mentionné que ce rapport de densité 0.942 correspond également à un rapport de col de coalescence $y/a = 0.5$. Une fois que les pores isolés sont formés, le mécanisme de densification devient différent, la disparition des bulles d'air formées à l'intérieur du polymère sera principalement contrôlée par le phénomène de diffusion [80].

Diffusion de l'air

Comme on l'a introduit au début de la section, après l'étape de la coalescence, commence la phase pendant laquelle le réseau de pores se resserre. Avec la diminution de la porosité dans le temps, la densité relative dans la région fondue augmente et les pores peuvent être complètement fermés. Durant cette étape, les interfaces entre les grains ne sont plus libres et le gaz ne peut plus s'échapper comme dans la phase à pores ouverts. Ainsi, le gaz est piégé dans le polymère fondu et le mécanisme de densification devient différent une fois les bulles isolées sont formées. La disparition des bulles piégées dans un fondu est un phénomène contrôlé par la diffusion de gaz de la bulle vers la masse environnante [93]. Kelly [94] a montré que la viscosité élevée du polymère liquide empêche le mouvement des bulles et à une température élevée les bulles commencent à se dissoudre dans le polymère tout en restant stationnaire. Trois facteurs principaux influent sur la résorption de ces bulles ; la diffusion du gaz à la surface de la bulle, la diffusion de ce gaz dissous loin de la bulle dans le polymère fondu et les forces de flottabilité exercées sur la bulle. À haute température, la vitesse à laquelle une bulle de gaz se dissout est déterminée principalement par la capacité de diffusion du gaz dans le fondu.

Les modèles mathématiques de prédiction de la cinétique d'élimination des bulles et de densification durant la phase finale de consolidation, se divisent en deux approches principales. La première, est basée sur la tension superficielle et la viscosité, et surestime la densification. La seconde, représente les modèles qui décrivent la dynamique de la dissolution des bulles dans le fondu polymère en fonction des équations de diffusion de gaz, de quantité de mouvement et de conservation de la masse.

Le modèle de Mackenzie et Shuttleworth [84] (modèle MS) formulé à partir du raisonnement de Frenkel, est généralement accepté afin de décrire la densification pour des densités relatives supérieures à 0,94 [32]. Les auteurs ont considéré une géométrie d'un pore fermé où la densification résulte du rétrécissement d'une bulle sphérique contenue dans un milieu visqueux semi-infini. Pour cette raison, ce modèle est également appelé modèle à pores fermés. Le taux de dissolution de la bulle est calculé par l'énergie de surface accompagnant sa variation de surface. La force motrice de rétrécissement de la bulle est la pression négative résultant de sa concavité. Le modèle MS conduit à une équation de variation en temps de la densité relative du compact consolidé :

$$\frac{\partial \rho_r}{\partial t} = \frac{3\Gamma}{2R_b\eta} (1 - \rho_r) \quad (2.42)$$

où ρ_r est la densité relative et R_b est le rayon initial de la bulle de gaz. La masse volumique relative est définie comme étant le rapport entre la masse volumique $\rho(t)$ à chaque instant t et la masse volumique du matériau dense à atteindre ρ_g .

$$\rho_r = \frac{\rho(t)}{\rho_g} \quad (2.43)$$

La masse volumique de gaz est pratiquement négligeable devant celle du polymère. Sous cette hypothèse, l'Eq.(2.43) écrite en fonction de la porosité $\varphi(t)$ (ou le taux de gaz) peut être formulée comme suivant :

$$\rho_r = \frac{\rho(t)}{\rho_g} = \frac{\rho_g(1 - \varphi(t))}{\rho_g} = 1 - \varphi(t) \quad (2.44)$$

À cette étape, en remplaçant ρ_r par sa nouvelle formule dans l'Eq.(2.42), l'évolution temporelle de la porosité prédite par le modèle MS sera :

$$\frac{d\varphi}{dt} = -\frac{3\Gamma}{2R_b\eta}\varphi \quad (2.45)$$

Certes, ce modèle ne décrit pas la physique réelle d'élimination des gaz piégés par diffusion. Toutefois, il permet de remonter à une estimation de l'évolution de la phase finale de densification avec peu d'informations sur le milieu.

Kontopoulou et *al.* [80], dans leur travail sur le procédé de rotomoulage, ont mené une étude fondamentale sur le problème de présence des bulles de gaz dans les pièces. Sur la même géométrie que le modèle de MS, ils ont développé un modèle de dissolution par diffusion d'une seule bulle de gaz sphérique dans une masse fondue de polymère semi-infini. Sous l'hypothèse de conditions isothermes, les équations de diffusion, de la quantité de mouvement, et de continuité ont été résolues simultanément en tenant

compte de l'équilibre des forces autour de la bulle. Au final, la variation de la taille d'une bulle par diffusion est décrite par les équations suivantes :

$$\frac{dR_b}{dt} = \frac{1}{4\eta} [(P_g - P_f)R_b - 2\Gamma] \quad (2.46)$$

$$\frac{d}{dt} \left(\frac{P_g}{R T} R_b^3 \right) = 3R_b^2 D \left(\frac{\partial C}{\partial r} \right)_{r=R_b} \quad (2.47)$$

où R_b est le rayon initial de la bulle, P_g est la pression à l'intérieure de la bulle, P_f est la pression du système environnant la bulle, R est la constante des gaz parfaits, T est la température de système, C est la concentration de gaz dans le fondu polymère, Γ est la tension superficielle et D est le coefficient de diffusion de gaz.

Pour obtenir la variation de la densité du système $\rho(t)$ par rapport à la densité réelle du fondu ρ_g , un modèle d'une géométrie coquille représentant une bulle contenue dans une cellule du polymère fondu de rayon $R_{cell}(t)$ est utilisé. La relation entre la variation de la taille de la bulle et la densité du système est finalement donnée par l'équation suivante :

$$\frac{\rho(t)}{\rho_g} = 1 - \left(\frac{R_b}{R_{cell}} \right)^3 \quad (2.48)$$

Sous l'hypothèse d'une conservation de volume et de la masse du polymère, les variables $R_{cell}(t)$ et $R(t)$ peuvent être exprimés à chaque instant t en fonction de leurs valeurs précédentes $R_{cell}(t_0)$ et $R_b(t_0)$ par la relation :

$$R_{cell}(t_0)^3 - R_b(t_0)^3 = R_{cell}(t)^3 - R_b(t)^3 \quad (2.49)$$

Enfin, pour la résolution de ce système d'équation, le diamètre des bulles R_b formées initialement dans le fondu est à déterminer par des mesures expérimentales, ou à estimer à partir du volume d'air obtenu à la fin de l'étape de la coalescence [80].

Après une confrontation des prédictions du modèle par rapport aux mesures expérimentales, les auteurs [80] ont observé une différence significative et ont conclu que le mécanisme de dissolution des bulles est différent par rapport aux hypothèses prises pour l'élaboration du modèle. Par la suite, Bellehumeur et Tiang [95] ont repris ce travail et ont résolu les mêmes équations sur un arrangement stratifié de particules de poudres de même diamètre. Par contre, le diamètre initial des bulles de gaz est déterminé en fonction de la surface de la cavité formée entre les particules. Plusieurs arrangements tridimensionnels ont été considérés pour différentes densités de poudre. En se servant de l'équation de la diffusion d'un gaz à température constante et de l'équation de conservation de la masse, et sous l'hypothèse que les bulles de gaz restent stationnaires dans le fondu, Gogos G. [96] a développé un modèle pour traduire la diminution de la taille des bulles d'air dans le polymère fondu en fonction du temps pour différentes conditions de saturations du polymère fondu. Pour un polymère non saturé en gaz :

$$\frac{dR_b}{dt} = -D \frac{H_g P_\infty - C_\infty}{\rho_\infty} \frac{1}{R_b} \quad (2.50)$$

Pour un polymère saturé et une fusion conduite par la tension superficielle :

$$\frac{dR_b}{dt} = -D \frac{H_g P_\infty \frac{2\Gamma}{R T_\infty} \frac{1}{R_b} \frac{1}{R_b}}{\rho_\infty + \frac{4\Gamma}{3 R T_\infty} R_b} \quad (2.51)$$

ρ_∞ : densité de la bulle à tension superficielle nulle.

D : coefficient de diffusion du gaz.

R_b : rayon de la bulle.

C_∞ : concentration en gaz loin de la bulle.

H_g : constante d'*Henry* du gaz.

P_∞ : pression ambiante.

Γ : tension superficielle du système gaz-polymère.

R : constante des gaz parfaits.

T_∞ : température du système.

Toutefois, ces modèles formulés à partir de l'équation de diffusion des gaz, dépendent fortement du taux de saturation en gaz dans le polymère fondu. Il a été constaté que des petites variations du taux de saturation entraînaient de grandes variations dans la dynamique de la dissolution des bulles [95]. D'ailleurs, leur dépendance à plusieurs paramètres qui sont parfois difficiles à mesurer, limite considérablement leur utilisation.

2.2.4 Densification dans le procédé SLS

Bien que les études de frittage des polymères souvent limitées notamment au procédé du rotomoulage, la physique de densification impliquée dans le frittage sélectif au laser reste la même. En la circonstance, les travaux dédiés à l'étude du processus de consolidation dans le procédé SLS sont plutôt rares. Les contributions portent sur des modèles théoriques comme des études expérimentales. Le premier travail est celui de Nelson et al. [12] concernant l'étude de la densité d'un polycarbonate amorphe fondu par laser. Le caractère visqueux de la densification du matériau amorphe est modélisé par une évolution de type Arrhenius dont les paramètres identifiés par régression des mesures expérimentales. En considérant le même matériau, sur un modèle éléments finis 3D et sous l'hypothèse d'un milieu continu homogène, Bugeda et al. [31] ont simulé le procédé de frittage du polycarbonate avec prise en compte de la densification. La coalescence est modélisée par la formulation du taux de contrainte de Scherer et le modèle de MS pour l'étape finale de la densification. En ignorant tout changement de volume dû au changement de densité. Steinberger et al. [97] ont repris les travaux de Pokluda et al. [88] et introduit le comportement viscoélastique des polymères par le couplage avec une fonction de relaxation caractérisée. Ils ont également mené des mesures sur un banc expérimental permettant le suivi de l'épaisseur d'un lit de poudre fritté au laser. Le suivi transitoire de la hauteur du lit est considéré comme étant représentatif de la cinétique de frittage et du processus de densification. Les simulations ont été confrontées aux mesures et les résultats obtenus sont montrés sur la Fig. 2.20. Un bon compromis a été trouvé entre le modèle de frittage viscoélastique et les données expérimentales. Cependant, cela constitue le premier travail portant sur la modélisation de

la cinétique de frittage des polymères semi-cristallins suivi d'une validation dans des conditions proches de SLS. Par la suite, Schultz [11] dans son travail sur le frittage au

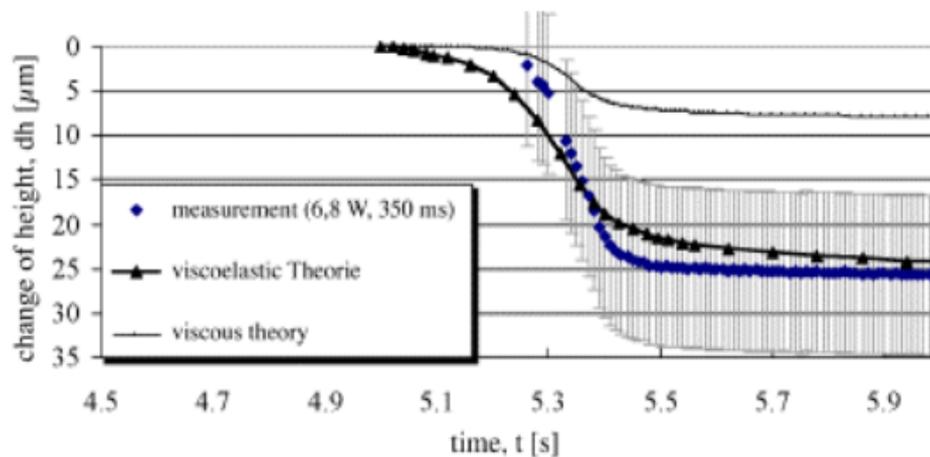


FIGURE 2.20: Comparaison entre théories et mesures expérimentales sur le frittage d'un polymère semi-cristallin [97]

laser d'un polymère semi-cristallin, pour prendre en compte le caractère viscoélastique du polymère, a modélisé le processus en combinant deux mécanismes de frittage visqueux et viscoélastique. Récemment, Liu et *al.* [19] [20] dans ses simulations à l'échelle microscopique, a pris en compte la cinétique de croissance des grains de polymère via le modèle visqueux développé par Pokluda, ainsi que le processus de diffusion de l'air par le modèle de Kontopolou. L'influence de l'évolution de la surface de contact entre particules sur le transfert thermique est également considérée.

Sur la base de la discussion ci-dessus, dans le chapitre 3, nous proposerons un modèle de prédiction de la densification durant le procédé SLS en combinant la coalescence viscoélastique et le processus de diffusion.

2.3 Solidification et Cristallisation

Actuellement les matériaux les plus utilisés dans le procédé SLS pour des pièces fonctionnelles sont les polymères semi-cristallins. Ces matériaux sont constitués partiellement d'une phase cristalline et d'une phase amorphe, et leurs propriétés d'usage sont déterminées en fonction du taux de cristallinité. Au cours du refroidissement d'un semi-cristallin fondu, la cristallisation a lieu entre la température de fusion et la température de transition vitreuse. La phase cristalline durant cette transition, en fonction des conditions de refroidissement appliquées, provoque un dégagement de chaleur latente et une variation de la microstructure du matériau. Ainsi, les propriétés finales à l'état solide dépendent essentiellement du taux de cristallinité atteint.

Le comportement des polymères semi-cristallins en cours de refroidissement se distingue par une étroite dépendance entre la cinétique de cristallisation et les conditions

thermiques [98]. Généralement, la cristallisation est accompagnée d'un retrait non négligeable, et est la cause de développement des contraintes résiduelles qui donnent lieu à des déformations et distorsions géométriques [99]. Comme la cinétique de cristallisation dépend de la nature du polymère et surtout de l'histoire thermique, la modélisation de la cinétique de cristallisation s'avère indispensable pendant la simulation du refroidissement d'un polymère semi-cristallin.

Pour les raisons cités ci-dessus, l'intégration d'un modèle de cinétique de cristallisation est absolument nécessaire pour une modélisation multiphysique globale du procédé SLS. Dans cette section, la théorie globale de la cinétique de cristallisation et la formulation mathématique correspondante sont rappelées, telle qu'elles seront introduites dans notre modèle globale du procédé SLS.

2.3.1 Théories de la cristallisation

Le processus de cristallisation consiste en un réarrangement des chaînes polymères conduisant à la formation de structures ordonnées et de régions semi-cristallines. Les propriétés thermophysiques dans ces régions dépendent du degré de cristallinité. La littérature sur la modélisation de la cristallisation est riche [100–105]. Les premières descriptions de la cinétique globale de cristallisation ont été fondées par les théories d'Avrami qui ont servi de base pour l'élaboration d'autres modèles plus adaptés. La cinétique de cristallisation peut être décrite différemment selon l'échelle d'étude.

À l'échelle des chaînes polymères, la cristallisation suit un processus de germination et de croissance en plusieurs étapes : germination, croissance, et une éventuelle cristallisation secondaire de perfectionnement [106]. Dans un premier temps, des germes cristallins apparaissent dans le matériau fondu, ensuite leur croissance et le développement des cristaux. Selon Ratta [107], la théorie de germination-croissance la plus complète et la plus adoptée pour la description de la cinétique de cristallisation des polymères est la théorie d'Hoffman et Lauritzen [108].

Alors qu'à l'échelle macroscopique, les théories globales de la cinétique de cristallisation des polymères fondus décrivent l'évolution du volume de matériau qui change de phase de l'état liquide à l'état cristallin solide.

2.3.2 Cinétique globale de cristallisation

Les théories globales de la cinétique de cristallisation décrivent l'évolution du taux de cristallisation α en fonction du temps t et de la température T au regard des conditions thermodynamiques [109].

Le taux de transformation volumique α est défini comme le rapport de la fraction volumique cristallisée X_c sur la fraction volumique cristallisable X_∞ . Il ne doit pas être confondu avec le taux de cristallinité, qui différencie les structures amorphes et ordonnées au sein de l'état solide du polymère [101, 106].

$$\alpha = \frac{X_c(t, T)}{X_\infty}$$

Ce taux de transformation α varie entre 0 à l'état fondu amorphe et 1 à l'état solide en fin de cristallisation. Par contre, X_∞ dépend des conditions de cristallisation et du type de matériau.

Les théories globales de cinétique de cristallisation reposent sur deux approches distinctes : l'approche géométrique exprimant la fraction volumique occupée par la partie cristalline, et l'approche probabiliste qui évalue la probabilité qu'une fraction de volume soit transformée en entité cristalline. Les deux approches se basent sur les mêmes hypothèses [104] et fournissent des résultats identiques, mais qui se différencient dans leurs formalismes mathématiques [101, 106].

La nature intégrale de l'approche probabiliste, comme représenté par Kolmogoroff, la rend peu adaptée pour une utilisation en simulation numérique [106]. Par rapport à notre besoin, pour un couplage avec le modèle thermique global du procédé SLS, la formulation mathématique de l'approche géométrique à caractère différentiel est préférable.

L'approche géométrique exprime le taux de cristallisation gouvernée implicitement par les deux mécanismes de germination et de croissance. Selon les conditions de température de transformation on a :

- **Cristallisation en conditions isothermes : Théorie d'Avrami**

Dans le cas d'une cristallisation dans des conditions isothermes, l'équation générale d'Avrami-Evans permet l'obtention du taux de transformation en faisant l'hypothèse supplémentaire que la vitesse de croissance cristalline ne dépend que de la température, et donc constante dans le cas isotherme [101, 106]. L'équation générale d'Avrami décrit le taux de transformation volumique $\alpha(t)$ en fonction du temps t sous la forme suivante :

$$\alpha(t) = 1 - \exp(-k_{av} t^{n_{av}}) \quad (2.52)$$

où n_{av} est l'exposant d'Avrami qui dépend des caractéristiques géométriques de la croissance, pour une germination en 3 dimensions $n_{av} = 3$, et k_{av} est le paramètre d'Avrami qui dépend de la température, de la géométrie et de la concentration des germes.

La théorie générale d'Avrami constitue la base pour le développement de la théorie de cristallisation en conditions anisothermes. En conditions anisothermes, la cinétique de cristallisation sera dépendante du temps et de l'évolution de la température durant le refroidissement.

- **Cas de refroidissement à vitesse constante : Théorie d'Ozawa**

Dans le cas d'une cristallisation en conditions anisothermes, il se produit une variation de température en fonction du temps, et donc une dépendance de la constante de cristallisation vis à vis du temps. Pour un taux de refroidissement constant, l'équation d'Avrami modifiée donne comme résultat le modèle d'Ozawa. La théorie d'Ozawa reste valable sous l'hypothèse d'isocinétique stipulant que la vitesse de croissance cristalline et la fréquence d'activation des germes ont la même variation en fonction de la température. Le modèle d'Ozawa pour un refroidissement à vitesse constante est donné

par [101, 106, 109] :

$$\alpha(t) = 1 - \exp\left(\frac{-\kappa(T)}{|dT/dt|^{n_{av}}}\right) \quad (2.53)$$

où $\kappa(T)$ est la fonction de refroidissement pour une cristallisation anisotherme.

• **Cas d'un refroidissement quelconque : Théorie de Nakamura**

Une description plus générale pour un taux de refroidissement quelconque a été développée par la suite par Nakamura et *al.* [110, 111] sur la base de la théorie d'Avrami. L'hypothèse d'isocinétique posée par Ozawa est également prise en compte. L'expression intégrale du taux de transformation pour un refroidissement quelconque s'écrit sous la forme :

$$\alpha(t) = 1 - \exp\left(-\left(\int_0^t K(T)dt\right)^{n_{av}}\right) \quad (2.54)$$

avec $K(T)$ la constante de Nakamura qui caractérise la vitesse de cristallisation ; En supposant que $K(T)$ ne dépend que de la température, une forme différentielle de l'équation de Nakamura a été donnée par Patel et *al.* [112] :

$$\frac{\partial\alpha}{\partial t} = n_{av} K(T)(1 - \alpha) [-\ln(1 - \alpha)]^{\frac{n_{av}-1}{n_{av}}} \quad (2.55)$$

Cette dernière a l'avantage d'être mieux adaptée pour une résolution numérique que la forme intégrale.

La constante $K(T)$ peut être liée à la constante d'Avrami k_{av} par la relation suivante :

$$K(T) = k_{av}^{1/n_{av}} = \ln(2)^{1/n_{av}} \left(\frac{1}{t_{1/2}}\right)$$

Avec $t_{1/2}$ est le temps de demi-cristallisation pour une cristallisation isotherme. Ce temps caractéristique $t_{1/2}$ peut être lié à la théorie de Hoffman-Lauritzen par l'expression :

$$\left(\frac{1}{t_{1/2}}\right) = K_0 \exp\left(\frac{-U}{R(T - T_\infty)}\right) \exp\left(\frac{-K_G(T + T_0)}{2T^2\Delta T}\right) \quad (2.56)$$

Enfin le taux de cristallisation anisotherme de Nakamura peut être obtenu comme suit :

$$K(T) = \ln(2)^{1/n_{av}} K_0 \exp\left(\frac{-U}{R(T - T_\infty)}\right) \exp\left(\frac{-K_G(T + T_0)}{2T^2\Delta T}\right) \quad (2.57)$$

avec K_0 une constante, U définie comme étant une énergie d'activation en [J/mol], T_g la température de transition vitreuse, $T_\infty = T_g - 30K$ la température à laquelle ne peut se produire aucune croissance cristalline, T_0 la température thermodynamique de surfusion, $\Delta T = T_0 - T$ le degré de surfusion, K_G constante reliée aux caractéristiques de germination et R la constante des gaz parfaits.

Pour définir un modèle de cristallisation pour un matériau donné, une série de mesures utilisant la DSC (Differential Scanning Calorimetry) est à effectuer pour l'identification des paramètres. La caractérisation expérimentale est souvent effectuée sous conditions isothermes ou à vitesses de refroidissement constantes, puis à partir du modèle isotherme d'Avrami on remonte aux différents paramètres du modèle anisotherme de Nakamura.

2.3.3 Cristallisation dans le procédé SLS

Dans le procédé SLS, juste après le passage laser, le matériau fritté regagne sa température de préchauffage, ensuite le refroidissement se poursuit graduellement en même temps que le processus de fabrication [99]. Cependant, en raison de la nature de fabrication couche par couche du procédé SLS, l'histoire thermique est complexe, avec des distributions de température hétérogènes dans le bac de fabrication. Dans le cas des matériaux semi-cristallins, le refroidissement s'accompagne souvent des déformations non désirées qui influent négativement sur la qualité finale de la pièce [99]. Il est évident que la cinétique de cristallisation a une influence directe sur le phénomène de distorsion résultant [26]. Du moment où les distorsions mécaniques sont directement liées à la cinétique de cristallisation, à son tour la distribution de température a un rôle important [26].

La cinétique de cristallisation, en revanche, est fortement influencée par la vitesse de refroidissement. Bien que la vitesse de refroidissement dans le procédé SLS soit généralement très lente, elle varie fortement en fonction du temps et de l'emplacement dans la pièce. Il est donc difficile de prévoir la température de cristallisation réelle pendant et après la fabrication [99].

Dans le procédé SLS, l'écoulement est presque nul, ce qui implique un cisaillement négligeable. Pour suivre l'évolution de la cristallisation et sa dépendance avec l'histoire thermique dans le procédé SLS, l'implémentation d'un modèle de cinétique de cristallisation, issu de la théorie globale présentée ci-dessus sera suffisante. Par contre, le modèle devra prédire une cinétique de cristallisation pour des conditions thermiques quelconques.

L'unique travail dédié à l'étude du transfert thermique couplé avec la cinétique de cristallisation pour la simulation du procédé SLS est celui de Amado et *al.* [26], où le modèle anisotherme de Nakamura est utilisé.

Pour notre étude, on détaillera dans le chapitre suivant, la procédure de l'implémentation de la cinétique de cristallisation, ainsi que son couplage avec l'équation d'énergie et l'influence du taux de cristallisation sur les propriétés physiques du polymère semi-cristallin.

2.4 Conclusion partielle

L'état de l'art sur le procédé SLS est poursuivi dans ce chapitre par une description détaillée des phénomènes physiques que l'on peut anticiper en SLS. Nous avons mis en avant les différentes approches utilisées pour modéliser l'apport de chaleur induit par l'interaction laser-matière impliquant le transfert radiatif en milieu granulaire, la conduction, le changement de phase solide-liquide qu'est à l'origine de la consolidation du lit de poudre fondu via la coalescence et la diffusion de l'air, ainsi que la cinétique de cristallisation durant la solidification. Nous avons également évoqué les orientations et choix retenus pour le développement de notre modèle multiphysique.

Dans le chapitre suivant, nous proposons modèle volume fini à l'échelle macroscopique. Le lit poudre est donc supposé continu avec des paramètres d'homogénéisation

qui tiennent compte de la physique propre aux poudres. On va considérer l'interaction ondes-matière par le biais d'un terme source de volume constitué d'une distribution gaussienne couplée à une atténuation de type B er-Lambert. Tout en prenant en compte les diff erentes cin etiques de fusion, de coalescence visco elastique, de diffusion de l'air et de cristallisation qui sont accompagn ees de l' evolution des propri et es du mat eriel. La nature transitoire et dynamique avec les diff erentes  etapes du proc ed e seront  egalement trait ees.

Couplage multiphysique et traitement numérique du problème

Dans ce chapitre, nous allons discuter le développement, l'implémentation et la validation du modèle mathématique modélisant le procédé SLS. L'objectif principal est de prédire par simulation l'état du matériau au cours de la fabrication et d'analyser l'influence des paramètres de la machine SLS sur les caractéristiques finales des pièces produites. Une approche multiphysique à l'échelle du procédé est proposée, prenant en compte l'ensemble des phénomènes intervenant d'une façon couplée. Un modèle thermique est présenté avec des détails concernant les couplages multiphysiques qui gouvernent l'histoire thermique globale : absorption laser, fusion, coalescence, densification, retrait de volume et cristallisation, ainsi que l'évolution de toutes les propriétés thermophysiques du matériau. Pour la résolution numérique, un code 3D basé sur la méthode des volumes finis est développé sous FORTRAN. Le modèle implémenté est confronté dans un premier temps à une validation numérique, ensuite à des comparaisons avec des mesures expérimentales de la littérature. Des résultats tels que le processus de densification et les transferts thermiques avec l'évolution du lit de poudre seront discutés.

3.1 Problème à modéliser

Dans le premier chapitre on a introduit en détail le procédé de frittage laser SLS. La construction d'une pièce se fait d'une manière cyclique couche par couche. Le processus de fabrication peut être divisé en trois étapes essentielles :

- **Préchauffage de la poudre**

Avant le début de construction d'une pièce sur la machine SLS, on remplit d'abord les bacs d'alimentation, et la poudre est préchauffée initialement à une température T_{ini} inférieure au point de fusion du polymère. Le bac de fabrication est maintenu à une température constante T_{bac} . Ensuite, on procède au dépôt d'une épaisseur de poudre prédéfinie sur la base qui va supporter la pièce à fabriquer. Cette poudre est utilisée pour éviter le contact direct entre la pièce à réaliser et le bac de fabrication,

et comme un substrat d'homogénéisation et de résistance thermique pour la première couche. La couche de poudre ajoutée dans le bac de fabrication est initialement à une température T_{ini} , avant le passage laser, sera préchauffée de nouveau à une température T_f plus proche de celle de la fusion du polymère. Cette température T_f est généralement équivalente à celle de la chambre de fabrication.

- **Insolation laser**

Une fois que la couche étalée est préchauffée à la température T_f , viendra la source laser pour apporter l'énergie nécessaire pour fondre sélectivement la surface de la poudre fraîche et également pour améliorer l'adhérence avec la couche précédemment frittée. Lorsque la température est supérieure au point de fusion, les particules de poudre s'agglomèrent pour constituer le matériau consolidé.

- **Étalement de poudre**

À la fin de la fusion sélective de la région prévue sur le bac de fabrication, le piston supportant le bac de fabrication se retire vers le bas avec un déplacement égale à une épaisseur de couche. Ensuite, une nouvelle couche de poudre est déployée par le racleur (ou bien un rouleau) depuis les bacs d'alimentation latéraux. Le rôle de préchauffage du matériau dans les bac d'alimentations est de réduire l'effet de refroidissement induit sur le matériau fondu et d'accélérer ensuite son préchauffage, une fois étalée dans la zone de fabrication, jusqu'à la température T_f .

Couche après couche, ce cycle est répété jusqu'à l'obtention de la totalité de la pièce.

3.2 Modèle global et hypothèses de la démarche

Les phénomènes physiques évoqués durant le procédé SLS sont multiples et complexes. Par conséquent, certaines hypothèses ont été prises en compte pour formuler le modèle mathématique. Nous proposons une modélisation à l'échelle macroscopique en prenant en compte l'ensemble des transitions les plus pertinentes que subit le matériau. Le lit de poudre est considéré comme un milieu continu et homogène contenant une fraction de gaz φ . Du fait de la viscosité élevée du polymère fondu, l'écoulement est quasi-nul durant le procédé ($Reynolds = 10^{-7}$ [24]). Cela revient à considérer que le transfert thermique est purement conductif dans le milieu continu. En outre, pendant l'étalement le contact entre la couche frittée et la couche de poudre est supposé comme étant parfait. Le procédé SLS est initié par insolation laser locale et la majorité des phénomènes accompagnant l'évolution du matériau polymère sont thermiques ou thermiquement induits. Ceci souligne l'importance de la précision du modèle thermique pour la prédiction de la physique mise en jeu. Ainsi, la modélisation du procédé SLS consiste essentiellement en la prise en compte de l'énergie apportée au lit de poudre suite à l'interaction laser-matière, du transfert de chaleur dans le lit de poudre, de changement de phase du matériau de l'état poudre à l'état liquide (fusion) et de l'état liquide à l'état solide (solidification-cristallisation) [21].

On va détailler ci-après notre modèle thermique formulé à l'échelle du procédé, accompagné des quatre sous-modèles principaux : absorption du rayonnement laser, prise en

compte du changement de phase qui englobe la coalescence et la diffusion de l'air, ainsi que la cristallisation due au refroidissement du matériau fondu.

3.3 Modèle de transfert thermique

La simulation du procédé SLS revient à la résolution de l'équation de la conduction pure et transitoire sur le domaine concerné. Le changement de phase d'un polymère donne lieu à une zone de transition lors du passage d'un état de la matière à un autre, la fusion (ou bien la solidification) s'effectue sur une plage de température. Ces changements de phase étant contrôlés par la conduction, la méthode la plus pertinente qui permet de simplifier davantage la résolution numérique est la méthode enthalpique à grille fixe présentée dans le chapitre 2. Le transfert thermique lié au changement de phase sera isolé par le biais d'un terme source dans l'équation d'énergie (chapitre 2) [69].

L'équation d'énergie appliquée sous forme d'un champ de température unique T avec des grandeurs moyennées [113] sur l'ensemble du milieu homogène équivalent est formulée comme :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = \nabla \cdot (\lambda \nabla T) + Q + S_f + S_c \quad (3.1)$$

ρ , C_p et λ sont respectivement la masse volumique, la capacité calorifique et la conductivité thermique du milieu homogène équivalent. Q est la source de chaleur provoquée par le faisceau laser, S_f est le puits de chaleur dû à la fusion de la poudre et S_c est la source de chaleur dégagée durant la cristallisation. Il est à noter que pour les deux termes de changement de phase si l'un existe l'autre est forcément nul. L'ensemble des propriétés ρ , C_p et λ et des termes de chaleur Q , S_f et S_c doivent être formulés par le biais des modèles appropriés. Ci-dessous, on va présenter, premièrement, le modèle d'interaction laser-poudre qui permet de remonter à la source de chaleur volumique Q , ensuite les différents sous-modèle de suivi d'évolution de l'état du matériau durant le procédé pour pouvoir prédire les propriétés du milieu équivalent à chaque instant.

3.4 Modèle d'interaction laser-matière

L'interaction laser-matière a été présentée en détails dans le chapitre 2. Le spot laser est supposé dirigé suivant l'axe perpendiculaire à la surface de la poudre. La distribution de l'énergie laser selon une gaussienne à travers le diamètre du spot et suivant une atténuation de type Beer-Lambert dans le lit de poudre donne lieu à un terme source de chaleur volumique Q formulé comme suivant :

$$Q = I(1 - Ref) \nabla \cdot \left(e^{-\beta(E-z)} \vec{k} \right) \quad (3.2)$$

$$I = \frac{2P}{\pi w^2} e^{-\frac{2r^2}{w^2}} \quad w = \frac{R_l}{1.5}$$

où Ref est la réflectivité surfacique du lit de poudre, β est le coefficient d'atténuation radiatif du lit de poudre pris comme une constante indépendante de la phase et de température, E est l'épaisseur du lit de poudre, \vec{k} est le vecteur unité dans la direction

z , P est la puissance maximale du laser, r est la distance radiale de l'axe du laser, et R_l est le rayon du laser.

3.5 Modèles d'évolution du milieu équivalent

Au cours la fabrication, le matériau polymère passe de son état initial à caractère granulaire à un état liquide après fusion où une partie du gaz est évacuée, puis après refroidissement, les zones frittées se solidifient et cristallisent. Donc, la composition de notre système évolue dans le temps. Pour prendre en compte de ces évolutions dans notre modèle thermique, des modèles appropriés seront utilisés dans chacun de ces trois états du matériau polymère.

3.5.1 Polymère à l'état poudre

La poudre déployée dans le bac de fabrication n'est pas dense. En l'assimilant à un milieu continu avec une porosité φ qui représente la fraction volumique du gaz, ses propriétés doivent donc être homogénéisées en fonction de cette grandeur caractéristique.

- **Masse volumique et capacité calorifique équivalente**

Pour les lits de poudre, Zeng et *al.* [16] ont rapporté que la densité et la capacité calorifique effectives des milieux granulaires peuvent s'exprimer comme la moyenne des propriétés de chaque composant.

$$\rho = (1 - \varphi)\rho_{ps} + \varphi\rho_{gaz} \quad (3.3)$$

$$C_p = [(1 - \varphi)\rho_{ps}(C_p)_{ps} + \varphi\rho_{gaz}(C_p)_{gaz}] / \rho \quad (3.4)$$

Les indices ps , gaz renvoient respectivement au polymère solide et à la phase gazeuse. Ceci reste valable pour l'ensemble des propriétés.

- **Conductivité thermique équivalente**

La porosité initiale de la poudre SLS est d'environ 60%. Dans ce cas, la matrice est le gaz et la phase dispersée sont les grains de polymère. Bien que les grains de polymère présentent des interactions entre eux, cette interaction entre les grains devrait augmenter la conductivité globale du matériau, nous choisissons le modèle du second ordre de Hashin et Shtrikman [114] pour l'estimation de la conductivité de notre poudre :

$$\lambda = \lambda_{gaz} \frac{1 + \xi(d - 1)(1 - \varphi)}{1 - \xi(1 - \varphi)} \quad (3.5)$$

$$\xi = \frac{\lambda_{ps} - \lambda_{gaz}}{\lambda_{ps} + (d - 1)\lambda_{gaz}}$$

Ce modèle présente la possibilité de recalculer les valeurs prédites par variation du facteur géométrique d relatif à la forme des grains. La Fig. 3.1 illustre la variation de la conductivité prédite λ en fonction de la porosité φ .

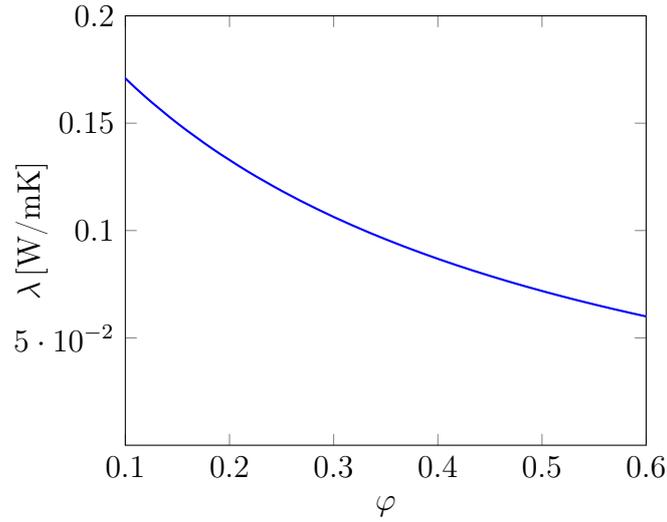


FIGURE 3.1: Conductivité équivalente calculée par le modèle de *Hashin & Shtrikman* en fonction de la porosité φ ($d=2.5$, $\lambda_{ps} = 0.28\text{W/mK}$, $\lambda_{gaz} = 0.03\text{W/mK}$)

3.5.2 Polymère en état de fusion

Après le passage laser, les grains de poudre s'agglomèrent entre eux pour former un bain de polymère fondu et une partie de gaz s'évacue. En effet, cette transformation nécessitera la modélisation du changement de phase solide-liquide et la prise en compte de l'évolution de la densité du lit de polymère (évolution de la porosité) pour remonter aux propriétés du milieu équivalent.

3.5.2.1 Modélisation de la fusion

En présence d'une zone pâteuse constituée d'un mélange des deux phases, chaque phase est reconnue par son taux de présence f , telle que :

- $f_s = 1$ et $f_l = 0$: Si le milieu est complètement solide
- $f_s = 0$ et $f_l = 1$: Si le milieu est complètement liquide

Avec :

$$f_s + f_l = 1$$

Pour traiter la fusion sur une plage de température de $2\Delta T$, une relation entre la fraction liquide f_l (ou f_s) et la température T est nécessaire. Par souci de simplicité du traitement numérique du changement de phase comme expliqué par Voller et *al.* [78], une linéarisation de la fraction liquide dans l'intervalle de fusion, comme schématisée dans la Fig.3.2, est introduite.

$$f_l = \begin{cases} 0, & T \leq T_s \\ (T - T_f + \Delta T)/2\Delta T, & T_s \leq T \leq T_l \\ 1, & T \geq T_l \end{cases} \quad (3.6)$$

avec T_s la température de début de fusion, T_l la température de fin de fusion et T_f est la température de mi-fusion.

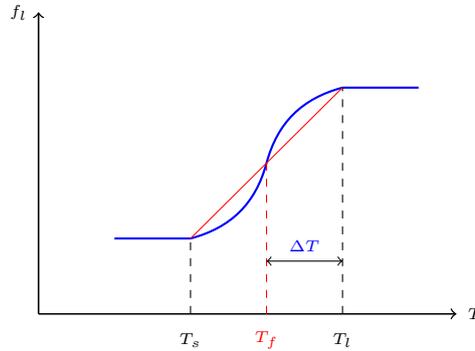


FIGURE 3.2: Linéarisation de l'évolution de la fraction liquide en fonction de la température

3.5.2.2 Modélisation de l'évolution de la porosité du système

Le processus de coalescence se produit en deux étapes, dans un premier temps les particules adjacentes se collent entre elles en développant des ponts et des interfaces. Pendant cette première étape, il y a peu de changement de densité du système, puis, suivi de l'étape de densification, durant laquelle le réseau formé se resserre et forme des cavités d'air. Si la fusion est suffisamment lente, il y a augmentation de la densité par élimination des bulles d'air qui seront conduites à la surface, ou bien piégées dans le polymère [80].

Coalescence

Pour connaître l'évolution du col de coalescence des grains de poudre, le modèle de Bel-lehumeur [88] [92] avec prise en compte du comportement viscoélastique du polymère a été implémenté. Le caractère anisotherme du processus est considéré par l'intermédiaire de la viscosité, du temps de relaxation et la tension de surface qui sont des fonctions de la température :

$$8(\Lambda\tau k_1 \frac{\partial\theta}{\partial t})^2 + (2\Lambda\tau k_1 + \frac{\eta r_0 k_1^2}{\Gamma k_2}) \frac{\partial\theta}{\partial t} - 1 = 0 \quad (3.7)$$

$$k_1 = \frac{\sin(\theta)}{(1 + \cos\theta)(2 - \cos\theta)} \quad \text{et} \quad k_2 = \frac{2^{-5/3} \cos\theta \sin\theta}{(1 + \cos\theta)^{4/3} (2 - \cos\theta)^{5/3}}$$

où Λ est la constante du modèle de *Maxwell* (vaut 1 pour le modèle Upper Convec-ted Model UCM qui décrit mieux le comportement viscoélastique des polymères), θ représente l'angle de croissance de contact entre deux particules, τ est le temps de relaxation du matériau. Les particules en fusion sont supposées être toutes sphériques et avoir le même rayon initial r_0 (le diamètre moyen D_{50} est considéré) , Γ et η sont

respectivement la tension de surface et la viscosité du polymère fondu. Durant cette étape, pour remonter au volume du gaz emprisonné dans le lit fondu, la relation entre l'angle de coalescence θ et la densité relative établie par Scherer [32] est utilisée en termes de variation de porosité du milieu.

$$\varphi(t) = 1 - \frac{1 - \varphi_0}{\left[1 - \left(\frac{\sin(\theta(t))}{2}\right)^2\right]^3} \quad (3.8)$$

où φ_0 est la porosité initiale et $\varphi(t)$ est la porosité actuelle à un instant t en fonction de laquelle seront calculées les propriétés thermophysiques équivalentes ρ , C_p , λ et S_f . Le même auteur stipule que ce modèle reste valable jusqu'à ce que la masse volumique de milieu équivalent égale à 94% de celle du massif polymère. Une fois que cette étape est terminée, la disparition des bulles de gaz emprisonnées dans le polymère fondu sera principalement contrôlée par le phénomène de diffusion [80].

Diffusion de gaz

Le modèle développé par Gogos G. [96] basé sur l'équation de diffusion d'un gaz et de l'équation de conservation de la masse, nécessite des données difficiles à mesurer ou bien à trouver dans la littérature. Des paramètres tels que le coefficient de diffusion massique ou l'hypothèse sur le taux de saturation du fondu polymère en gaz rend ce modèle délicat à l'utilisation. Par ailleurs, le modèle de densification de Mackenzie-Shuttleworth qui décrit le rétrécissement d'une bulle sphérique dans une matrice visqueuse est implémenté sous forme d'évolution de porosité.

$$\frac{\partial \varphi}{\partial t} = -\frac{3\Gamma}{2a_0\eta}\varphi \quad (3.9)$$

Où a_0 est le rayon de pore initiale. Une valeur approximative de ce rayon peut être soit déterminée expérimentalement, ou estimée de telle sorte qu'on assure une continuité d'évolution avec le modèle de coalescence.

3.5.2.3 Propriétés équivalentes dues à la fusion

Durant cette étape les propriétés équivalentes du milieu doivent être exprimées en fonction du taux de polymère fondu et du taux de gaz restant dans le domaine (porosité φ) présent dans le domaine à chaque instant.

- **Masse volumique et capacité calorifique équivalentes**

La fraction liquide f_l et la porosité φ étant des fractions volumiques, la densité et la capacité calorifique équivalentes se calculeront à l'aide d'une double loi de mélange en fonction des propriétés de la phase solide, liquide et gazeuse.

$$\rho = (1 - \varphi) [(1 - f_l)\rho_{ps} + f_l\rho_{pl}] + \varphi\rho_{gaz} \quad (3.10)$$

$$C_p = [(1 - \varphi) [(1 - f_l)\rho_{ps}(C_p)_{ps} + f_l\rho_{pl}(C_p)_{pl}] + \varphi\rho_{gaz}(C_p)_{gaz}] / \rho \quad (3.11)$$

l'indice pl renvoie à la phase liquide du polymère.

• **Conductivité thermique équivalente**

Le Goff et *al.* [98] dans leurs études sur les transferts thermiques durant la solidification d'un polymère semi-cristallin, en assimilant que les sphérolites formées au cours de la cristallisation à des charges sphériques noyées dans une matrice amorphe, ils ont comparé la loi de mélange classique à trois modèles de prédiction de la conductivité dans les milieux composites. Ils ont montré que la différence entre les modèles considérés et la loi de mélange est négligeable. Ceci est dû au faible rapport entre les conductivités de la phase amorphe et semi-cristalline. Ce résultat justifie bien le modèle de loi de mélange choisi pour l'estimation de la conductivité du polymère en changement de phase.

$$\lambda_p = (1 - f_l)\lambda_{ps} + f_l\lambda_{pl} \quad (3.12)$$

L'indice p représente le matériau polymère, ps et pl renvoient respectivement aux phases solide et liquide du polymère.

Après la fusion, le polymère fondu forme un milieu continu contenant des bulles de gaz dispersées dans son volume. Dans ce cas, on se trouve bien dans la situation supposée par Gonzo E. [115]. Comme rapporté dans ses travaux, son modèle corrèle correctement les mesures surtout pour des faibles rapports de conductivité entre la matrice et le matériau dispersé (rapport de 10 dans notre cas). En utilisant ce modèle, la conductivité effective globale de notre milieu équivalent sera formulée comme suit.

$$\lambda = \lambda_p \left(\frac{1 + 2\chi\varphi}{1 - \chi\varphi} \right) \quad (3.13)$$

$$\chi = \frac{\lambda_{gaz} - \lambda_p}{\lambda_{gaz} + 2\lambda_p}$$

• **Enthalpie de fusion**

Le puits de chaleur dans l'Eq.(3.1) est reliée à la fusion. L'enthalpie latente absorbée est obtenue en fonction de l'évolution de la fraction liquide comme proposé par Voller et *al.* [78] selon le formalisme de la méthode source :

$$S_f = -(1 - \varphi)\delta h \frac{\partial f}{\partial t} \quad (3.14)$$

où φ indique que l'enthalpie de fusion dans volume élémentaire du milieu homogénéisé est calculée en tenant compte du taux de polymère solide et de la présence d'une fraction volumique du gaz (ou de la porosité) qui n'absorbe que l'enthalpie sensible [116], et δh est la chaleur latente totale absorbée par le polymère exprimée comme dans [69] :

$$\delta h = \rho_{pl}L + \rho_{pl} \int_{T_l}^T (C_p)_{pl}dT - \rho_{ps} \int_{T_s}^T (C_p)_{ps}dT \quad (3.15)$$

Où L est la chaleur latente de fusion.

3.5.3 Polymère en état de cristallisation

Au cours de cette étape de refroidissement, la cristallisation prend place et un autre terme source va apparaître dans l'équation de l'énergie et correspond à l'enthalpie exothermique générée par la cristallisation. Cette partie cristalline durant son passage de l'état liquide à l'état solide induit également à la variation des propriétés thermo-physiques du matériau. Donc, une modélisation précise du transfert thermique dans ce milieu implique une prise en compte de la chaleur latente dégagée durant le changement de phase liquide-solide et de la dépendance des propriétés thermiques en fonction de la température et du taux de cristallisation.

3.5.3.1 Modèle de cinétique de cristallisation

Au cours et à la fin de fabrication, le polymère fondu se refroidit et selon la cinétique de refroidissement la cristallisation peut avoir lieu à tout moments. Par conséquent, le modèle devra être capable de simuler la cristallisation de polymères soumis à une histoire thermique quelconque : le champ de température pourra varier au cours du temps (conditions transitoire et anisotherme). La cinétique globale de cristallisation décrite par le modèle de Nakamura avec la théorie classique d'Hoffmann-Lauritzen pour un refroidissement quel-conque est considérée [26]. La variation en temps (t) en fonction de la température (T) du taux de cristallinité α est obtenue par l'expression suivante :

$$\frac{\partial \alpha}{\partial t} = nK(T)(1 - \alpha) \left[\ln \left(\frac{1}{1 - \alpha} \right) \right]^{\frac{n-1}{n}} \quad (3.16)$$

où n est l'exposant d'Avrami qui dépend de la géométrie de croissance des cristallites, $K(T)$ est le taux de cristallisation anisotherme donné par la théorie d'Hoffman-Lauritzen :

$$K(T) = \ln(2)^{1/n} \cdot K_0 \cdot \exp \left(\frac{-U}{R(T - T_\infty)} \right) \exp \left(\frac{-K_G(T + T_0)}{2T^2 \Delta T} \right)$$

avec K_0 la constante pré-exponentielle, U l'énergie d'activation, T_G la température de transition vitreuse, $T_\infty = T_G - 30\text{K}$ la température à laquelle la cristallisation se termine, T_0 le point de fusion thermodynamique, $\Delta T = T_0 - T$ correspond à la surfusion, K_G une constante reliée aux caractéristiques de nucléation et R la constante des gaz parfaits.

3.5.3.2 Propriétés équivalentes dues à la cristallisation

Le taux de cristallisation α étant une fraction volumique, les propriétés du milieu équivalent sont obtenues de la même manière que dans le cas de fusion. Comme la cristallisation ne concerne que le polymère en état liquide, les propriétés thermo-physiques de la partie fondue évoluent durant la cristallisation et peuvent être calculées par le biais des lois de mélanges suivante :

$$\rho_{pc} = \alpha \rho_{ps} + (1 - \alpha) \rho_{pl} \quad (3.17)$$

$$(C_p)_{pc} = [\alpha \rho_{ps}(C_p)_{ps} + (1 - \alpha) \rho_{pl}(C_p)_{pl}] / \rho_{pc} \quad (3.18)$$

$$\lambda_{pc} = \alpha \lambda_{ps} + (1 - \alpha) \lambda_{pl} \quad (3.19)$$

Pour prendre en compte l'influence de la cristallisation sur les propriétés thermophysiques de notre milieu équivalent, il suffit de remplacer ρ_{pl} , $(C_p)_{pl}$ et λ_{pl} dans les équations (3.10), (3.11) et (3.12) respectivement par ρ_{pc} , $(C_p)_{pc}$ et λ_{pc} . Il est à noter qu'au cours du refroidissement du polymère, la fraction liquide f_l dans les équations (3.10), (3.11) et (3.12) doit être maintenu inchangé et représente la partie du polymère participant à la cristallisation.

- **Enthalpie de cristallisation**

La cristallisation est accompagnée d'un dégagement de chaleur relatif à l'évolution du taux de cristallinité. De la même manière que le traitement de la fusion, Le terme source du couplage avec l'équation d'énergie (3.1) est obtenue en fonction de la variation du taux de cristallinité α .

$$S_c = \rho_{ps} \delta h_c \frac{\partial \alpha}{\partial t} \quad (3.20)$$

Où δh_c est l'enthalpie de cristallisation.

3.6 Conditions aux limites

Le domaine représentant le lit de poudre est initialisé à la température du préchauffage de la poudre T_{ini} et à une porosité initiale φ_0 . L'équation d'énergie est soumise à deux conditions typiques : à la surface supérieure du lit de poudre, l'échange de chaleur par rayonnement et convection est donné comme suit :

$$-\lambda \frac{\partial T}{\partial n} = -h_{tot}(T - T_{ext}) \quad (3.21)$$

$$h_{tot} = h + \epsilon \sigma (T^2 + T_{ext}^2)(T + T_{ext})$$

avec n la direction normale, T_{ext} la température ambiante de la chambre de fabrication, h le coefficient de convection naturelle, ϵ l'émissivité de surface considérée comme une constante et σ la constante de Stefan-Boltzman.

Pour la surface inférieure et les bords latéraux, aucun échange de flux de chaleur n'est pris en compte. Une condition adiabatique est appliquée :

$$-\lambda \frac{\partial T}{\partial n} = 0 \quad (3.22)$$

3.7 Méthodes numériques

3.7.1 Discrétisation temporelle de l'équation de l'énergie

Le procédé SLS est purement transitoire et implique des phénomènes fortement dépendant du temps. Par conséquent, des schémas temporels sont nécessaires pour la simulation numérique. Une description précise de haute fidélité nécessite des schémas

de discrétisation appropriés. L'équation (3.1) est discrétisé en temps selon le schéma de Crank-Nicolson de second ordre semi-implicite :

$$(\rho C_p)^{n+1/2} \frac{T^{n+1} - T^n}{\Delta t} = \nabla \cdot [(\lambda \nabla T)^n + (\lambda \nabla T)^{n+1}] / 2 + (Q + S_f + S_c)^{n+1/2} \quad (3.23)$$

La source de chaleur provoquée par le laser Q se déplace dans l'espace avec une vitesse de balayage fixe V et le terme $Q^{n+1/2}$ peut être obtenu facilement par une moyenne dans le temps :

$$Q^{n+1/2} = \frac{Q^{n+1} + Q^n}{2} \quad (3.24)$$

Le puits de chaleur de fusion est discrétisé en temps selon le schéma Crank-Nicolson comme suivant :

$$S_f^{n+1/2} = (1 - \varphi^{n+1/2}) (\delta h)^{n+1/2} \frac{(f_l)^{n+1} - (f_l)^n}{\Delta t} \quad (3.25)$$

La source de chaleur de cristallisation est discrétisée aussi de la même manière :

$$S_c^{n+1/2} = \rho_{ps}^{n+1/2} \delta h_c^{n+1/2} \frac{\alpha^{n+1} - \alpha^n}{\Delta t} \quad (3.26)$$

Les termes $(\rho C_p)^{n+1/2}$, λ^{n+1} et f_l^{n+1} dépendent de T^{n+1} qui est la solution à retrouver. Le traitement associé à cette non linéarité est abordé en détail ci-après.

3.7.2 Discrétisation en espace

Dans l'espace, le domaine géométrique modélisé est discrétisé selon un maillage cartésien fixe et régulier. L'équation d'énergie (3.1) appliquée à l'ensemble du domaine de calcul est discrétisée en espace selon la méthode des volumes finis. L'intégration spatiale sur un volume élémentaire $\Omega_{cv} = \Delta x \Delta y \Delta z$ donnera :

$$\int_{\Omega_{cv}} (\rho C_p)^{n+1/2} \frac{T^{n+1} - T^n}{\Delta t} d\Omega = \int_{\Omega_{cv}} \frac{1}{2} [\nabla \cdot (\lambda \nabla T)^n + \nabla \cdot (\lambda \nabla T)^{n+1}] d\Omega + \int_{\Omega_{cv}} (Q + S_f + S_c)^{n+1/2} d\Omega \quad (3.27)$$

Après l'application du théorème de Gauss sur le volume de contrôle Ω_{cv} , l'Eq. (3.27) devient :

$$\begin{aligned} & (\rho C_p)_{i,j,k}^{n+1/2} [T_{i,j,k}^{n+1} - T_{i,j,k}^n] \Omega_{cv} = \\ & \left[\left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \right)_{i-1/2,j,k}^{i+1/2,j,k} \Delta y \Delta z + \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial y} \right)_{i,j-1/2,k}^{i,j+1/2,k} \Delta x \Delta z + \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial z} \right)_{i,j,k-1/2}^{i,j,k+1/2} \Delta x \Delta y \right]^n \frac{\Delta t}{2} + \\ & \left[\left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \right)_{i-1/2,i,j,k}^{i+1/2,j,k} \Delta y \Delta z + \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial y} \right)_{i,j-1/2,k}^{i,j+1/2,k} \Delta x \Delta z + \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial z} \right)_{i,j,k-1/2}^{i,j,k+1/2} \Delta x \Delta y \right]^{n+1} \frac{\Delta t}{2} + \\ & \Delta x \Delta y \left[(Q_{i,j})_{k-1/2}^{k+1/2} \right]^{n+1/2} + \Omega_{cv} S_{f,i,j,k}^{n+1/2} + \Omega_{cv} S_{c,i,j,k}^{n+1/2} \end{aligned} \quad (3.28)$$

Les flux de chaleur sur les surfaces d'un volume de contrôle sont discrétisés suivant un schéma centré du second ordre, par exemple le flux à travers l'interface $(i + 1/2, j, k)$, schématisé sur la Fig. 3.3, est exprimé comme :

$$\left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \right)^{i+1/2,j,k} = \frac{\lambda_{i+1,j,k} + \lambda_{i,j,k}}{2} \frac{T_{i+1,j,k} - T_{i,j,k}}{\Delta x} \quad (3.29)$$

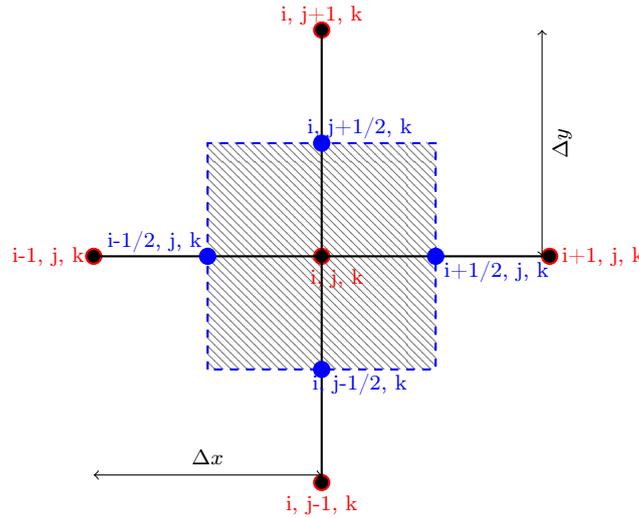


FIGURE 3.3: Une coupe 2D d'un volume de contrôle 3D

3.7.3 Intégration temporelle des sous-modèles

En raison du couplage existant entre l'équation d'énergie et les modèles d'évolution de coalescence, de diffusion et de cinétique de cristallisation, il est nécessaire d'employer un schéma de discrétisation temporelle d'ordre plus élevé. Nous avons utilisé un schéma Runge-Kutta dans une version optimale au 3^{ème} ordre [117]. Nous récrivons l'équation d'évolution temporelle sous la forme générale :

$$\frac{\partial \phi}{\partial t} = L(\phi) \quad (3.30)$$

où $L(\phi)$ est le terme source.

En suivant le principe de construction d'un schéma de Runge-Kutta, nous donnons le schéma de discrétisation temporelle au troisième ordre :

$$\phi^{(1)} = \phi^n + \Delta t L(\phi^n) \quad (3.31)$$

$$\phi^{(2)} = \frac{3}{4} \phi^n + \frac{1}{4} (\phi^{(1)} + \Delta t L(\phi^{(1)})) \quad (3.32)$$

$$\phi^{n+1} = \frac{1}{3} \phi^n + \frac{2}{3} (\phi^{(2)} + \Delta t L(\phi^{(2)})) \quad (3.33)$$

avec ϕ^n est la solution connue à l'instant n , $\phi^{(1)}$ et $\phi^{(2)}$ sont des solutions intermédiaires, et ϕ^{n+1} est la solution recherchée à l'instant $n + 1$.

Ce même schéma est appliqué à l'intégration temporelle des modèles de coalescence, de diffusion et celui d'évolution de la cinétique de cristallisation.

3.7.4 Traitement de changement de phase

La discrétisation temporelle de l'équation d'énergie Eq. (3.23) fait apparaître une non-linéarité due au terme source de fusion. La fraction liquide f_l dans l'Eq(3.6) est une fonction de la température, alors que le terme source de fusion est discrétisé en temps Eq. (3.25) et donne lieu au terme f_l^{n+1} qui dépend de la solution recherchée T^{n+1} . En effet, l'efficacité d'une méthode enthalpique avec un terme source est la manière dont cette fraction liquide est mise à jour [78].

La discrétisation numérique de l'équation d'énergie (3.1) sur un point de coordonnées i, j et k , en prenant en compte que le terme de fusion, peut se mettre sous la forme suivante :

$$a_{i,j,k}T_{i,j,k}^{n+1} + \sum a_{i\mp 1,j\mp 1,k\mp 1}T_{i\mp 1,j\mp 1,k\mp 1}^{n+1} = b_{i,j,k} + \delta h_{i,j,k}((f_l)_{i,j,k}^n - (f_l)_{i,j,k}^{n+1}) \quad (3.34)$$

Si le changement de phase aura lieu à l'instant $n + 1$ au point i, j, k , la fraction liquide $(f_l)_{i,j,k}^{n+1}$ devra être estimée au même instant $n+1$ que la température $T_{i,j,k}^{n+1}$ et la fonction inverse de la fraction liquide $F^{-1}(f_l)$ devra vérifier :

$$F^{-1}((f_l)_{i,j,k}^{n+1}) = T_{i,j,k}^{n+1} \quad (3.35)$$

Pour faire face à cette non-linéarité associée au terme source du changement de phase, la stratégie est soit de procéder à un traitement explicite par extrapolation en temps, ou bien de construire un schéma de résolution itératif en se basant sur l'équation (3.34). L'estimation du terme $(f_l)_{i,j,k}^{n+1}$ selon le schéma d'extrapolation du second ordre d'adams-Bashford, nous donne :

$$f_{i,j,k}^{n+1} = 2f_{i,j,k}^n - f_{i,j,k}^{n-1} \quad (3.36)$$

En remplaçant l'Eq(3.36) dans l'Eq(3.34), on aura :

$$a_{i,j,k}T_{i,j,k}^{n+1} + \sum a_{i\mp 1,j\mp 1,k\mp 1}T_{i\mp 1,j\mp 1,k\mp 1}^{n+1} = b_{i,j,k} + \delta h_{i,j,k}((f_l)_{i,j,k}^{n-1} - (f_l)_{i,j,k}^n) \quad (3.37)$$

Cette solution est faisable dans le cas d'une cinétique de fusion lente dans le temps, or que dans notre cas, l'insolation laser est transitoire et la fusion se produit instantanément, sa mise en place donne lieu à des oscillations importantes et nécessite des pas de temps très petits devant la cinétique de fusion. En conséquence, une résolution itérative apparaît comme une solution judicieuse pour ce problème.

Selon Voller et al [78], le schéma itératif résultant à l'instant $n+1$ et l'itération $m+1$ est le suivant :

$$a_{i,j,k}T_{i,j,k}^{n+1,m+1} + \sum a_{i\mp 1,j\mp 1,k\mp 1}T_{i\mp 1,j\mp 1,k\mp 1}^{n+1,m+1} = b_{i,j,k} + \delta h_{i,j,k}((f_l)_{i,j,k}^n - (f_l)_{i,j,k}^{n+1,m}) \quad (3.38)$$

En remplaçant l'équation (3.35) dans (3.38), on obtient :

$$a_{i,j,k}F^{-1}((f_l)_{i,j,k}^{n+1,m}) + \sum a_{i\mp 1,j\mp 1,k\mp 1}T_{i\mp 1,j\mp 1,k\mp 1}^{n+1,m+1} = b_{i,j,k} + \delta h_{i,j,k}((f_l)_{i,j,k}^n - (f_l)_{i,j,k}^{n+1,m} - \Delta(f_l)_{i,j,k}) \quad (3.39)$$

où $\Delta(f_l)_{i,j,k}$ est la correction requise. Par soustraction de l'équation (3.39) de l'équation (3.38), le terme $\Delta(f_l)_{i,j,k}$ peut être estimé comme :

$$\Delta(f_l)_{i,j,k} = \frac{a_{i,j,k}[T_{i,j,k}^{n+1,m+1} - F^{-1}((f_l)_{i,j,k}^{n+1,m})]}{\delta h_{i,j,k}} \quad (3.40)$$

La nouvelle valeur de la fraction liquide sera :

$$(f_l)_{i,j,k}^{n+1,m+1} = (f_l)_{i,j,k}^{n+1,m} + \omega \Delta(f_l)_{i,j,k} \quad (3.41)$$

où ω est un facteur de sous relaxation s'il y a lieu des difficultés de convergence du schéma. La procédure de résolution sur un pas de temps est comme suit :

1. Initialisation de $(f_l)_{i,j,k}^{n+1,0} = (f_l)_{i,j,k}^n$
2. Résolution le système linéarisé (3.38) pour avoir le champ de température $T^{n+1,m+1}$ (voir la section 3.7.8).
3. Correction de la fraction liquide suivant l'équation (3.41). La correction est appliquée à chaque point suivant l'overshoot/undershoot donné par :

$$\begin{aligned} (f_l)^{n+1,m+1} &= 1 & (f_l)^{n+1,m+1} > 1 \\ (f_l)^{n+1,m+1} &= 0 & (f_l)^{n+1,m+1} < 0 \end{aligned}$$

4. Répétition des étapes (2) et (3) jusqu'à convergence. A noter que $T_{i,j,k}^{n+1,m+1} = F^{-1}((f_l)_{i,j,k}^{n+1,m})$ quand la convergence est atteinte.

Selon les cas traités, on trouve plusieurs façons pour estimer cette correction Δf_l qui sont proposées par certains auteurs ayant travaillé sur le sujet. Cross et al [118] obtient cette correction directement de la fonction de dépendance du taux liquide de la température :

$$\Delta(f_l)_{i,j,k} = F(T_{i,j,k}^{n+1,m+1}) - (f_l)_{i,j,k}^{n+1,m} \quad (3.42)$$

Cette approche fonctionne bien dans le cas où l'évolution de la fonction $F(T)$ est faible. Pour des changements brusques de $F(T)$, cette approche diverge. Pour dépasser ces problèmes de convergence, une approche basée sur l'équation (3.34) est suggérée par Voller et Parakash [71] avec l'utilisation de la fonction inverse $F^{-1}(f_l)$:

$$\Delta(f_l)_{i,j,k} = \frac{b_{i,j,k}[T_{i,j,k}^{n+1,m+1} - F^{-1}((f_l)_{i,j,k}^{n+1,m})]}{\delta h_{i,j,k}} \quad (3.43)$$

Cette correction n'est qu'une version sous-estimée de l'Eq. (3.40) ($b_{i,j,k}$ au lieu de $a_{i,j,k}$). Son avantage est qu'elle ne nécessite pas de relaxation, mais sa convergence reste lente. Dans le cas où $F(T)$ est linéaire, comme supposé dans le notre, on peut écrire :

$$F^{-1}(f_l) = Af_l + B \quad (3.44)$$

où A et B sont des constantes, donc :

$$F^{-1}((f_l)_{i,j,k}^{n+1,m+1}) = F^{-1}((f_l)_{i,j,k}^{n+1,m}) + A\Delta(f_l)_{i,j,k} \quad (3.45)$$

Par substitution dans l'équation (3.40) :

$$\Delta(fl)_{i,j,k} = \frac{a_{i,j,k}[T_{i,j,k}^{n+1,m+1} - F^{-1}((fl)_{i,j,k}^{n+1,m})]}{\delta h_{i,j,k} + a_{i,j,k}A} \quad (3.46)$$

Pour $a_p A > 0$, cette dernière peut être considérée comme une version relaxée de l'approche (3.40). Dans notre cas, cette formulation ne nécessite aucune relaxation pour atteindre la convergence.

Laouadi et al. [69], ont reformulé cette correction en réécrivant l'Eq.(3.38) aux itérations m et $m + 1$.

$$a_{i,j,k}T_{i,j,k}^{n+1,m} + \sum a_{i\mp 1,j\mp 1,k\mp 1}T_{i\mp 1,j\mp 1,k\mp 1}^{n+1,m} = b_{i,j,k} + \delta h_{i,j,k}((fl)_{i,j,k}^n - (fl)_{i,j,k}^{n+1,m}) \quad (3.47)$$

$$a_{i,j,k}T_{i,j,k}^{n+1,m+1} + \sum a_{i\mp 1,j\mp 1,k\mp 1}T_{i\mp 1,j\mp 1,k\mp 1}^{n+1,m+1} = b_{i,j,k} + \delta h_{i,j,k}(fl)_{i,j,k}^n - (fl)_{i,j,k}^{n+1,m+1}) \quad (3.48)$$

Et en supposant un profil linéaire de température entre deux nœuds adjacents, tout en admettant que le gradient de température est presque constant entre deux itérations successives, le développement en série de Taylor de la variable T sur un point nous donne :

$$T_{i\pm 1,j,k}^{n+1,m+1} = T_{i,j,k}^{n+1,m+1} \mp \Delta x \left[\frac{\partial T}{\partial x} \right]_{i,j,k}^{n+1,m} = T_{i,j,k}^{n+1,m+1} + T_{i\pm 1,j,k}^{n+1,m} - T_{i,j,k}^{n+1,m} \quad (3.49)$$

Par soustraction entre l'Eq.(3.47) et l'Eq.(3.48) en tenant compte de l'Eq.(3.49), on obtient :

$$(fl)_{i,j,k}^{n+1,m+1} = \left[\frac{\delta h_{i,j,k}}{\delta h_{i,j,k} + A} \right] (fl)_{i,j,k}^{n+1,m} + \frac{T_{i,j,k}^{n+1,m} - B}{\delta h_{i,j,k} + A} \quad (3.50)$$

Cette dernière Eq. (3.50) présente moins d'oscillations mais nécessite plus d'itérations pour atteindre la convergence. Pour des raisons de coût de calcul, la correction donnée par l'Eq.(3.46) est retenue pour nos simulations.

3.7.5 Retrait volumique du lit fondu

Une fois que la fusion est initiée dans le lit de poudre, durant le passage de l'état solide poreux à l'état liquide homogène, les grains de poudre coalescent et une partie de l'air emprisonné dans le polymère fondu s'échappe en provoquant une diminution de volume du lit en fusion. Par conséquent, le volume de la couche en fusion ainsi que sa géométrie évoluent continuellement dans le temps, selon le processus de coalescence qui dépend des caractéristiques thermo-rhéologiques du matériau et des paramètres du procédé.

Par simulation numérique, la prise en compte de ce retrait volumique dû au changement de phase nécessite un traitement spécial tel que le suivi d'interface comme dans les travaux de Riedlbauer et al. [41] et Dai & Shaw [119] portant sur le frittage des poudres métalliques. Cela génère des surcoûts de calcul importants. En revanche, pour capter le retrait volumique par notre modèle, on a adopté une approche alternative basée sur le principe de conservation de la masse, où le retrait volumique accompagnant la poudre en fusion ne va induire qu'un déplacement de la matière dans la direction

verticale z . En d'autres termes, le lit de poudre se tasse uniquement sous l'effet de son poids. En effet, contrairement au frittage des métaux, dans le cas des polymères, la viscosité reste très élevée même à l'état liquide, justifiant ainsi l'hypothèse d'écoulement négligeable à l'exception du tassement vertical. La même approche basée sur le principe de conservation de la masse est utilisée dans les travaux de [36, 37] et [120], dans le cas des poudres métalliques, et d'après les résultats rapportés par les auteurs, le retrait prédit par simulation correspond bien à celui de l'expérience.

Le nouveau volume occupé par le polymère fondu est inversement proportionnel à sa nouvelle densité. A chaque pas de temps, comme présentée sur la Fig. 3.4, dans chaque volume élémentaire, le volume réel occupé est mis à jour. En fonction de la fraction liquide $(f_l)'_n$ et de l'évolution de la porosité φ'_n tirée du processus de coalescence à l'instant n , on calcul une forme de gradient de retrait qui est égal au ratio des densités locales :

$$\delta\Omega = \frac{\rho_0}{\rho'_n} \quad (3.51)$$

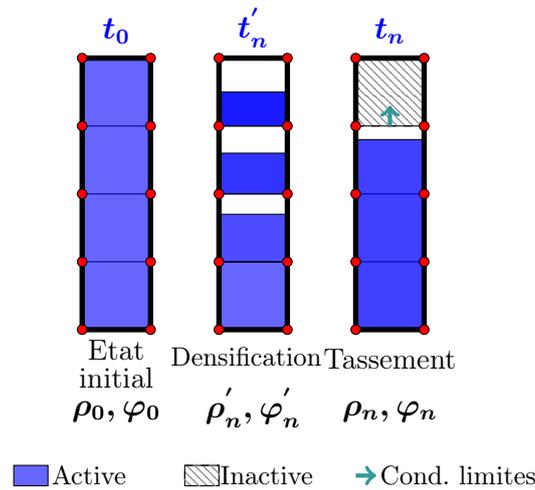


FIGURE 3.4: Étapes de mise à jour du retrait volumique

Un algorithme est mis en place pour calculer le taux de remplissage $\delta\Omega$ de chaque cellule, réaliser le tassement en volume, assigner les nouvelles propriétés physiques (ρ_n , φ_n , ...) en fonction de $\delta\Omega$ via des lois d'homogénéisation, et identifier les cellules vides qui seront désactivées. Le suivi du déplacement de la surface du lit donne la déformation de la géométrie à chaque instant. De plus, les transferts thermiques sont assurés par le réajustement des conditions aux limites de flux pour les nouvelles cellules aux frontières.

3.7.6 Ajout des couches supplémentaires

Afin de simuler le déroulement de la fabrication de couche par couche du procédé SLS, la démarche mise en place consiste à étendre le domaine de calcul pour chaque nouvelle

couche à fritter. Activer de nouvelles cellules de maillage ainsi que celles désactivées sous l'effet du tassement, et les initialiser avec les propriétés thermo-physiques du lit de poudre. L'extension du domaine correspond à l'épaisseur de la couche supplémentaire à étaler, comme illustré en 2D sur la Fig.3.5. Le processus transitoire d'étalement d'une

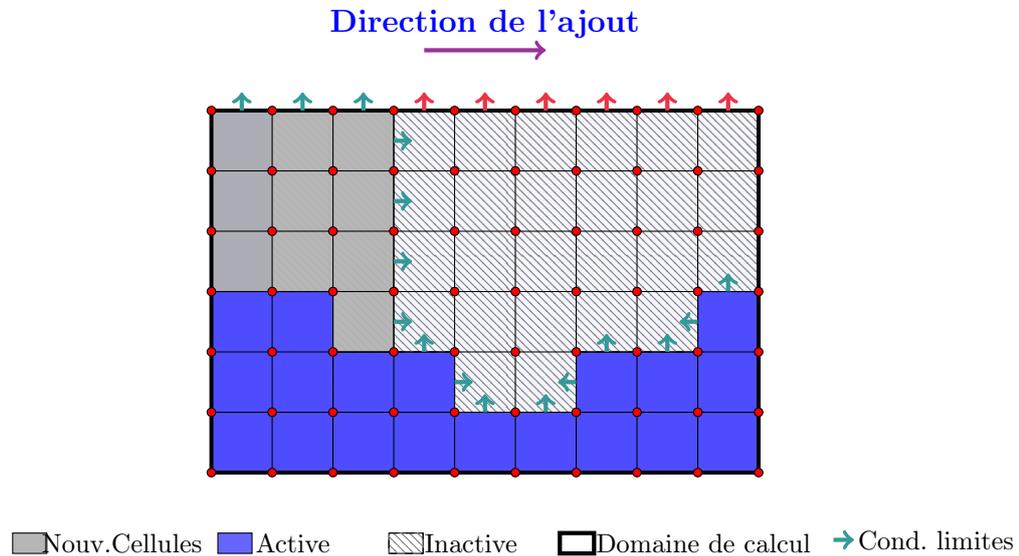


FIGURE 3.5: Traitement de l'ajout d'une nouvelle couche (extension du domaine de calcul)

couche dans le temps s'effectue par activation des cellules de maillage d'une manière progressive, sous contrôle de la vitesse du rouleau d'étalement de poudre de la machine SLS. La forme du front de poudre au moment de l'étalement est considéré comme étant plane dans la direction z (à noter que le front réel est oblique).

De plus, au fur et à mesure de l'activation des volumes de contrôle, les transferts thermiques se font avec le réajustement des conditions aux limites convectives et radiatives pour les nouvelles cellules aux frontières.

En termes de coût de calcul, vu que le domaine de calcul évolue en fonction de nombre de couches à ajouter, cette démarche nous permet un gain considérable en temps CPU.

3.7.7 Évolution de la géométrie : Blocked-off method

Que ce soit le tassement dû à la densification ou bien la simulation d'étalement de la poudre, la géométrie du domaine de calcul résultant est irrégulière. Afin d'éviter la difficulté liée au traitement des géométries complexes pour la résolution du système discrétisé, on a recouru à la méthode *blocked-off method* proposée par Chai et al. [38]. La méthode consiste à considérer une géométrie parallélépipédique contenant le domaine physique d'intérêt. Dans le domaine de calcul on distingue deux régions : une région active qu'est la région utile et une autre région inactive. Cette technique permet l'utilisation des mêmes algorithmes de résolution des géométries régulières pour la gestion des frontières arrondies.

Sur la Fig. 3.6, une géométrie 2D irrégulière est représentée ensemble avec les cellules inactives formant la géométrie rectangulaire simulée. La partie hachurée est la région inactive du domaine de calcul, sa présence est fictive et ne sert qu'à l'obtention de la forme rectangulaire désirée pour faciliter la gestion informatique. Les variables sont définies sur la géométrie rectangulaire, mais dans la région inactive, la solution n'est pas recherchée. En effet pour les volumes de contrôle aux frontières de la géométrie

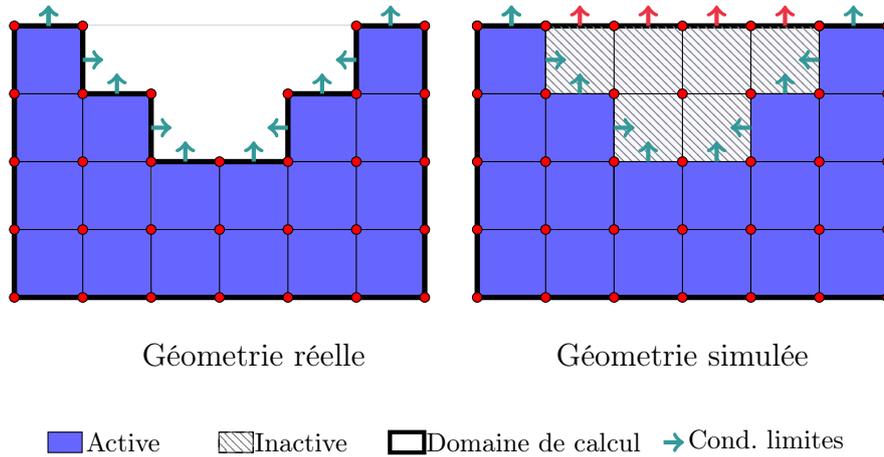


FIGURE 3.6: Illustration de la méthode Blocked-off

réelle, des conditions aux limites sont spécifiées et traitées de la même manière que les autres conditions aux frontières.

3.7.8 Résolution par la méthode ADI

La méthode ADI (Alternating Direction Implicit) prend son origine dans sa première application par Peaceman & Rachford en 1955 [121] pour la résolution de l'équation de la chaleur en décomposant le laplacien en sommes. Cette technique permet de résoudre le problème physique 3D à l'aide de trois problèmes monodimensionnels et conduit à la résolution des systèmes linéaires avec des matrices tridiagonales pour un minimum de temps de calcul et d'encombrement de mémoire.

Dans le cas de l'équation de conduction pure 3D, en discrétisant en temps l'équation selon le schéma de Crank-Nicolson, on obtient :

$$\frac{T^{n+1} - T^n}{\Delta t} = \frac{A}{2} \left(\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right)^{n+1} + \frac{A}{2} \left(\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right)^n + O(\Delta t^2) \quad (3.52)$$

Avec réarrangement des différents termes, l'équation (3.52) devient :

$$\left[\mathbb{I} - \frac{A}{2} \Delta t \left(\frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} + \frac{\partial^2}{\partial z^2} \right) \right] T^{n+1} = T^n + \frac{A}{2} \Delta t \left(\frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} + \frac{\partial^2}{\partial z^2} \right) T^n + O(\Delta t^2) \quad (3.53)$$

La résolution de ce système tridimensionnel par la méthode ADI revient à approcher l'opérateur de Helmholtz 3D par la factorisation en trois opérateurs monodimensionnels :

$$\left(\mathbb{I} - \frac{A}{2}\Delta t \frac{\partial^2}{\partial x^2}\right) \left(\mathbb{I} - \frac{A}{2}\Delta t \frac{\partial^2}{\partial y^2}\right) \left(\mathbb{I} - \frac{A}{2}\Delta t \frac{\partial^2}{\partial z^2}\right) T^{n+1} = T^n + \frac{A}{2}\Delta t \left(\frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} + \frac{\partial^2}{\partial z^2}\right) T^n + O(\Delta t^2) \quad (3.54)$$

Toutefois, la factorisation de l'opérateur de Helmholtz 3D détruit l'ordre 2 du schéma en temps. Pour conserver l'ordre 2 en temps, il convient de légèrement modifier la discrétisation de telle façon à ce que l'inconnu du système de Helmholtz ne soit plus le champ T^{n+1} recherché mais son incrément temporel $\delta T^{n+1} = T^{n+1} - T^n$.

Comme $\delta T^{n+1} \approx O(\Delta t)$ est toujours vérifié, on peut alors reformuler le système de Helmholtz initial suivant la forme incrémentale et obtient :

$$\left(\mathbb{I} - \frac{A}{2}\Delta t \frac{\partial^2}{\partial x^2}\right) \left(\mathbb{I} - \frac{A}{2}\Delta t \frac{\partial^2}{\partial y^2}\right) \left(\mathbb{I} - \frac{A}{2}\Delta t \frac{\partial^2}{\partial z^2}\right) \delta T^{n+1} = A\Delta t \left(\frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} + \frac{\partial^2}{\partial z^2}\right) T^n + o(\Delta t^3) \quad (3.55)$$

En appliquant la même démarche à l'équation d'énergie (3.28), la résolution du système initial 3D se substitue par la résolution successive de trois systèmes monodimensionnels :

$$\begin{aligned} & \left[1 - \frac{\Delta t}{2(\rho C_p)_{i,j,k}^{n+1/2} \Omega_{cv}} \left(\lambda^{n+1} \frac{\partial}{\partial x} \right)_{i-1/2}^{i+1/2} \right] \delta T_{i,j,k}^{n+1/3} = \\ & \frac{\Delta t}{(\rho C_p)_{i,j,k}^{n+1/2} \Omega_{cv}} \left[\left(\lambda^{n+1/2} \frac{\partial}{\partial x} \right)_{i-1/2}^{i+1/2} + \left(\lambda^{n+1/2} \frac{\partial}{\partial y} \right)_{j-1/2}^{j+1/2} + \left(\lambda^{n+1/2} \frac{\partial}{\partial z} \right)_{k-1/2}^{k+1/2} \right] T_{i,j,k}^n \\ & + \frac{1}{(\rho C_p)_{i,j,k}^{n+1/2}} \left[\frac{1}{\Delta z} (Q)_{k-1/2}^{k+1/2} + S_f + S_c \right]^{n+1/2} \end{aligned} \quad (3.56)$$

$$\left[1 - \frac{\Delta t}{2(\rho C_p)_{i,j,k}^{n+1/2} \Omega_{cv}} \left(\lambda^{n+1} \frac{\partial}{\partial y} \right)_{j-1/2}^{j+1/2} \right] \delta T_{i,j,k}^{n+2/3} = \delta T_{i,j,k}^{n+1/3} \quad (3.57)$$

$$\left[1 - \frac{\Delta t}{2(\rho C_p)_{i,j,k}^{n+1/2} \Omega_{cv}} \left(\lambda^{n+1} \frac{\partial}{\partial z} \right)_{k-1/2}^{k+1/2} \right] \delta T_{i,j,k}^{n+1} = \delta T_{i,j,k}^{n+2/3} \quad (3.58)$$

$$T^{n+1} = \delta T^{n+1} + T^n \quad (3.59)$$

Pour l'obtention de la solution finale du problème, on calcule de façon implicite selon la direction x la solution $\delta T^{n+1/3}$ en fonction de T^n , ensuite on calcule $\delta T^{n+2/3}$ en fonction de $T^{n+1/3}$ dans la direction y et au final la solution δT^{n+1} est obtenue par une dernière passe dans la direction z en fonction de $\delta T^{n+2/3}$. Le champ recherché T^{n+1} s'obtient

par la sommation de δT^{n+1} et T^n . L'ensemble de la démarche est schématisée en trois étapes dans la Fig. 3.7.

Dans chaque passe, le système est tridiagonale à diagonale dominante et sa résolution s'effectue d'une manière efficace à l'aide de l'algorithme de Thomas.

Les procédures présentées dans les sections précédentes sont implémentées par le langage de programmation FORTRAN 90 et l'interface de calcul parallèle OpenMP. Le flux d'exécution du code informatique développé est illustré sur la Fig. 3.8.

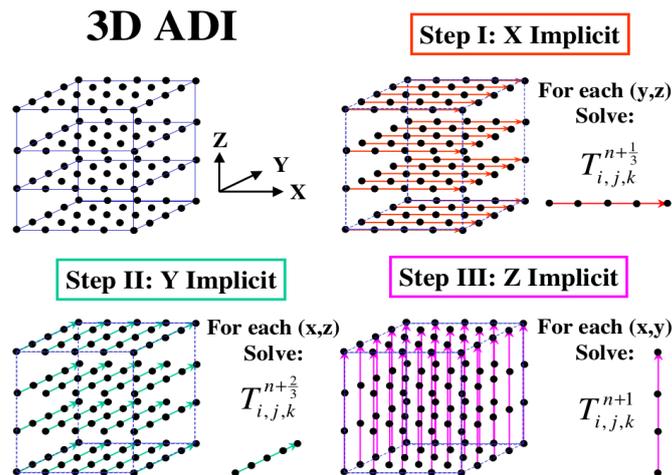


FIGURE 3.7: Étapes de résolution par la méthode 3D ADI [122]

3.8 Validations numériques

La validation de l'ensemble des méthodes et modèles intégrés est effectuée par étapes. La résolution de l'équation de l'énergie avec des propriétés thermophysiques variables a été validée par rapport à l'ordre des schémas en temps et en espace ; les sous modèles, avant d'être intégrés à la résolution de l'équation de l'énergie, ont été validés séparément par rapport à l'ordre de discrétisation en temps ; ensuite, le modèle 3D multiphysique complet est confronté à des mesures expérimentales de la littérature.

Contrairement au cas des matériaux purs, où la fusion se produit à une température précise, la solution analytique du benchmark de Stefan [123] sert à valider les solutions numériques. Dans notre cas, la fusion du polymère se produit dans une plage de température, il n'y a pas de solution exacte disponible qui puisse être prise comme référence pour comparer avec les résultats de la simulation numérique. Pour évaluer la convergence des simulations numériques, l'erreur commise est estimée avec deux solutions $S_{\Delta h}(x, t)$ et $S_{\frac{\Delta h}{n}}(x, t)$ obtenues à un instant t avec les pas de temps (ou pas de maillage) Δh et $\frac{\Delta h}{n}$ et le même pas de maillage (ou pas de temps). L'erreur est calculée sur l'ensemble des points communs spatiaux selon les différentes normes définies

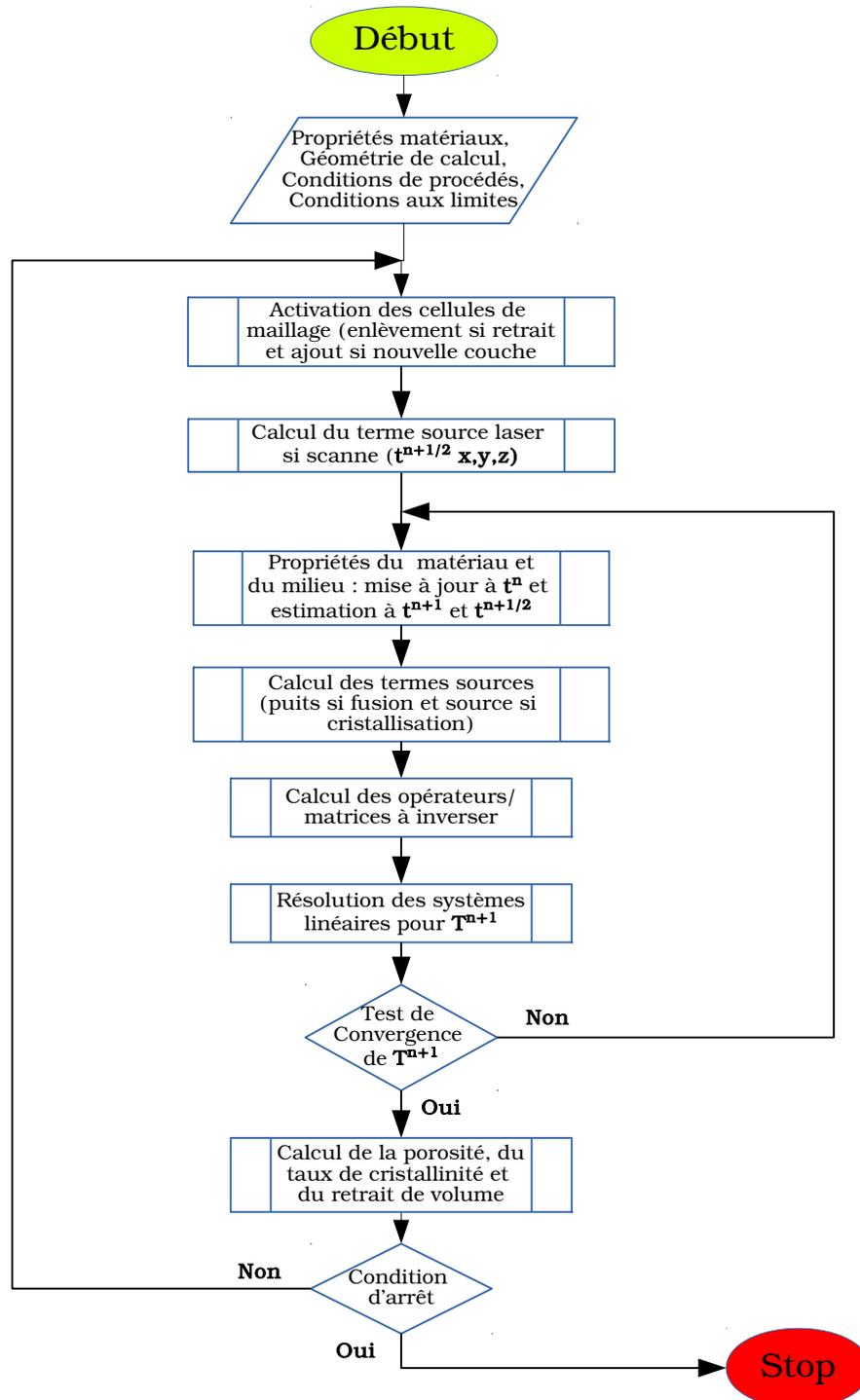


FIGURE 3.8: Organigramme d'exécution du code informatique développé

comme suit :

$$\|L\|_1(S_{\Delta h}, S_{\frac{\Delta h}{n}}) = \sum |S_{\Delta h}(x_i, t) - S_{\frac{\Delta h}{n}}(x_i, t)| \quad (3.60)$$

$$\|L\|_2(S_{\Delta h}, S_{\frac{\Delta h}{n}}) = \sqrt{\sum \left(S_{\Delta h}(x_i, t) - S_{\frac{\Delta h}{n}}(x_i, t) \right)^2} \quad (3.61)$$

$$\|L\|_\infty(S_{\Delta h}, S_{\frac{\Delta h}{n}}) = \mathbf{max} |S_{\Delta h}(x_i, t) - S_{\frac{\Delta h}{n}}(x_i, t)| \quad (3.62)$$

L'ordre de convergence P_j est directement tiré de la norme calculée $\|L\|_j$ par l'extrapolation de Richardson suivante :

$$P_j = \ln \left[\frac{\|L\|_j \left(S_{\Delta h}, S_{\frac{\Delta h}{n}} \right)}{\|L\|_j \left(S_{\frac{\Delta h}{n}}, S_{\frac{\Delta h}{n^2}} \right)} \right] [\ln n]^{-1}, \quad j = 1, 2 \text{ and } \infty \quad (3.63)$$

Nous nous intéressons d'abord à l'ordre des schémas temporels et ensuite à celui des schémas spatiaux.

3.8.1 Étude de convergence temporelle

Nous procédons de la manière suivante : la discrétisation temporelle des modèles de coalescence, de diffusion, et de cristallisation est étudiée en premier lieu, ensuite l'équation de l'énergie simple avec une source laser est traitée et enfin l'équation de l'énergie couplée avec l'ensemble des modèles est considérée.

Les trois modèles d'évolution temporelle de la coalescence, de la diffusion et de la cinétique de cristallisation sont discrétisés par le schéma de Runge-Kutta d'ordre 3. La validation passe par l'étude des erreurs commises par les solutions numériques. Des simulations ont été réalisées et des erreurs ont été estimées. Les résultats sont présentés sur les Fig. 3.9, 3.10 et 3.11. Comme le montrent les trois figures, les erreurs estimées

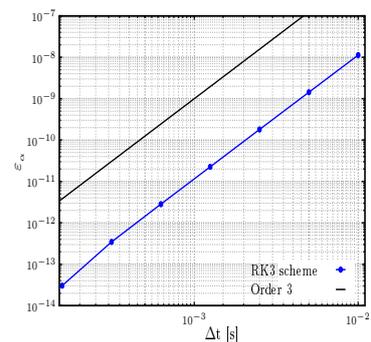
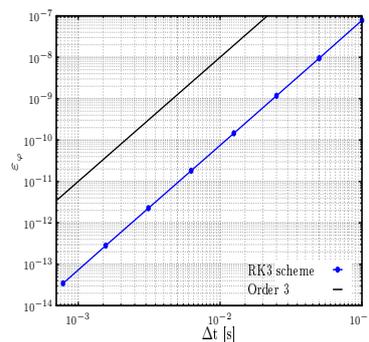
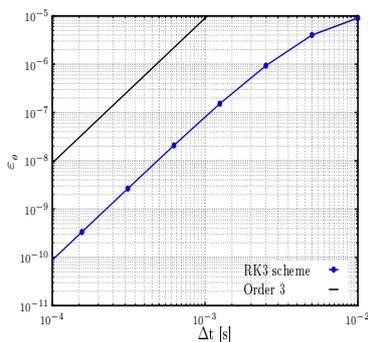


FIGURE 3.9: Convergence du modèle de coalescence

FIGURE 3.10: Convergence du modèle de diffusion

FIGURE 3.11: Convergence du modèle de cristallisation

des solutions numériques évoluent bien en Δt^3 : une pente de 3 est évidente en échelle logarithmique. Les résultats numériques sont bien conformes à la prédiction théorique, ce qui valide le schéma temporel implémenté.

En ce qui concerne l'équation de l'énergie, la discrétisation spatiale est nécessaire pour tester la convergence en temps de notre implémentation numérique : les calculs ont été effectués sur un maillage fixe de $75 \times 75 \times 45$ cellules. La discrétisation en espace est de type volumes finis sur un maillage structuré, selon un schéma centré d'ordre deux, et la variable température recherchée est localisée au centre du volume de contrôle. Deux schémas de discrétisation en temps ont été testés : un schéma de premier ordre d'Euler implicite et un autre de deuxième ordre semi-implicite de Crank-Nicolson.

Dans les deux cas de l'équation d'énergie simple et son couplage avec la source laser, les résultats obtenus en termes de la norme 2 de l'erreur sont présentés sur les Figs. 3.12 et 3.13. On observe bien que l'utilisation du schéma d'Euler implicite donne des solutions numériques de précision d'ordre 1 et que celle du Crank-Nicolson fournit des solutions numériques précises à l'ordre 2. Ces résultats conformes à la théorie valident bien l'implémentation numérique réalisée.

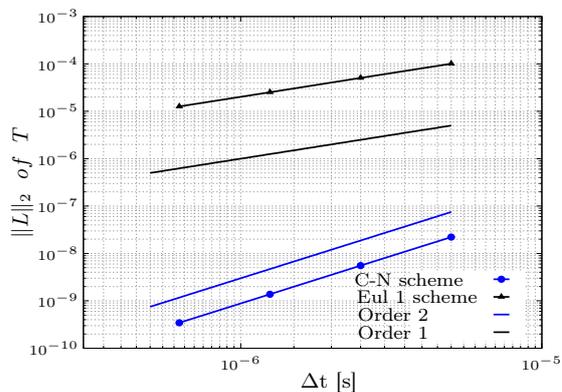


FIGURE 3.12: Convergence en temps de l'équation d'énergie

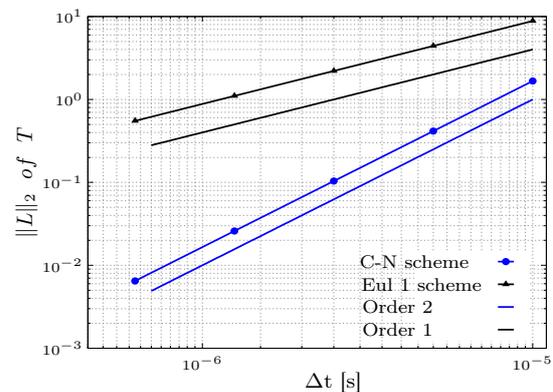


FIGURE 3.13: Convergence en temps de l'équation d'énergie couplé avec la source laser

Dans le cas de l'équation d'énergie couplée avec la source laser et le modèle de fusion, les résultats de convergence obtenus selon la norme 2 pour les deux variables T et f_l sont illustrés sur les Fig. 3.14 3.15.

La convergence des deux variables T et f_l est d'ordre 1 avec les deux schémas de discrétisation en temps. L'introduction du terme de changement de phase et son couplage avec l'équation d'énergie, qui nécessitent une stratégie itérative, réduisent l'ordre de précision du schéma en temps de Crank-Nicolson. Ceci n'est pas conforme à l'attente théorique et mérite l'attention future. Comme la différence en coût de calcul est inférieur à 10% entre les deux schémas et l'erreur du schéma semi-implicite de Crank-Nicolson est moins importante, ce dernier est retenu pour les simulations du procédé SLS.

Dans l'ensemble, les tests de convergence effectués, valident bien l'implémentation numérique et les résultats sont en bon accord avec la théorie, tandis que le traitement numérique du changement de phase n'est pas complètement satisfaisant et est à l'ori-

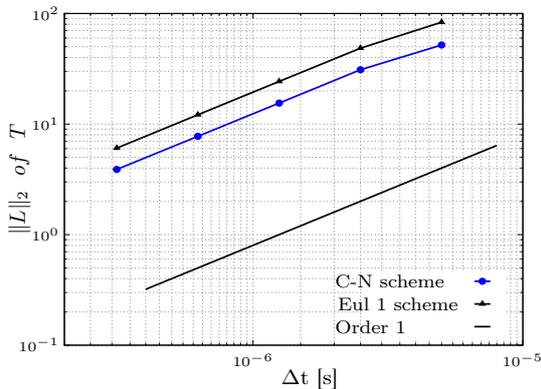


FIGURE 3.14: Convergence en temps de la température dans le cas de l'équation d'énergie couplée avec la fusion

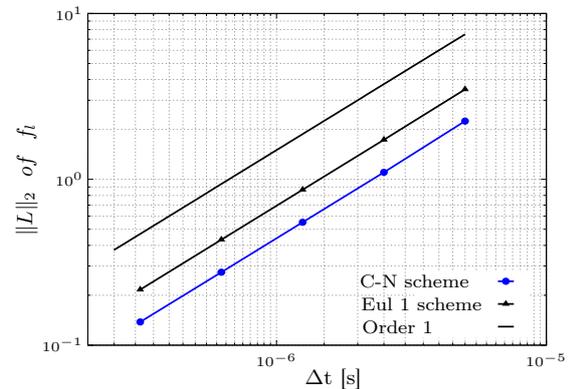


FIGURE 3.15: Convergence en temps de la fraction liquide dans le cas de l'équation d'énergie couplée avec la fusion

gine de la réduction de précision des schémas temporels utilisés.

3.8.2 Étude de convergence spatiale

Pour éviter les interpolations et garder les mêmes points de maillage afin estimer l'erreur due entre les solutions calculées sur différents maillages, la grille initiale est divisée par trois à chaque fois (dans chaque direction). Du plus grossier maillage au plus fin, on a une grille commune.

Pour évaluer l'ordre de convergence spatiale, on a procédé en deux étapes, dans un premier temps on a pris l'équation d'énergie sans aucun terme source, puis l'équation d'énergie couplée avec la source laser et le modèle de fusion (modèle entier couplé). Les résultats obtenus des tests de convergence sont résumés dans les tableaux Tab. 3.1 et Tab. 3.2. Les résultats montrent bien que dans le cas de l'équation de l'énergie simple

Maillage	$\ L\ _1$	Ordre	$\ L\ _2$	Ordre	$\ L\ _\infty$	Ordre
T						
25 x 25 x 15	-	-	-	-	-	-
75 x 75 x 45	1.5276	-	4.5212e-02	-	1.6582e-03	-
225 x 225 x 135	0.1766	1.96	5.0817e-03	1.99	1.7311e-04	1.99

TABLE 3.1: Convergence spatiale dans le cas de l'équation d'énergie simple

sans termes sources, l'erreur de la solution numérique a un comportement d'ordre deux, ce qu'est en bon accord avec l'ordre théorique de la discrétisation employée. Dans la deuxième situation avec le modèle couplé, l'ordre de l'erreur due est manifestement réduit pour la température mais pas pour la fraction liquide qui garde l'ordre deux.

La réduction de l'ordre de la convergence spatiale est principalement due à l'effet où l'interface du changement de phase n'est pas explicitement suivie par le maillage, ce

Maillage	$\ L\ _1$	Ordre	$\ L\ _2$	Ordre	$\ L\ _\infty$	Ordre
<i>T</i>						
25 x 25 x 15	-	-	-	-	-	-
75 x 75 x 45	129.7984	-	4.7261	-	0.6560	-
225 x 225 x 135	18.2641	1.78	0.7977	1,61	0.1672	1.24
<i>f_i</i>						
25 x 25 x 15	-	-	-	-	-	-
75 x 75 x 45	1.1343	-	5.5252e-02	-	6.4958e-03	-
225 x 225 x 135	0.1365	1.93	6.3376e-03	1.97	7.2947e-04	1.99

TABLE 3.2: Convergence spatiale dans le cas du modèle couplé

qu'est l'un des inconvénients de la méthode enthalpique. Comme la fraction liquide tend vers zéro proche de l'interface et est estimée localement sur un point sans aucun opérateur différentiel en espace, son ordre de précision n'est pas réduit.

3.9 Validations expérimentales

Une fois les validations numériques du modèle proposé sont effectuées, une confrontation des prédictions numériques par rapport aux mesures expérimentales est absolument nécessaire pour la confirmation de notre démarche. À notre connaissance, jusqu'à présent aucun benchmark expérimental n'existe pour la validation des modélisations numériques du SLS.

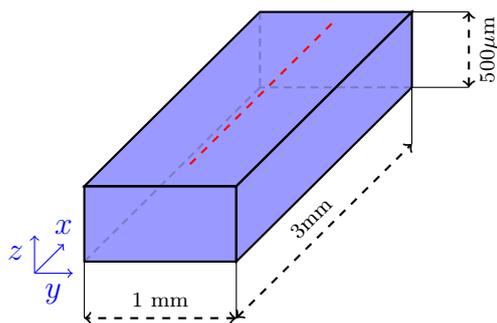
Le travail de Rieddlbauer et al. [22], concernant le frittage laser d'un polymère semi-cristallin en poudre PA12 (PA2200), paraît pertinent et est pris comme référence de validation par rapport aux résultats expérimentaux. Les comparaisons se porteront sur la champ de température et les dimensions de la zone fondue après un seul passage laser.

3.9.1 Conditions des simulations et données matériaux

Dans les cas test nous considérons le frittage par laser CO₂ un lit de poudre de polyamide PA12(PA2200). Une géométrie parallélépipédique comme montrée sur la Fig.3.16 a été choisie. Le volume de calcul a une dimension de 3 x 1 x 0.5 mm³, et est complètement discrétisé par un maillage rectangulaire régulier de 150x50x50. En raison de la haute intensité de l'énergie incidente et de la cinétique de fusion très rapide, un pas de temps de 5μs est maintenu, afin d'éviter les oscillations numériques et pour une meilleure convergence, durant toute la simulation.

Les conditions initiales nécessaires pour les simulations sont prises du travail de Riedlbauer et al. [22]. Le diamètre du laser employé est de 400μm et ses paramètres qui sont : la vitesse du scan \mathbf{V} et la puissance du laser \mathbf{P} , utilisées dans chaque cas test, sont listées dans le Tab.3.3.

La couche de poudre initiale présente une porosité $\varphi_0 = 0.56$. Les propriétés du matériau nécessaires pour les calculs ont été prises dans [22], [41], [99], et [24], les plus



Test	P[W]	V[ms ⁻¹]
1	3.3	0.5
2	3.3	1.0
3	5.6	1.0
4	7.8	1.0
5	7.8	1.5
6	7.8	2.0

FIGURE 3.16: Dimensions de la géométrie simulée

TABLE 3.3: Paramètres laser des cas tests

importantes sont résumées dans le Tab. 3.4.

Paramètre	Valeur		Paramètre	Valeur	
Masse volumique ρ_{p_s}	1070	[Kg m ⁻³]	Conductivité thermique λ_{gas}	0.033	-
Masse volumique ρ_{p_l}	1022	-	Enthalpie de fusion, δh	115	[kJ Kg ⁻¹]
Capacité calorifique Cp_{p_s}	2650	[J Kg ⁻¹ K ⁻¹]	Température de début de fusion, T_s	181	[°C]
Capacité calorifique Cp_{p_l}	2650	-	Température de fin de fusion, T_l	188	-
Capacité calorifique Cp_{gas}	1049	-	Granulométrie de la poudre, D_{50}	60	[μm]
Conductivité thermique λ_{p_s}	0.28	[W m ⁻¹ K ⁻¹]	Réfectivité, Re	0.04	[%]
Conductivité thermique λ_{p_l}	0.24	-	Coefficient d'atténuation, β	9000	[m ⁻¹]
Température initiale T_{ini}	445	[K]	Température extérieure T_{ext}	445	[K]
Porosité initiale φ_0	56	[%]	Coef. convectif h	15	[W m ⁻¹ K ⁻¹]

TABLE 3.4: Données du matériau et du lit de poudre (les indices p_s , p_l , gas indiquent que les propriétés sont affectées à la phase solide, liquide et gazeuse respectivement)

Comme le temps de chauffage par laser dans le procédé SLS est instantané, le phénomène de coalescence se produit essentiellement durant les premiers instants de la fusion. C'est pourquoi la viscosité initiale sans cisaillement du polymère fondu est le moteur de la coalescence dans le procédé SLS. Les valeurs de la viscosité sans cisaillement en fonction de la température obtenues par Verbelen et al. [99] pour le polymère PA2200 sont utilisées. Les mesures expérimentales sont représentées par la fonction d'Arrhenius suivante :

$$\eta = 3.85 \exp\left(\frac{21200}{R.T}\right) \quad [\text{Pa.s}^{-1}]$$

avec R la constante des gaz parfaits et T la température en [K].

L'évolution linéaire de la tension de surface Γ en fonction de la température donnée par Dupin S. [124] est considérée :

$$\Gamma = -0.0556T + \Gamma_0$$

où Γ_0 est la tension de surface initiale mesurée par Wudy et al. [125] pour le PA2200, qui est égale à 40 [mN m⁻¹], et T la température en [°C].

Un autre paramètre rhéologique important est le temps de relaxation τ . Les mesures données par Dupin S. [124] sur le polymère PA12 avec une représentation Cole-Cole en fonction de la température, résumées dans le Tab. 3.5, sont utilisées pour alimenter le modèle de coalescence.

Par contre, en raison du manque de données, certaines propriétés thermophysiques

Temperature [K]	453	463	473	483	493	503
τ [s]	1.9	1.3	0.7	0.5	0.2	0.1

TABLE 3.5: Temps de relaxation pour différentes températures

(C_p , ρ et λ) sont supposées constantes par phase, et certaines autres utilisées dans ce travail, correspondent à d'autres types de PA12 (même famille de polymère d'un autre fournisseur).

3.9.2 Distribution de la température

Les calculs sont effectués pour l'ensemble des cas test mentionnés dans le Tab.3.3. Le temps physique simulé est d'une seconde pour chaque cas test.

Quand il s'agit du frittage par un seul passage laser, la densité d'énergie Ed apportée au lit de poudre s'exprime en fonction des paramètres laser :

$$Ed = \frac{P}{D_l V} \quad (3.64)$$

Les températures maximales calculées pour l'ensemble des tests ainsi que les valeurs de la densité d'énergie sont résumées dans le Tab. 3.6. Comme prévu, les valeurs de

Test	1	2	3	4	5	6
Température maximale [K]	674.8	542.5	636.1	725.6	620.3	567.5

TABLE 3.6: Valeurs des températures maximales calculées

températures du Tab. 3.6 évoluent proportionnellement à la densité d'énergie apportée au lit de poudre dans chaque cas test.

Sur la Fig.3.17, la température maximale calculée dans l'ensemble du domaine pendant les premiers instants est présentée et le champ de température à la surface supérieure juste à la fin du passage laser est illustré dans la Fig.3.18. Le seul résultat expérimental disponible est le champ de température illustré dans la Fig.3.19, représentant une image de la surface supérieure du lit de poudre capturée par une caméra infrarouge. Comme mentionné par Riedlbauer et al. [22], aucune comparaison ne peut être faite sur la distribution de la température, mais uniquement sur un point bien défini.

Après le passage laser, comme montré avec le champ de température sur la Fig.3.18, les valeurs de température évoluent d'une façon graduelle et lisse dans la zone centrale chauffée, et chutent brusquement aux frontières avec la poudre non frittée. En raison

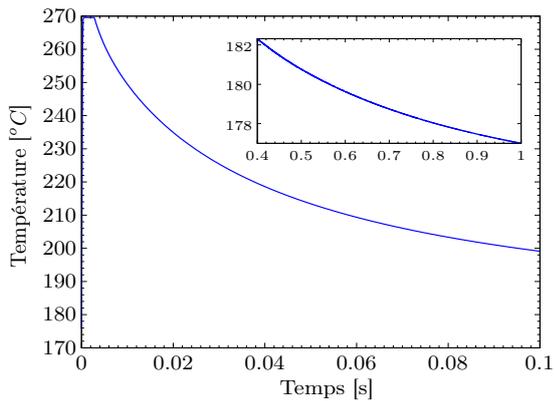


FIGURE 3.17: Évolution de la température maximale calculée dans le domaine (cas test 2)

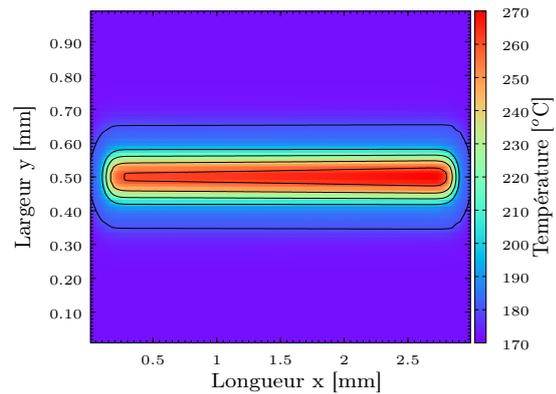


FIGURE 3.18: Champ de température à la surface supérieure (cas test 2)

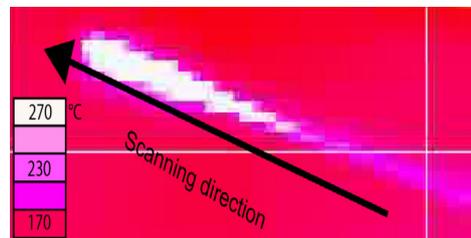


FIGURE 3.19: Image caméra infrarouge d'un seul passage laser (cas test 2) [22]

de la faible conductivité du lit de poudre, l'effet du transfert de chaleur par conduction est négligeable, le transfert de chaleur s'effectue principalement par convection naturelle et rayonnement à la surface supérieure. En conséquence, la zone fondue est délimitée notamment par l'intensité d'énergie du spot laser et les propriétés radiatives de la poudre (Taux d'absorption dans la gamme de longueur d'onde du faisceau laser). L'évolution de la température à travers le diamètre du laser est contrôlée par la distribution gaussienne de l'énergie du spot laser, et en profondeur par le coefficient d'atténuation qui apparaît dans la loi de Beer-Lambert.

La température maximale mesurée pour ce cas test est de 265 °C et celle calculée est de 269.5 °C , et l'erreur relative entre ces deux valeurs est de 4.7% rapportée à l'intervalle de température compris entre la température initiale (172 °C) et la température maximale atteinte (265 °C).

Le résultat de température fourni par notre outil de simulation est en bon accord avec la température maximale mesurée dans les mêmes conditions, bien que la précision des mesures par caméra infrarouge dépend fortement de l'émissivité du lit de poudre, et que cela devient plus significatif à haute température.

3.9.3 Dimensions de la région fondue

La deuxième validation expérimentale concerne la largeur et la profondeur de la région fondue obtenue par un seul passage laser pour les différents cas test mentionnés dans le Tab. 3.3. Les données expérimentales sont prises du même travail de Riedlbauer et

al. [22] pour le même polymère PA12 (PA2200).

Concernant le cas test 2 sur lequel la validation en température est menée, la largeur et la profondeur de la région fondue calculées et mesurées sont illustrées dans les Fig. 3.20 et 3.21 respectivement. Les valeurs obtenues par simulation avec les mesures correspondantes pour l'ensemble des cas test sont résumées dans le Tab. 3.7, avec leur représentation en histogrammes sur les Fig. 3.23 et 3.22. Les barres d'erreurs sur les histogrammes correspondent à l'écart type des mesures.

Les résultats des simulations sont en bon accord avec l'expérience, mais l'interp-

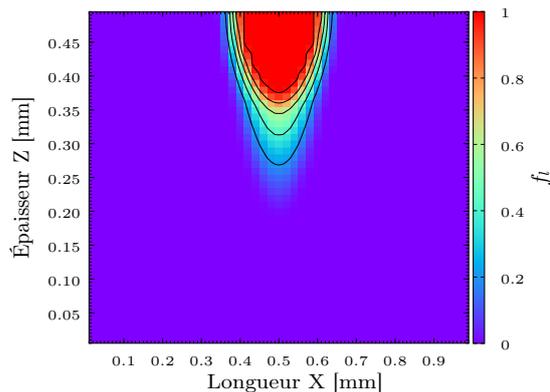


FIGURE 3.20: Fraction liquide f_l calculée dans le plan YZ (cas test 2)

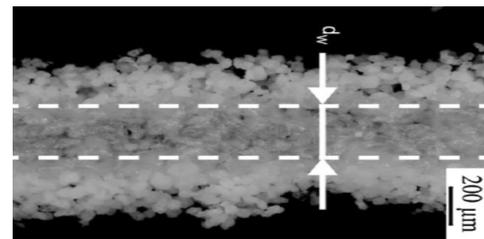


FIGURE 3.21: Largeur de la partie fondue (cas test 2) [22]

rération des résultats dépend du critère avec lequel la région fondue est délimitée. Dans le Tab. 3.7, deux limites sont présentées en se référant à la valeur de la fraction liquide f_l prise comme critère déterminant la région fondue. La question est de savoir quelle valeur de fraction liquide représentant réellement les grains de poudre fondus et agglomérés.

En fonction du critère f_l , l'erreur relative moyenne entre les mesures et les valeurs calculées se situe dans l'intervalle de 20% à 25%, pour l'ensemble des cas tests cités dans le Tab.3.3.

Franco et al. [126] dans leur travail ont analysé les mesures expérimentales des dimensions de la partie fondue de la poudre du polyamide PA12. Les mesures rapportées évoluent d'une façon proportionnelle avec la densité d'énergie laser et la région fondue se situe dans la surface exposée au laser qui correspond au diamètre du faisceau. Qualitativement, les prédictions de notre modèle sont en bon accord avec ces observations : les largeurs et les profondeurs calculées augmentent avec l'augmentation de la densité d'énergie. Les tendances sont également les mêmes dans le travail de Riedlbauer et al. [22]. Concernant les mesures de la largeur fondue, nous n'avons repris que les valeurs des cas tests 2 et 3. Dans d'autres cas, les référents [22] ont rapporté des mesures supérieures au diamètre du laser, à l'exception des cas 2 et 3. Les valeurs prédites par nos simulations sont en bon compromis avec l'expérience, et pour l'ensemble des cas test aucune valeur n'est supérieure au diamètre du laser.

Les prédictions des simulations avec le critère $f_l > 0,5$, sont plus proches des mesures dans le cas des densités d'énergie élevées (cas test 4 et 5 dans le Tab.3.3). Comme la

Test	Épaisseur fondue [μm]			Largeur fondue [μm]		
	$f_l > 0.99$	$f_l > 0.5$	Exp	$f_l > 0.99$	$f_l > 0.5$	Exp
1	210	250	138 \pm 13	320	360	-
2	130	170	109 \pm 30	200	240	250 \pm 10
3	190	230	138 \pm 13	280	320	349 \pm 36
4	230	270	314 \pm 20	360	400	-
5	180	220	250 \pm 12	280	320	-
6	150	190	200 \pm 14	240	280	-

TABLE 3.7: Profondeur et largeur de la zone fondue calculées et mesurées

fraction liquide est modélisée avec une variation linéaire en fonction de la température sans dépendance avec le temps, et dans le procédé SLS, la température est maintenue au dessus de la température de fusion pour un temps plus long, les dimensions de la partie fondue s'élargissent en fonction du temps. Cette raison peut être une explication des écarts observés entre la simulation et l'expérience.

Par ailleurs, dans notre modèle, la source laser est prise comme étant un dépôt d'énergie continu. En vrai, le laser CO₂ fonctionne en régime pulsé. En fonction de la fréquence des pulsations du laser, les variations du profil de température entre le régime continu et le régime pulsé sont mises en évidence par Peyre et al. [23], par conséquent, cela engendre des variations sur la dimension de la partie fondue le long de la trajectoire du laser.

Inversement, en raison de la viscosité élevée et de la faible diffusivité thermique des

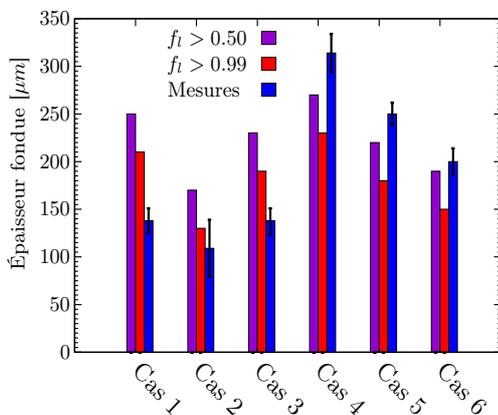


FIGURE 3.22: Résultats de profondeur mesurée et simulée

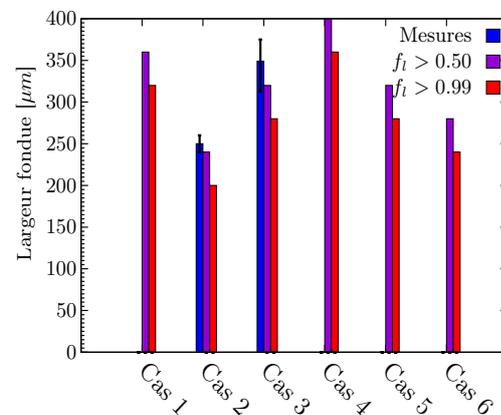


FIGURE 3.23: Résultats de largeur mesurée et simulée

polymères comparés aux fondus métalliques, l'effet du retrait de volume est insignifiant dans la délimitation de la région fondue. Le phénomène de la densification, qui dépend des paramètres rhéologiques du matériau fondu, se produit dans un temps plus long, et le transfert thermique dominé par le rayonnement et la convection naturelle empêche l'extension de la région fondue.

De plus, la poudre polymère dédiée au procédé SLS est composée de grains avec une distribution de taille. La distribution granulométrique de la poudre PA2200 est dans

l'intervalle de 5 à 100 μ m, ceci peut induire à des erreurs de mesure considérables sur la largeur et la profondeur fondue. Une confusion dans la prise en compte d'une particule collée en surface ou bien qui n'est pas complètement fondue, peut modifier complètement les mesures.

3.9.4 Analyse de processus de densification

Une donnée importante nécessaire pour étudier l'effet du laser incident sur le lit de poudre et pour la maîtrise et l'optimisation du procédé SLS, est son impact sur le taux de densification de la poudre fondue.

Dans cette section, nous analyserons les prédictions du modèle de la porosité, présenté précédemment, qui peut nous informer sur la distribution de la densité relative finale de la pièce frittée. Le graphique illustré sur la Fig. 3.24, représente l'évolution de la porosité dans le centre du passage laser à la profondeur $z=100 \mu m$, pour différentes conditions de simulation dans le cas où le retrait de volume est pris en compte et non. Le meilleur résultat est obtenu pour le cas test 4 avec une porosité finale de 16.5%, présentant le résultat de la plus grande densité d'énergie. Certes, le matériau en fusion étant maintenu à une température plus élevée, sa viscosité devient plus faible et la cinétique de coalescence est plus rapide, conduisant à une porosité moins importante. Cependant, la température maximale atteinte dans ce cas est de 725.6 K, il est possible qu'elle soit trop élevée et proche de la température de dégradation du polymère. Durant les simulations, une fois que la température calculée est inférieure au point de fusion, en raison de la viscosité du fondu polymère qui devient importante, le processus de densification est suspendu et donc la porosité est maintenue constante sans évolution. Dans les conditions des simulations, juste après le passage laser, la température du lit de poudre chauffé décroît sous l'effet de refroidissement par convection et rayonnement avec le milieu ambiant. En conséquence, le taux de porosité finale dépendra du temps de maintien du matériau à l'état fondu. Les temps de maintien au-dessus de la température de fusion pour les différents cas simulés sont listés dans le Tab. 3.8. D'une

Test	1	2	3	4	5	6
Temps de maintien [s]	1.14	0.55	0.94	1.44	0.83	0.62

TABLE 3.8: Temps de maintien au-dessus de la température de début de fusion durant les simulations

autre façon, en utilisant le modèle de coalescence de deux sphères identiques proposé par Eshelby [88], les temps de coalescence totale estimés pour différentes températures sont représentés sur la Fig. 3.25. Malgré les cinétiques de coalescence trop rapides prédites sur la Fig. 3.25 comparativement à celles calculées sur la Fig. 3.24, nous pouvons avoir une information sur l'aptitude de la poudre polymère à se coalescer. Par exemple pour les cas 2 et 6, les temps de maintien calculés sont trop courts pour une bonne consolidation des grains fondus. Les Fig. 3.26 et 3.27, représentent les champs de répartition de la porosité dans les plan XZ et YZ pour le cas test 4. Toute la région

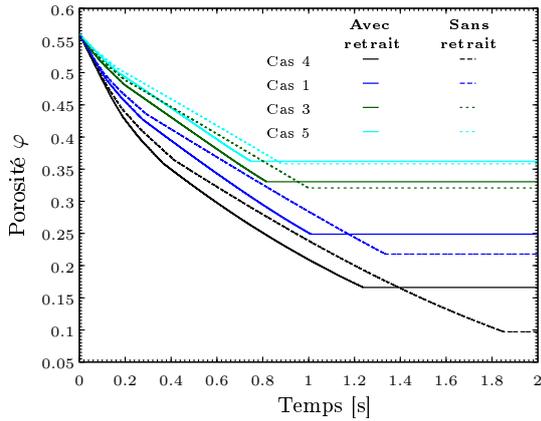


FIGURE 3.24: Évolution de la porosité au centre du passage laser à une profondeur de 100 μm

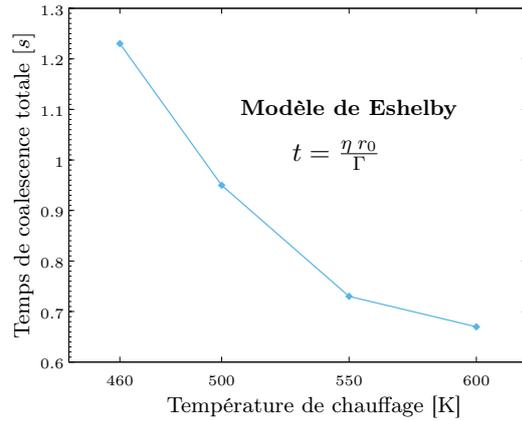


FIGURE 3.25: Estimation du temps de coalescence totale pour différentes températures

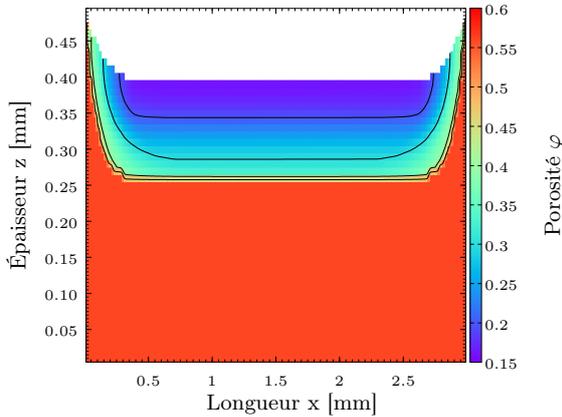


FIGURE 3.26: Répartition de la porosité dans la section transversale du passage laser à $t=1.25\text{s}$ -Cas 4-

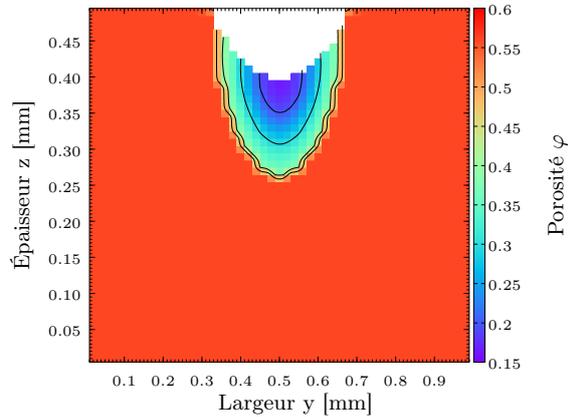


FIGURE 3.27: Répartition de la porosité dans le plan YZ à $t=1.25\text{s}$ -Cas 4-

chauffée qui se trouve en état liquide voit sa porosité (taux de gaz) diminuer, donc une augmentation de la densité. Par conséquent, ceci est suivi d'un retrait de volume. Comme la coalescence ne se déclenche que sur les points en état de fusion, la porosité reste constante ailleurs égale à la valeur initiale 56%. Les résultats de la distribution de la porosité indiquent clairement que la qualité de la consolidation dépend non seulement du temps de maintien au-dessus de la température de fusion, mais également de la densité d'énergie du faisceau laser.

Comme le montrent les deux Fig. 3.26 et 3.27, la coalescence génère un retrait volumique durant le processus. La profondeur de ce retrait est un facteur majeur pour l'amélioration du procédé notamment pour maîtriser les dimensions. De plus, le champ de température et toutes les propriétés thermophysiques du matériau fondu pendant le processus sont influencés par ce phénomène.

La géométrie tridimensionnelle de la surface du lit de poudre colorée par la distribution de la température est illustrée sur les Fig. 3.28 et 3.29, à des moments différents pour le

cas test 4. On peut constater que le retrait de volume calculé est graduel, et dépend du temps et de la cinétique de consolidation des grains du polymère. Quantitativement,

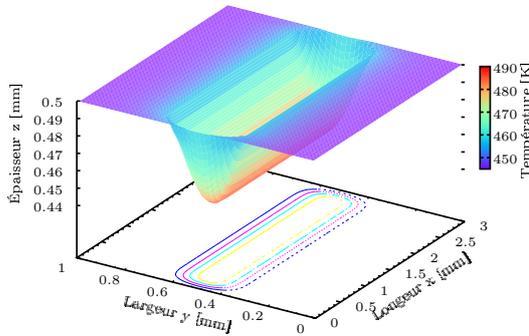


FIGURE 3.28: Géométrie de la surface supérieure avec distribution de la température à $t=0.25$ s -Cas test 4-

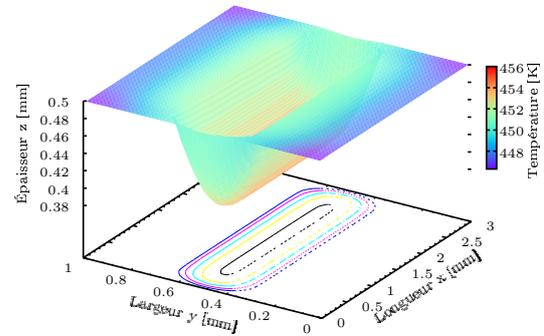


FIGURE 3.29: Géométrie de la surface supérieure avec distribution de la température à $t=1.25$ s -Cas test 4-

les prédictions du retrait de volume sont proportionnelles à la densité d'énergie laser, soit en largeur ou en profondeur, comme indiqué sur les Fig. 3.30 et 3.31. L'évolution

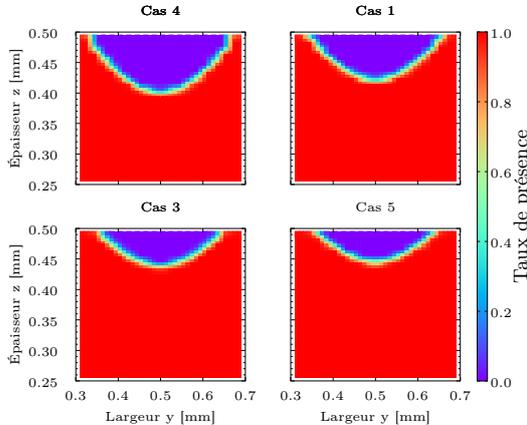


FIGURE 3.30: Taux de volume retiré dans le plan YZ

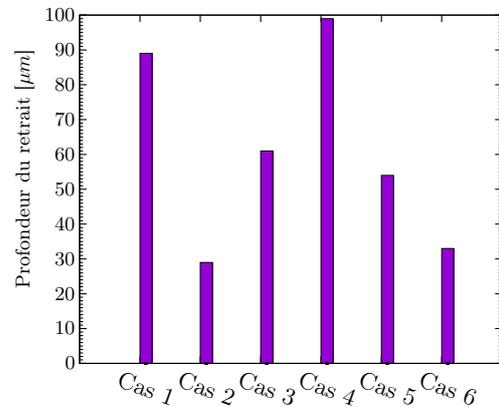


FIGURE 3.31: Profondeur du volume retiré

du retrait volumique et de la masse du domaine de calcul au cours de la simulation est tracée sur les Fig. 3.32 et 3.33. Dans le cas où le retrait de volume n'est pas pris en compte, avec le volume spécifique du polymère qui évolue en fonction de la fusion et le volume de gaz qui décroît en fonction de la cinétique de la coalescence, on observe une augmentation de la masse du domaine de calcul. Alors qu'avec notre démarche mise en place, le retrait de volume calculé donne lieu à une conservation de la masse à chaque instant de la simulation. Ce résultat sert aussi de validation de notre modèle de prise en compte du retrait de volume.

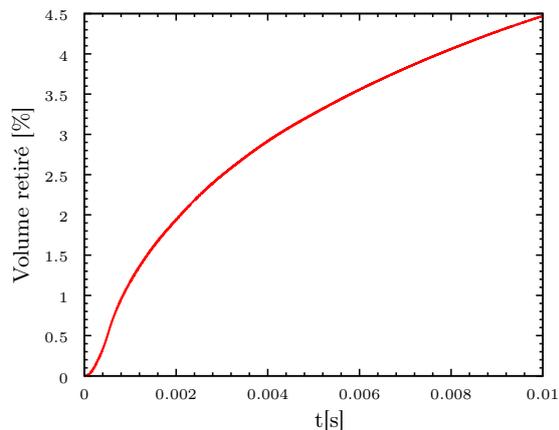


FIGURE 3.32: Évolution du volume retiré au cours du calcul -cas 4-

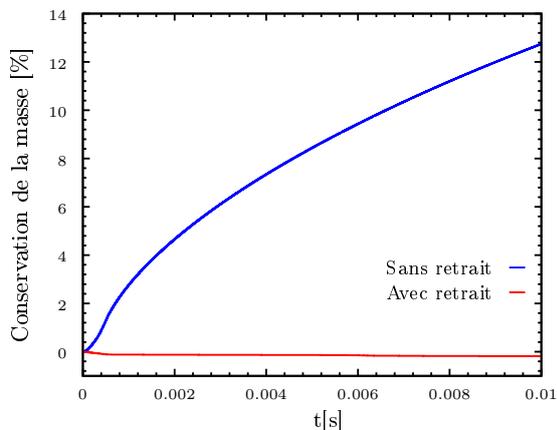


FIGURE 3.33: Évolution de la masse du domaine durant le calcul

3.9.5 Densification avec une distribution de tailles

Les poudres polymères utilisées dans le procédé SLS souvent ont une granulométrie de différentes tailles de particules. Comme la consolidation des lit de poudres, suite à la fusion au laser, est régie par le phénomène de coalescence et d'évacuation des bulles d'air, alors la cinétique de densification est gouvernée principalement par les forces de surface. Les grains de petites tailles ayant un rapport de surface/volume important, présentent une force de tension de surface importante, et se coalescent plus rapidement que les grains de grandes tailles avec des forces de surface moins importantes.

L'ensemble des théories de frittage considèrent des poudres mono-dispersées (présentée au chapitre 2). Prado et al. [127] ont proposé l'idée que la consolidation d'un échantillon de poudre à différentes tailles dispersées peut être représentée comme le résultat de la somme des apports des densifications partielles de plusieurs classes de tailles de particules. Les particules de même tailles composent une classe, et la cinétique de densification de chaque classe est relative à ses propriétés géométriques de manière indépendante. Pour une application au frittage de particules de verre, ils ont exprimé la densité de l'échantillon fritté comme une combinaison du modèle de Frenkel pour la description de l'étape de coalescence et du modèle de Mackenzie-Shuttleworth pour la phase finale de densification. Pour un échantillon de poudre constitué des classes de particules de rayon r et de fraction volumique ν_r , la cinétique de densification à une température donnée est formulée selon l'expression suivante [127] :

$$\rho(t) = \sum_r [\rho_F(r, t)\theta_F(t) + \rho_{MS}(r, t)\theta_{MS}(t)]\nu_r\xi_r \quad (3.65)$$

avec $\rho(t)$ la densité de l'échantillon à l'instant t , $\rho_F(r, t)$ et $\rho_{MS}(r, t)$ les densités estimées par les modèles de Frenkel et MS respectivement, et les deux fonctions $\theta_F(t)$ et $\theta_{MS}(t)$ prennent une valeur de 0 ou de 1 selon l'intervalle de validité du modèle correspondant. La fonction théorique ξ_r est une fonction poids qui exprime la formation d'interfaces

entre les particules de différents rayons. Pour chaque classe de particules de rayon r , ξ_r représente une moyenne normalisée du nombre d'interfaces que ces particules peuvent former avec les autres appartenant aux classes de la distribution considérée. Elle est calculée comme suit :

$$\xi_r = \frac{1/r^c}{\sum_{r_i} \nu_{r_i}/r_i^c}$$

L'exposant c est calculé à partir des considérations géométriques et des caractéristiques de la granulométrie de l'échantillon :

$$\ln \left(\sum_i n(r, r_i) \nu_{r_i} \right) = \text{cste} - c \ln(r)$$

où cste est une constante et $n(r, r_i)$ est le nombre de particules de rayon r qui peuvent former un contact autour de la particule de rayon r_i , $n(r, r_i)$ est calculé par la relation suivante :

$$n(r, r_i) = \frac{2\pi}{\sqrt{3}} \left(\frac{2}{3} + 2\frac{r_i}{r} + \left(\frac{r_i}{r} \right)^2 \right)$$

Les auteurs ont appliqué leur modèle à l'échantillon de particules de verre ayant la distribution de tailles présentée sur la Fig. 3.34, et l'ont comparé par rapport aux mesures et aux prédictions des modèles avec des particules monodispersées. Les résultats sont représentés sur la Fig. 3.35 et montrent que le modèle proposé exhibe une cinétique plus lente que le modèle avec un diamètre moyen et corrèle mieux les mesures.

Dans le cas d'une poudre à distribution étroite, la fonction théorique ξ_r tend vers

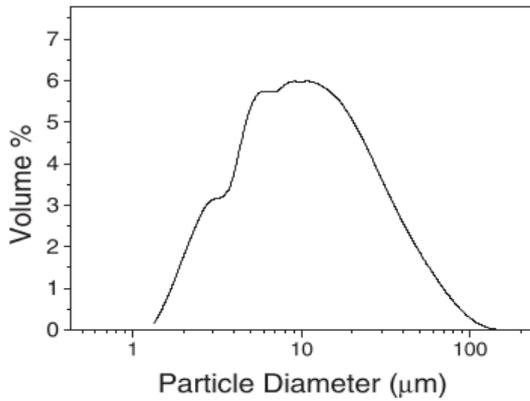


FIGURE 3.34: Distribution granulométrique de la poudre de verre utilisée par [127]

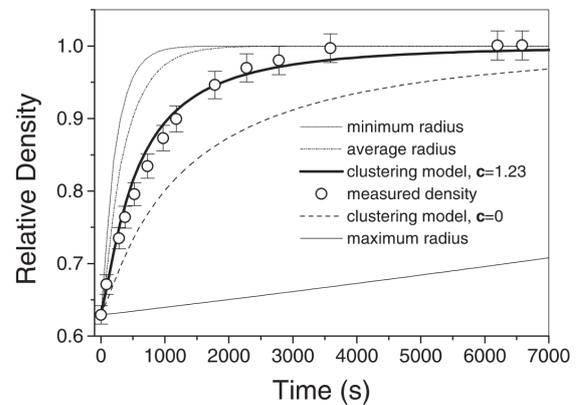


FIGURE 3.35: Densité relative obtenue par le frittage des particules de verre [127]

l'unité [128]. L'équation de densification sera simplement exprimée en fonction des différentes contributions ; en terme de porosité on peut l'écrire sous la forme :

$$\varphi(t) = \sum_r [\varphi(t, r)] \nu_r$$

Avec les propriétés du matériau présenté dans la section 3.9.1 et la distribution granulométrique illustrée sur la Fig.3.36, on a testé le modèle viscoélastique de coalescence

combiné avec le modèle de densification de Mackenzie-Shuttleworth pour un diamètre moyen des particules et une distribution de tailles. La porosité prédite par les deux formalismes est tracée sur la Fig.3.37.

Dans la phase intermédiaire de l'évolution de la porosité, on enregistre une différence

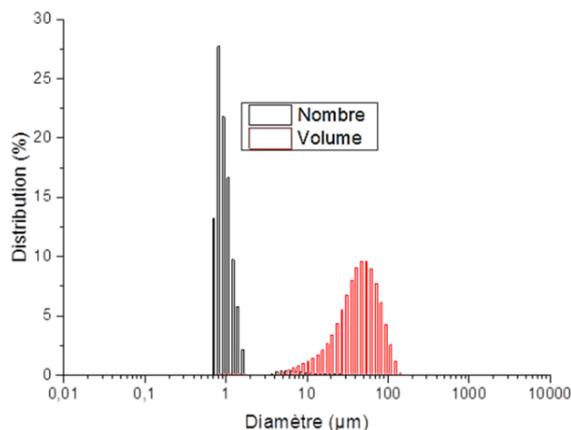


FIGURE 3.36: Distribution granulométrique de la poudre polymère pour le SLS

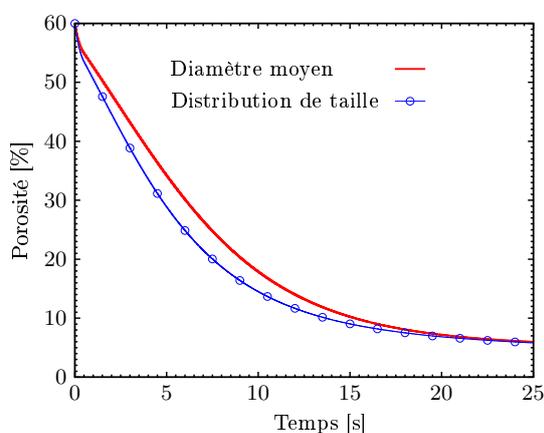


FIGURE 3.37: Application du modèle à la poudre SLS

maximale de 4%, et les deux courbes se superposent pour de faibles valeurs de porosité (moins de 10%). Inversement, au cas des particules de verre utilisées par les auteurs [127], ayant une viscosité très faible, le modèle à distribution de tailles prédit une cinétique plus rapide dans notre cas. C'est les particules de petite taille qui priment sur la cinétique globale.

En général, dans le cas des polymères qui se caractérisent par leur nature viscoélastique, les modèles de coalescence prédisent une cinétique plus rapide par rapport aux mesures (chapitre 2). D'après ce résultat test, à défaut d'absence de mesures expérimentales, l'utilisation du modèle de densification avec une distribution de tailles n'améliorera pas la précision des simulations pour notre application. Pour ces raisons, on poursuivra nos calculs avec le modèle de densification utilisant un diamètre moyen pour l'étude paramétrique qu'on va mener dans le chapitre suivant.

3.10 Conclusion partielle

Un modèle numérique 3D basé sur la méthode des volumes finis est établi afin d'étudier le transfert de chaleur dans un lit de poudre de polymère pendant le processus de frittage laser des polymères. Il associe la majorité des phénomènes physiques intervenant dans le procédé SLS, tels que le transfert de chaleur radiatif, la conduction thermique, la coalescence, la densification et la cristallisation. Une vérification numérique du modèle est effectuée, ensuite les résultats des simulations ont été comparés aux données expérimentales de la littérature.

Afin de mettre en évidence le potentiel du modèle pour la prédiction des caractéristiques finales des pièces fabriquées par le procédé SLS et de confirmer nos conclusions précédentes, nous allons appliquer le modèle à des conditions réelles du procédé SLS

dans le chapitre suivant. Nous mettrons en application le modèle décrit au cas du frittage laser d'un polymère semi-cristallin. Nous utiliserons, notamment les données issues des caractérisations rhéologiques, thermophysiques, et de cinétique de cristallisation réalisées par le laboratoire IMP.

Analyse paramétrique dans les conditions SLS

Ce chapitre est consacré à l'application du modèle développé dans le chapitre précédent pour la simulation du procédé SLS en utilisant les propriétés du matériau du projet ; PA6 Sinterline.

Dans un premier temps, nous présenterons les conditions des simulations et nous décrirons les propriétés du matériau concerné. Nous détaillerons le domaine de calcul et les conditions aux limites utilisées.

Enfin, les résultats des simulations des différentes études paramétriques seront analysés et discutés. Les résultats incluent les évolutions transitoires entre autres la température, la porosité et la cinétique de cristallisation.

4.1 Définition des conditions opérationnelles

Le matériau concerné par le projet est le polyamide 6 d'appellation commerciale PA6 Sinterline du fabricant Solvay. Cette poudre étant en phase de test, est proposée pour la caractériser et évaluer la qualité de ses pièces produites par le procédé SLS. La machine de référence est la Prodways Promaker P1000 d'une plateforme de 300 mm x 300 mm. Équipée d'un laser CO2 de diamètre de 450 μm et d'une puissance maximale de 25 Watt. La vitesse de scan laser allant de 2.5 à 3.5 m/s. Sur le volet simulation, l'objectif est de lancer des simulations dans les différentes configurations de test d'aptitude de cette poudre PA6 Sinterline au procédé SLS. Pour mieux expliciter l'influence de chaque paramètre, dans l'étude comparative on a choisi des valeurs proches de telle manière qu'elles correspondent à celles appliquées sur la machine.

4.1.1 Domaine de calcul

En raison des coûts de calcul importants, les simulations sont réalisées sur des géométries représentatives d'un volume relativement petit. Deux configurations sont considérées. Pour des calculs sur une couche de poudre, la géométrie choisie est de 1 mm de largeur et 1 mm de longueur pour une épaisseur de couche de 100 μm , comme montré

sur la Fig.4.1. Dans le cas de calcul sur un ensemble de couches, on procède à l'extension de la géométrie à chaque fois pour une couche supplémentaire dans la direction z . La Fig.4.2 schématise le domaine de calcul à l'ajout de la troisième couche sur les deux premières précédemment frittées. Le volume de chaque couche est discrétisé par un maillage rectangulaire régulier de $50 \times 50 \times 15$.

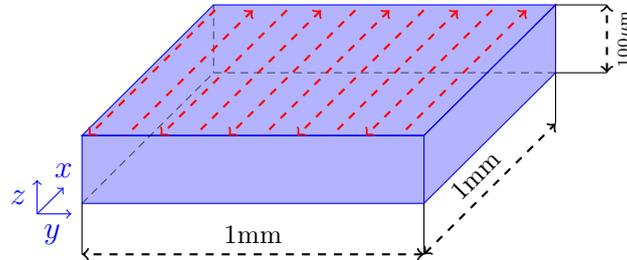


FIGURE 4.1: Domaine de calcul des simulations sur une couche

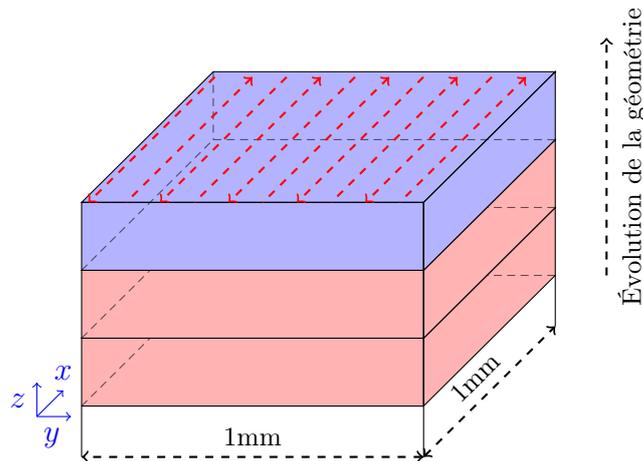


FIGURE 4.2: Domaine de calcul des simulations sur plusieurs couches

4.1.2 Conditions aux limites

La géométrie modélisée est supposée exposée à l'environnement de fabrication dans la machine SLS. Ceci, se traduit par trois types de conditions aux limites :

À la surface supérieure

Le transfert de chaleur entre la surface supérieure et l'environnement de la chambre de production est décrit par une condition de convection naturelle et de rayonnement :

$$-\lambda \frac{\partial T}{\partial n} = -h_{tot}(T - T_f) \quad (4.1)$$

$$h_{tot} = h + \epsilon\sigma (T^2 + T_f^2) (T + T_f)$$

avec T_f la température de l'environnement égale à 470 K, h le coefficient d'échange convectif égal à $15 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ [23], ϵ l'émissivité surfacique considérée comme constante égale à 0.8 [23], σ la constante de Stefan-Boltzman et n la direction normale.

Sur les surfaces latérales

La partie simulée est supposée se situer au milieu d'une pièce de dimensions suffisamment grandes que les échanges thermiques à travers les surfaces latérales sont négligeables. Cette hypothèse est exprimée par une condition de symétrie sur les quatre bords comme suivant :

$$-\bar{\lambda} \frac{\partial T}{\partial n} = 0 \quad (4.2)$$

À la surface inférieure

Durant la fabrication, l'ensemble du piston et bac de fabrication est maintenu à température constante T_{bac} . Dans la réalité du procédé, avant le début de frittage, on procède à l'étalement en moyenne de 20 couches de poudre dans le bac de fabrication. Cette poudre va servir de résistance thermique entre la première couche et le bac. Afin d'éviter de prendre en compte dans les calculs l'épaisseur de cette poudre déposée dans le bac de fabrication, une condition de flux thermique est appliquée. L'épaisseur de la poudre déposée e_p est estimée à 2 mm (équivalent à 20 couches de $100 \mu\text{m}$) et présentant une conductivité équivalente λ_{pp} . Sous l'hypothèse de contact parfait entre cette épaisseur de poudre et la surface du bac et entre les différentes couches, cette condition peut s'exprimer comme :

$$-\bar{\lambda} \frac{\partial T}{\partial n} = -\frac{\lambda_{pp}}{e_p} (T - T_{bac}) \quad (4.3)$$

Cette condition est appliquée seulement dans le cas des simulations sur plusieurs couches. Par contre, pour les calculs sur une épaisseur de couche, afin d'éviter toute influence de la température du bac de fabrication, nous avons imposé une condition d'adiabacité à la surface inférieure.

4.1.3 Caractéristiques du matériau

Dans le cadre du projet ANR 3D SLS, le matériau est caractérisé par le laboratoire partenaire d'Ingénierie des Matériaux Polymères IMP-UMR 5223. Dans la présente étude, nous utiliserons essentiellement les données caractérisées par notre partenaire du projet. Ce matériau n'étant pas encore commercialisé, le seul travail disponible dans la littérature qui a étudié ce matériau est celui de Verbelen al. [99]. Certaines caractéristiques de ce matériau sont également disponibles dans ce manuscrit.

La poudre du PA6 Sinterline présente une porosité initiale de 58% à l'état aéré et de 49% avec compactage. Dans la machine, le déploiement de la poudre dans le bac de fabrication par le racleur va induire un compactage partiel de la poudre. Pour cette raison, dans les calculs, une valeur moyenne $\varphi_0 = 53.5\%$ est prise en compte. Sa granulométrie, représentée sur la Fig. 4.3, varie de 5 à $140 \mu\text{m}$ avec un diamètre moyen $D_g = 60.1 \mu\text{m}$. Cette valeur sera celle utilisée dans nos simulations en considérant une

distribution homogène. Pour des raisons d'évolution de la masse molaire en fonction

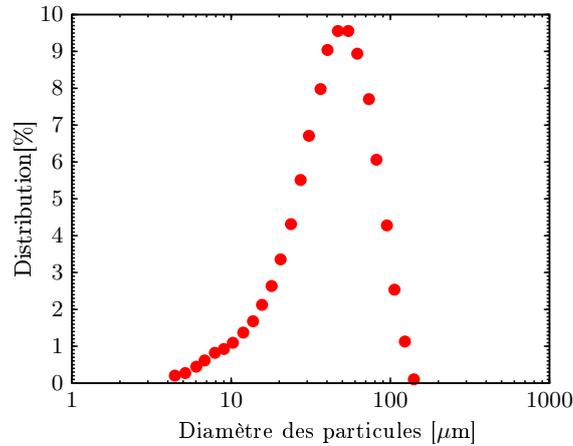


FIGURE 4.3: Granulométrie de la poudre PA6 Sinterline

de la température du polymère choisi pour cette étude, les mesures rhéologiques deviennent délicates et n'ont pas été menées complètement par nos partenaires du projet. Par conséquent, certaines valeurs pour le même polymère, sont prises de la littérature. Ainsi, d'après les travaux de Graessley [129], une estimation du temps de relaxation τ des chaînes du polymère peut être obtenue par le modèle suivant :

$$\tau = \eta J_e^0 \quad (4.4)$$

où η est la viscosité à taux de cisaillement nul en [Pa.s] et J_e^0 est la complaisance de cisaillement en écoulement stationnaire en [Pa⁻¹].

$$J_e^0 = \frac{1.798 M_e}{\rho_{pl} R T} \quad (4.5)$$

M_e est la masse entre enchevêtrement qui vaut 1980 g.mol⁻¹ selon Fetters et *al.* [130], ρ_{pl} [kg.m⁻³] est la masse volumique du polymère fondu à la température T [K] et R est la constante des gaz parfaits.

Sous l'hypothèse que seuls les deux paramètres ρ_{pl} et η dépendent de la température, la masse volumique évolue linéairement avec la température T [°C], comme suit :

$$\rho_{pl}(T) = 1308.8 - 1.2 * T \quad (4.6)$$

Et la viscosité à cisaillement nul suit une loi de type Arrhenius donnée par l'équation :

$$\eta(T) = \eta(T_0) \exp\left(\frac{E_a}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0}\right)\right) \quad (4.7)$$

D'après les travaux de caractérisation du PA6 Sinterline réalisés par Verbelen et *al.* [99], $\eta(T_0)$ vaut 650 Pa.s à $T_0 = 513$ K et $E_a = 58$ kJ mol⁻¹.

L'évolution en fonction de la température des trois propriétés ρ_{pl} , η et τ est représentée sur les Fig. 4.4, 4.5 et 4.6, respectivement.

La formulation de la tension de surface Γ , utilisée dans le chapitre précédent, donnée par Dupin [124] est également supposée la même pour le PA6 Sinterline :

$$\Gamma = -0.0556.T + 40.0 \quad (4.8)$$

avec T en $^{\circ}\text{C}$ et Γ en $[\text{mN m}^{-1}]$.

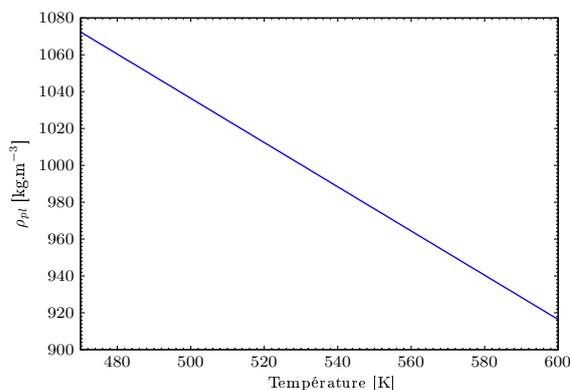


FIGURE 4.4: Masse volumique du fondu PA6 Sinterline.

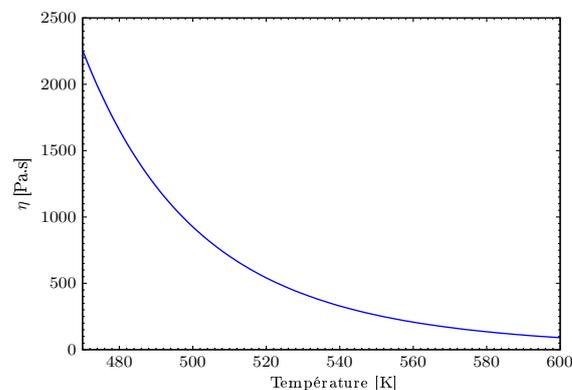


FIGURE 4.5: Viscosité sans cisaillement du fondu PA6 Sinterline.

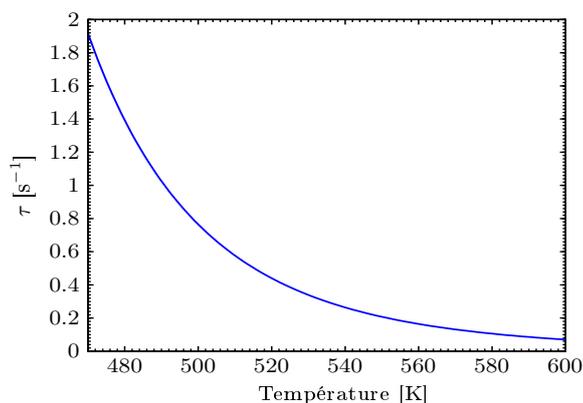


FIGURE 4.6: Temps de relaxation modélisé du fondu PA6 Sinterline.

Pour alimenter le modèle de Nakamura simulant la cinétique globale de cristallisation, une caractérisation expérimentale du matériau est également réalisée par nos partenaires de l'IMP, dans le cadre de ce projet. Une série de mesures de taux de cristallisation, par DSC (Differential Scanning Calorimetry), aussi bien en conditions isothermes qu'en refroidissement à vitesse constante a été menée. Le résultat de l'identification des paramètres du modèle de cinétique de cristallisation anisotherme est résumé dans le Tab.4.1. À noter que le taux de cristallinité initiale (avant frittage) de la poudre caractérisée varie de 25% à 30%. Sur les Fig. 4.7 et 4.8 est représentée l'évolution modélisée pour quatre vitesses de refroidissement en fonction du temps et de la température. Évidemment, moins la vitesse de refroidissement est importante, plus le matériau se cristallise à des températures élevées. L'ensemble des propriétés thermophysiques

Paramètre	Valeur	
n	3	-
K_0	$7.1 \cdot 10^{18}$	-
K_g	$2.9 \cdot 10^5$	-
U_a	7263	-
T_∞	496	[K]
T_g	330	[K]
ΔH_c	36	[kJ Kg ⁻¹]

TABLE 4.1: Paramètres du modèle de cristallisation pour le matériau PA6 Sinterline

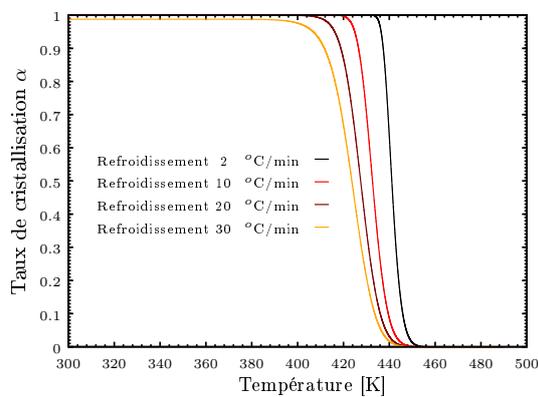


FIGURE 4.7: Cristallisation en fonction de la température du PA6 Sinterline.

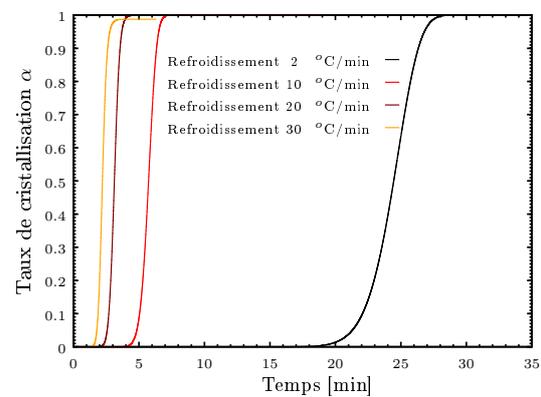


FIGURE 4.8: Cristallisation en fonction de temps du PA6 Sinterline.

nécessaires pour la présente étude sont résumées dans le Tab. 4.2. Certaines propriétés nécessaires pour les simulations et qui n'ont pas été caractérisées dans le cadre de cette étude, telles que les conductivités thermiques, les propriétés du gaz présent dans la poudre polymère et les propriétés radiatives du lit de poudre ont été obtenues de la littérature.

Paramètre	Valeur		Paramètre	Valeur	
ρ_{p_s}	1018	[Kg m ⁻³]	λ_{gas} [26]	0.033	[W m ⁻¹ K ⁻¹]
ρ_{p_l}	$1308.8 - 1.2 \cdot T (T \text{ °C})$	[Kg m ⁻³]	Cp_{gas} [26]	1049	[J Kg ⁻¹ K ⁻¹]
Cp_{p_s}	$812.5 + 5.3 \cdot T (T \text{ °C})$	[J Kg ⁻¹ K ⁻¹]	φ_0	53.5	[%]
Cp_{p_l}	2391.1	[J Kg ⁻¹ K ⁻¹]	D_g	60.1	[μm]
T_s	471	[K]	L	62	[kJ Kg ⁻¹]
T_l	487	[K]	ΔH_c	36	[kJ Kg ⁻¹]
λ_{p_s} [26]	0.28	[W m ⁻¹ K ⁻¹]	β [24]	9000	[m ⁻¹]
λ_{p_l} [26]	0.24	[W m ⁻¹ K ⁻¹]	Re [24]	0.04	[%]

TABLE 4.2: Propriétés matériau du PA6 Sinterline (les indices p_s , p_l , gas indiquent que les propriétés sont affectées à la phase solide, liquide, et gazeuse respectivement)

4.2 Analyse paramétrique sur un lit de poudre

Jusqu'à présent, dans la plupart des travaux publiés sur la simulation du procédé SLS, on se limite à l'étude d'un lit de poudre sans prendre en compte les conditions de fabrication par ajouts successifs de couches et frittage d'un empilement de couches. De ce fait, dans cette partie, des simulations numériques 3D du procédé SLS sont proposées, dans un premier temps sur une couche seule, puis sur plusieurs couches, en considérant le mécanisme d'ajout de couche.

La densité d'énergie (E_d) est le paramètre du procédé le plus utilisé pour l'étude du procédé SLS. Ce paramètre englobe la vitesse de balayage laser, la puissance et le diamètre du laser. Dans le cas où on considère un balayage laser multiple (pas un seul passage), comme dans le nôtre, c'est l'espacement entre deux passages laser qui est pris en compte au lieu du diamètre du laser. La vitesse de balayage et la puissance du laser sont les deux paramètres les plus pertinents, car ils ont une influence directe sur la qualité des pièces produites et sont facilement contrôlables sur la machine SLS.

Le but de ces simulations sur un lit de poudre est de déterminer le cycle thermique que subit le polymère et son évolution thermophysique en fonction du temps, sous irradiation laser. Une série de simulations sont réalisées en fonction de la puissance et de la vitesse de balayage laser. La température initiale de la poudre est la même que celle de l'environnement et est fixée égale à 470 K.

La Fig. 4.9 présente la densité d'énergie appliquée en fonction de la puissance et de la vitesse de scan du laser et la Fig. 4.10 montre les résultats des simulations en terme de températures maximales atteintes. Une corrélation directe est observée entre la densité d'énergie et la température maximale, et naturellement en augmentant la densité d'énergie déposée, on enregistrera des températures plus élevées au sein du lit de poudre. Cependant, pour éviter une dégradation partielle ou totale du matériau fritté, connaître les températures maximales atteintes en fonction de la densité d'énergie déposée est important pour définir les conditions de procédabilité du polymère. Par exemple, comme indiqué sur les figures précédentes, quand l'énergie déposée est dans l'intervalle [3.0 : 3.2], qui correspond à la surface colorée en rouge sur les Fig 4.9 et 4.10, la température maximale est aux alentours de 800 K. Ces valeurs sont trop élevées pour une application à un polyamide. Par conséquent, le plafond de la gamme d'énergie convenant au frittage du PA6 Sinterline ne devra pas excéder 3 J/cm².

Une autre donnée pertinente est de savoir l'aptitude de ce polymère en poudre à se consolider dans les conditions du procédé. Cette caractéristique peut être quantifiée via la porosité résiduelle et la cinétique de sa diminution en fonction de différents paramètres, tels que le temps écoulé entre couches ou l'énergie de frittage. Comme discuté dans le chapitre 2, la qualité de consolidation du matériau peut être représentée par la porosité finale après frittage, qui est un facteur clé dans le comportement à l'usage du matériau. Le processus de densification dépend du temps et des propriétés rhéologiques du polymère fondu qui sont eux même fonction de la température. Bien entendu, le temps de frittage d'une couche dépend de l'étendue de sa surface, et avant de rajouter une couche supplémentaire, chaque point de cette surface a eu son propre temps pour se densifier. Sur la machine SLS, après le frittage de chaque couche, un temps d'attente

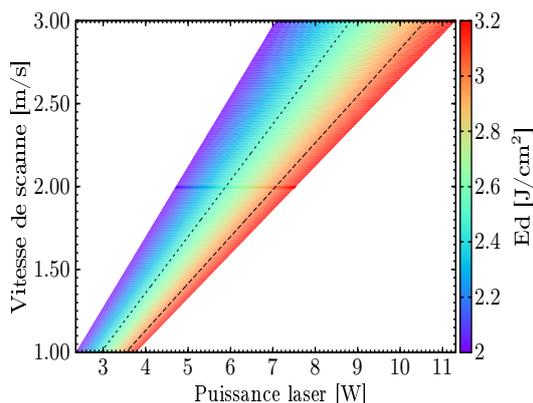


FIGURE 4.9: Densité d'énergie en fonction de la puissance et de la vitesse de balayage du laser

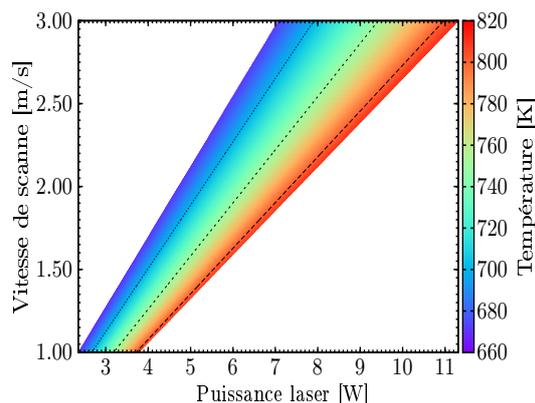


FIGURE 4.10: Températures maximales atteintes en fonction de la puissance et de la vitesse de balayage du laser

est souvent imposé (généralement égal à 2 secondes). Par conséquent, sur la même couche fondue résulte une distribution donnée de porosité. Ainsi, au regard de cette dépendance des paramètres, pour l'analyse d'une couche, les variables de test les plus pertinentes sont essentiellement la densité d'énergie et la cinétique de consolidation des grains de polymère après la radiation par laser. Sur les Fig. 4.11, 4.12 et 4.13 est représentée la porosité prédite par le modèle sur une couche en fonction du temps écoulé après l'insolation laser et de la densité de l'énergie laser. Il est à remarquer qu'un temps de 2 s d'attente entre couches est considéré, durant lequel la majeure partie des phénomènes de coalescence et de densification ont eu lieu. Les figures représentent donc l'évolution de la porosité après ce délai. On s'est limité à un temps maximal de 20 secondes, car à partir de ce moment l'évolution de la porosité est presque négligeable. De l'analyse de ces résultats, il est intéressant de constater que la plus grande partie de

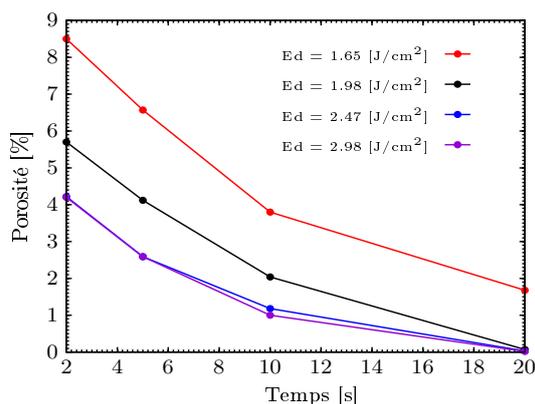


FIGURE 4.11: Porosité en fonction du temps après l'insolation laser pour différentes énergies déposées

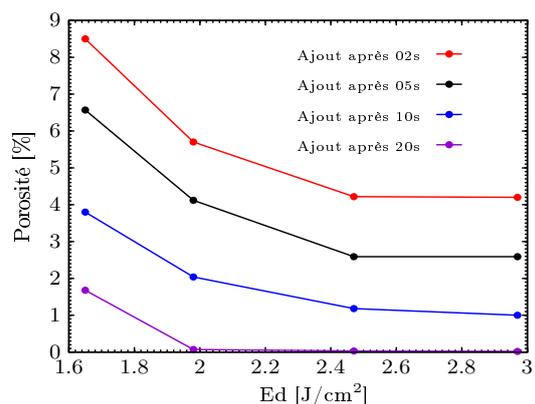


FIGURE 4.12: Porosité en fonction de la densité d'énergie à différents moments après l'insolation laser

l'air présent dans le lit s'évacue pendant les premiers instants juste après l'interaction laser-poudre. De plus, on observe que l'écart entre les porosités prédites à 2 secondes

et à 20 secondes se réduit en augmentant la densité d'énergie d'insolation. Par contre, plus le polymère a un temps suffisamment long pour se densifier, moins l'effet de la densité d'énergie est prépondérant. Sur la Fig. 4.11, pour des temps supérieurs à 15 secondes, l'écart entre les porosités prédites pour les différentes densités d'énergie est insignifiant. Pareil sur la Fig. 4.12 où les porosités calculées après 10 et 20 secondes sont quasiment indépendantes des densités d'énergie supérieures à 2 [J/cm²].

La cinétique de densification du lit de poudre contrôle également l'épaisseur des couches

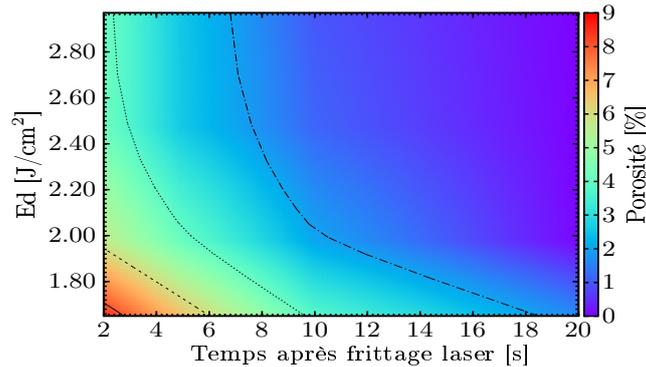


FIGURE 4.13: Porosité résiduelle dans la couche frittée en fonction du temps de maintien et de l'énergie déposée

étalées. Un taux de densification important avant l'étalement d'une nouvelle couche donnera lieu à un retrait de volume considérable. Donc, une épaisseur suivante de poudre importante à étaler pour compenser ce retrait de volume, en ajustant le déplacement du piston du bac de fabrication. Ces calculs sur une couche et leurs résultats servent à avoir une information primaire sur le comportement global du matériau en fonction des conditions du procédé. Ils devraient aussi servir de valeur de comparaison à des mesures expérimentales pour validation, raisonnablement réalisables, car il s'agit de mesures de surface (une couche) avec des paramètres du procédé maîtrisables. Ces mesures sont prévues dans le cadre de ce projet, mais ne sont pour le moment pas encore réalisées, pour des raisons de disponibilité du banc d'essais.

Dans ce qui suit, nous détaillerons l'ensemble de ces discussions avec prise en compte d'un empilement de couches et en s'intéressant plus à la nature transitoire du procédé.

4.3 Analyse de l'étalement d'une couche de poudre

Sur la machine SLS, la durée totale de construction d'une pièce dépend du temps de frittage de chaque couche. Selon la taille de la surface à fritter et la vitesse de scan, le temps de frittage d'une couche peut atteindre 60 secondes. Sachant qu'à la fin de frittage de chaque couche, l'étalement d'une nouvelle ne débutera qu'après un certain temps appelé 'temps de retard après frittage', égal à deux secondes dans notre cas (donnée de la machine de référence prévue dans ce projet). Une fois la poudre est étalée dans le bac de fabrication, on procède au préchauffage de cette dernière jusqu'à ce que

sa température atteigne la valeur de celle de la chambre de fabrication. Généralement, cette opération nécessite trois secondes.

L'une des propriétés importantes pour la qualification d'un matériau pour le procédé SLS est sa 'fenêtre de frittage'. Dans le cas idéal, une fois qu'une couche de poudre est frittée, l'objectif est de la maintenir le plus longtemps possible à l'état liquide. Le temps écoulé entre le moment de passage laser et le moment d'apporter une nouvelle poudre est différent en tout points de la surface frittée. Cela dépend de la position de chaque point dans la bac de frittage, de l'étendue de la surface considérée, de la vitesse de frittage et de la vitesse d'étalement de la poudre. Par conséquent, chaque point de la surface fondue a son propre cycle thermique. La poudre à déployer est à une température inférieure à celle déjà frittée. Cette dernière, à son contact avec la couche frittée, va induire certainement un refroidissement de la matière fondue, voire probablement la cristallisation dans le cas d'un polymère semi-cristallin. Donc, des contraintes résiduelles pourront être générées, menant ainsi à des déformations à l'interface des deux couches.

En résumé, les paramètres intervenant lors de l'ajout d'une couche de poudre sont essentiellement : la température du lit fondu qui dépend de la densité d'énergie, la température initiale de la poudre à étaler, le temps écoulé entre les deux opérations de frittage et de l'étalement d'une nouvelle poudre. En fonction de ces paramètres nous présenterons dans les parties suivantes les résultats d'analyse du refroidissement induit par l'étalement d'une nouvelle couche de poudre sur une précédente déjà frittée. À cette fin, nous investiguerons, dans un premier temps, le cycle thermique du lit de poudre après l'insolation laser dans la section 4.3.1, ensuite, l'effet du refroidissement induit par l'étalement de la poudre dans l'épaisseur du fondu polymère dans la section 4.3.2, puis en fonction des résultats primaires tirés de ces deux parties on procédera à une analyse paramétrique globale du procédé dans la section 4.3.3.

4.3.1 Cinétique thermique après l'irradiation laser

Afin d'analyser l'évolution de la température de la poudre fondue en fonction du temps écoulé après le scan laser, nous avons réalisé des calculs lors de l'ajout d'une couche supplémentaire. Les Fig. 4.14 et 4.15 représentent l'évolution de la température après le scan laser à la surface du lit de poudre et à une profondeur de $50\mu\text{m}$ respectivement, pour trois densités d'énergie déposées. Dans les deux cas, que ce soit à la surface ou bien en profondeur, après un temps approximativement égal à 20 secondes, la température sur chaque point est indépendante de l'énergie déposée et regagne la température de préchauffage qui est égale à celle de la chambre de fabrication. On remarque donc, que dans les conditions définies pour notre simulation, sur une surface frittée et dans la profondeur de l'épaisseur d'une couche, toute la partie ayant un temps de refroidissement supérieur ou égal à 20 secondes atteint la même température au moment de l'ajout d'une nouvelle poudre. Ce résultat nous permet ainsi de considérer, dans l'analyse de l'effet de déploiement d'une nouvelle poudre, un temps maximal limite de refroidissement de 20 secondes avant l'opération de l'étalement d'une nouvelle couche.

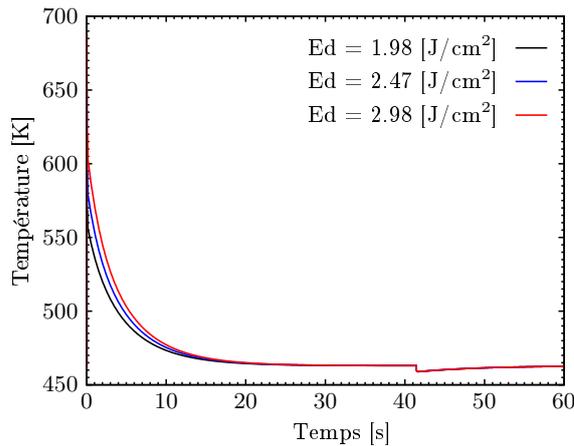
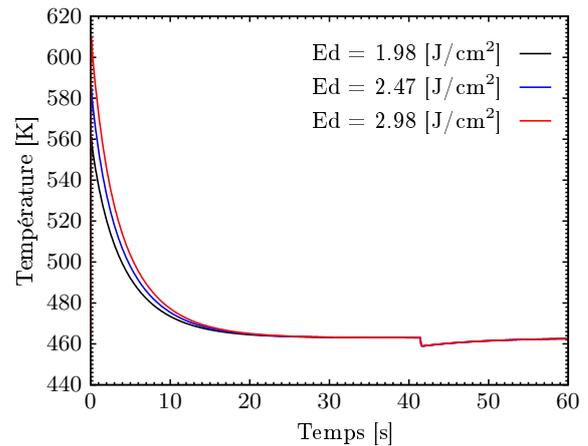
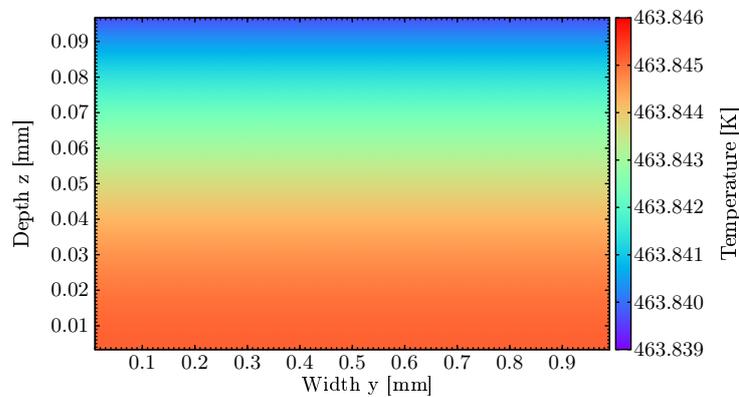


FIGURE 4.14: Température à la surface supérieure

FIGURE 4.15: Température à une profondeur de $50\mu\text{m}$ FIGURE 4.16: Profil de température dans le plan ZY à $t=24.7\text{ s}$ ($E_d=2.8\text{ J/cm}^2$)

4.3.2 Effet thermique de l'ajout d'une nouvelle couche

Les simulations sont effectuées avec une densité d'énergie fixe $E_d=1.65\text{ [J/cm}^2]$ et un temps de retard après frittage laser de 2 secondes pour trois températures initiales T_{ini} de poudre distinctes.

Rappelons que durant les simulations, l'étalement d'une nouvelle couche s'effectue par activation des cellules de maillage dans le temps en fonction de la vitesse du racleur qui est de 140 cm/s . Ceci est accompagné par le déplacement des conditions aux limites, ce qui permet de quantifier et analyser le transfert thermique à l'interface entre la nouvelle couche de poudre et la précédente déjà fondue à tout moment durant cette opération. Lors de l'opération d'étalement de la nouvelle couche, un échange thermique s'effectue entre les deux milieux en contact progressif. La couche déjà frittée se refroidit, tandis que la poudre en étalement se réchauffe. Ce phénomène, bien que très rapide, affecte une bonne partie de l'épaisseur des couches en vis à vis, et participe à la qualité de l'adhésion des couches entre elles.

Comme montré sur la Fig. 4.17, durant l'étalement de la poudre, le refroidissement de la matière fondue, également le préchauffage de la poudre en étalement, s'est déjà propagé

dans les deux parties même avant la fin de l'opération. Cela signifie que les conditions d'ajout de la nouvelle couche affectent grandement l'interface entre les couches, qui est la zone où s'effectue la consolidation de la pièce frittée. Ce phénomène est déjà signalé dans la thèse de Défauchy [24], mais est clairement montré dans ce travail et bien quantifié par notre modèle. La Fig. 4.18 présente l'évolution de la température

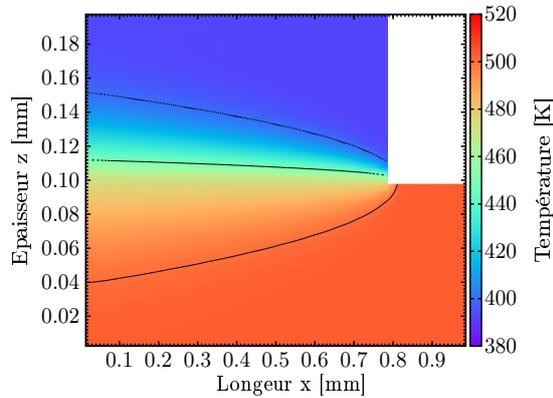


FIGURE 4.17: champ de température dans le plan ZX au cours de l'étalement de poudre, $T_{ini} = 392$ K

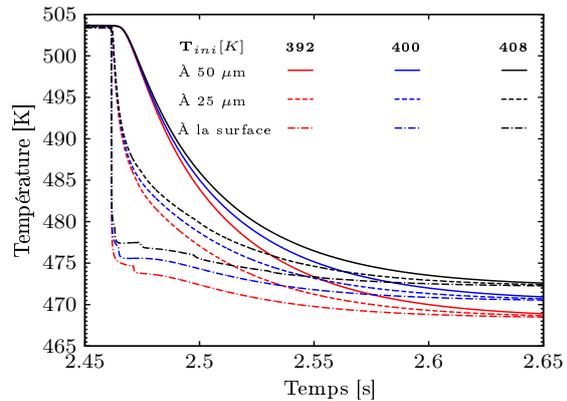


FIGURE 4.18: Évolution de la température dans le polymère fondu à différentes épaisseurs

dans la couche fondue à différentes épaisseurs et pour trois différentes températures initiales de la poudre en étalement. En termes de cinétique de refroidissement, pour les trois configurations testées, on remarque un refroidissement brusque à la surface qui s'atténue en fonction de la profondeur. Pour une même température initiale de poudre, les températures enregistrées en fonction de la profondeur sont suffisamment éloignées durant les premiers instants du contact, mais qui s'établissent vite vers la même valeur au bout de 0.2 seconde. Cela montre bien le caractère transitoire du procédé et de l'importance du choix des vitesses de scan laser et de l'étalement des couches successives de poudre, notamment sur la qualité de soudage des interfaces entre couches.

4.3.3 Étude paramétrique de l'étalement d'une couche de poudre

L'analyse paramétrique qui suit vise à détailler l'influence de l'étalement d'une couche de poudre sur une première déjà fondue en fonction des paramètres résumés dans le Tab.4.3. Les Fig. 4.19, 4.20 et 4.21 présentent l'évolution de la température au cours de l'étalement à l'interface du fondu polymère et de la couche de poudre. Pour quatre valeurs de température de la poudre étalée et quatre densités d'énergie, sont tracées les évolutions de la température à trois moments différents après le passage laser (2 s, 10 s et 20 s).

Concernant le cas avec un temps de retard de 2 secondes, pour l'ensemble des paramètres testés, le polymère fondu est maintenu à une température au dessus de son point de fusion. Les chutes de température sont élevées, allant de 35 à 50 K, et donc une

Ed [J/cm ²]	Température initiale [K]	Temps écoulé après fusion [s]
1.65 - 1.98 - 2.47 - 2.97	392 - 400 - 408 - 416	2 - 10 - 20

TABLE 4.3: Paramètres étudiés dans les simulations d'analyse de l'étalement

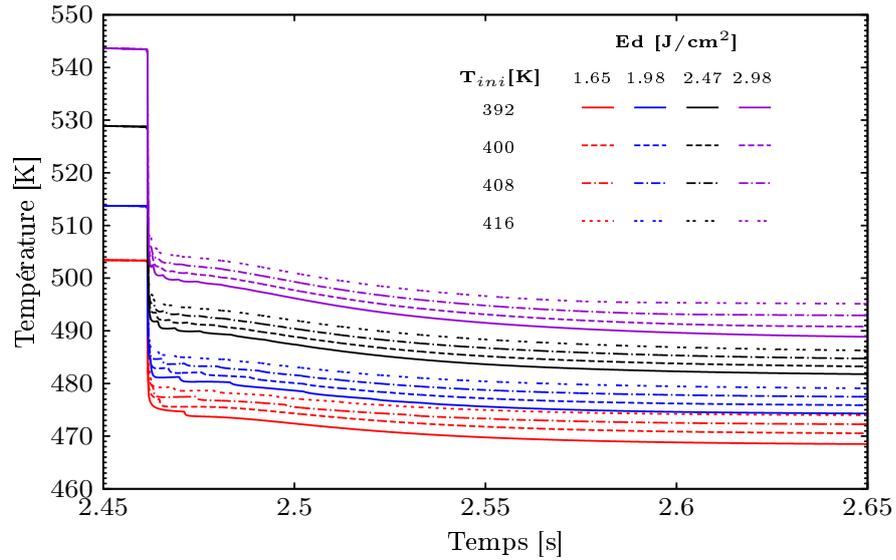


FIGURE 4.19: Évolution de la température à l'interface poudre-fondu à 2 secondes après le balayage laser

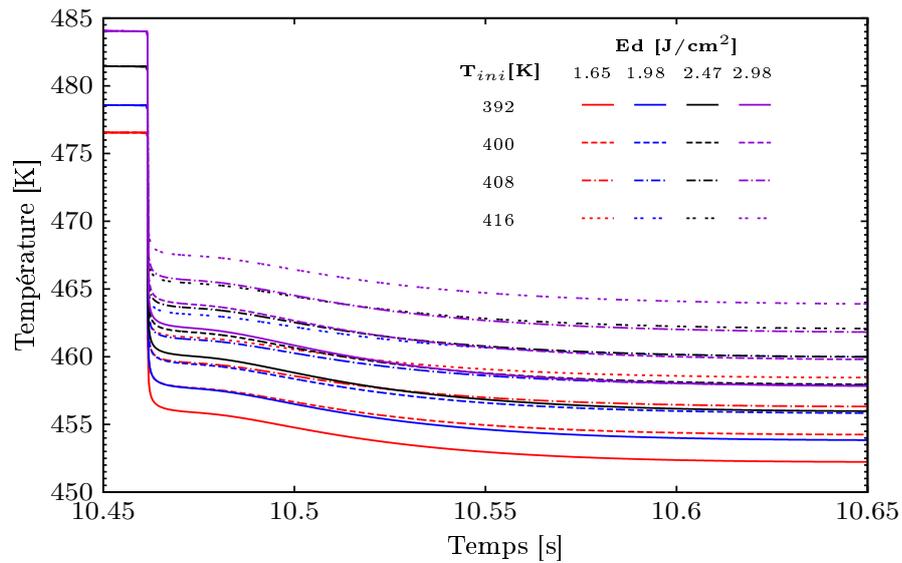


FIGURE 4.20: Évolution de la température à l'interface poudre-fondu à 10 secondes après le balayage laser

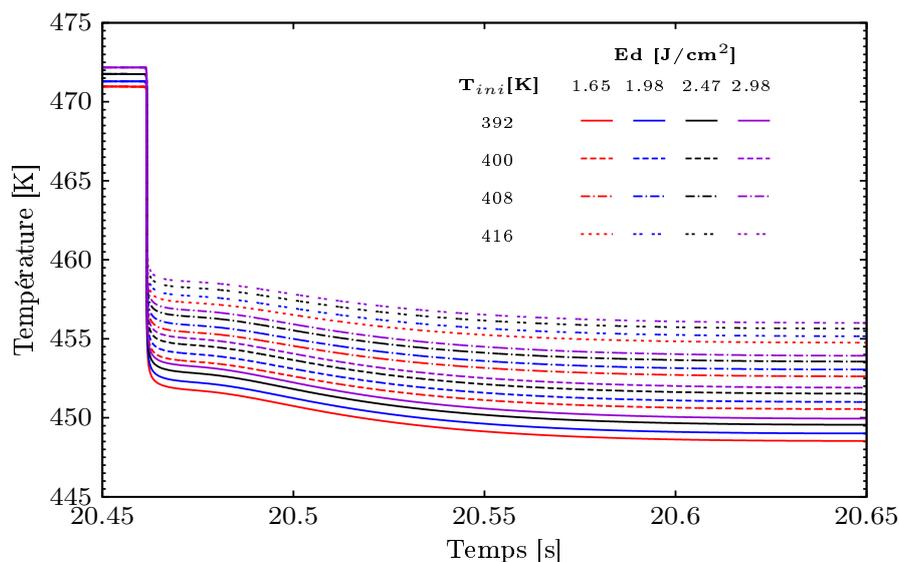


FIGURE 4.21: Évolution de la température à l'interface poudre-fondu à 20 secondes après le balayage laser

cinétique de refroidissement importante. Puisque le polymère n'a pas eu suffisamment le temps pour se refroidir, l'effet de la densité d'énergie sur les températures atteintes dans le fondu l'emporte sur celui de la température de la poudre apportée. Inversement, plus le temps écoulé entre le balayage laser et l'étalement est important, plus la température du fondu polymère converge vers la température de l'environnement de fabrication indépendamment de l'énergie laser. En conséquence, c'est la température initiale de la poudre ajoutée qui influe sur le refroidissement induit. Dans les deux cas à 10 et 20 secondes, les températures atteintes sont en dessous du point de fusion. Durant ce temps, en fonction de la température de la poudre ajoutée, le matériau fondu doit être maintenu dans l'intervalle de la fenêtre de procédabilité, donc à une température supérieure à celle de cristallisation. Or, la température de début de cristallisation, à un temps donné, dépend de la cinétique de refroidissement. Plus le taux de refroidissement est faible plus la température de cristallisation est élevée, comme le prédit la théorie globale de cristallisation. Naturellement, selon que le polymère cristallise durant l'étalement de la couche ou plus tard, la qualité de la consolidation du matériau ne sera pas la même.

Durant le procédé, à un temps fixe donné, la température de cristallisation d'un matériau dépend de la vitesse de refroidissement $\Delta T/\Delta t$. De ce fait, la possibilité de cristallisation du matériau fondu au cours de l'étalement dépend de sa nature et de la cinétique de chute de sa température, qui dans les premiers instant après le passage laser est très violente. Les deux Fig. 4.22 et 4.23 représentent les vitesses de refroidissement pour le cas le plus favorable, avec la plus faible densité d'énergie et la température de préchauffage la moins basse. Que ce soit en surface ou bien dans l'épaisseur du matériau fondu, dans les deux cas de figure, les cinétiques calculées sont très importantes, de l'ordre de 10^4 [K/s], mais redeviennent lentes dès que l'interface s'homogénéise à des températures proches de l'ambiance de la chambre de frittage, comme nous l'avions

démonstré dans la Fig. 4.18. Par ailleurs, pour un polymère semi-cristallin, plus la vitesse de refroidissement est importante, plus la température à laquelle cristallise le matériau s'approche vite de la valeur de transition vitreuse et donc se retrouve hors des zones recommandées pour la procédabilité du matériau. En nous basant sur les cinétiques de cristallisation décrites dans les Fig. 4.7 et 4.8, et en restant dans le cadre de nos paramètres du procédé choisis pour la simulation, l'analyse des cinétiques de refroidissement calculées montre que le polymère fondu se trouve bien dans sa fenêtre de procédabilité. Ainsi, dans ces conditions, le polymère ne manifeste aucune cristallisation durant l'étalement de couches pour tous les paramètres testés.

Par conséquent, d'après ces résultats, la cristallisation aura lieu sous l'effet du refroi-

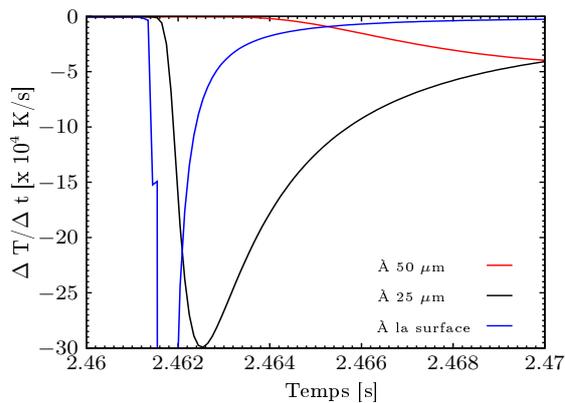


FIGURE 4.22: Cinétique d'évolution de la température dans la couche frittée maintenue 2 s avant l'étalement de poudre

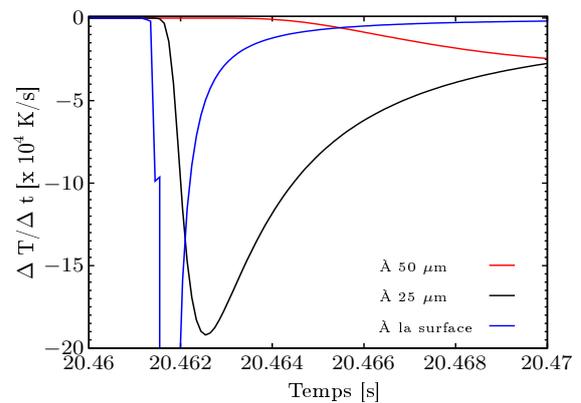


FIGURE 4.23: Cinétique d'évolution de la température dans la couche frittée maintenue 20 s avant l'étalement de poudre

dissement global de la pièce mais en aucun cas sous l'effet d'étalement de la poudre. Ce résultat est pertinent et nous renseigne sur les conditions favorables de consolidation des couches, bien qu'une validation ultérieure par analyse DSC et mesures thermiques lors du frittage devront être menées.

L'autre information qu'on peut tirer de ces simulations est l'état rhéologique du matériau fondu suite à l'étalement d'une nouvelle couche de poudre. Dans le premier cas simulé (2 secondes après balayage laser), le polymère se maintient à des températures assez hautes pour que ses viscosités restent suffisamment faibles, allant de 1000 à 1700 Pa.s, alors que dans les deux autres cas (10 et 20 s d'attente après frittage), les températures de l'interface ont chuté, et les viscosités croissent et dépassent les 2300 Pa.s (par application de la loi d'Arrhenius). Cela impacte forcément la densification des grains fondus, car leurs cinétiques de coalescence et de diffusion de l'air ne s'effectuent pas dans les mêmes conditions thermiques. En effet, l'étalement conduit donc au ralentissement de la consolidation du lit fondu, et la qualité de l'adhésion à l'interface des couches sera affectées. Concernant la poudre à déployer, avant l'étape d'étalement, si elle est préchauffée à des hautes températures, les grains de polymères peuvent se coller les uns aux autres avant l'étalement, et poser des problèmes lors d'ajout des couches de poudre. Si la poudre n'est pas suffisamment préchauffée, elle peut induire une chute considérable de la température du matériau fondu, entraînant ainsi des pro-

blèmes d'adhérence entre les couches.

On peut conclure que pour une optimisation des conditions d'étalement, autre que le maintien du matériau à l'état fondu, l'état rhéologique du matériau doit être investigué. Enfin, dans toute cette analyse que nous venons de présenter, nous nous sommes limités soit à étudier le comportement thermique d'une couche isolée sous une insolation laser, ou bien à caractériser l'effet d'une deuxième couche ajoutée sur une première déjà fondue. Dans la partie suivante 4.4, nous nous intéresserons à l'analyse des résultats des simulations menées sur un ensemble de couches en fonction des différents paramètres du procédé.

4.4 Étude paramétrique sur plusieurs couches

Le procédé SLS, consiste essentiellement en l'ajout de couches de poudre et leur chauffage par laser, par étapes successives. Pour une bonne compréhension de la réalité transitoire du processus, une analyse par des simulations de l'ensemble du procédé avec plusieurs couches s'avère indispensable.

Dans ce qui suit, l'analyse concernera l'ensemble des phénomènes mis en jeu, tels que l'évolution de la température durant et après le frittage des différentes couches successives, la fusion, la coalescence et la densification du matériau. Ces évolutions seront représentées en termes de porosité, d'effet de l'ajout de couche sur le matériau fondu, et d'éventuelle cristallisation du fondu durant l'ensemble du processus.

Pour ces simulations, la géométrie est la même que dans la section précédente. Les calculs sont effectués sur 20 couches. Pour toutes les simulations, la vitesse de scan est de 2.5 m/s et la vitesse du racleur de poudre est de 140 cm/s. L'espacement entre les passages lasers est de 220 μ m et la température de l'environnement (zone de frittage) est de 470 K. La durée de préchauffage de la poudre après son déploiement est fixée à trois secondes (correspondant au temps de préchauffage de la machine de référence du projet).

En premier lieu, dans la section suivante 4.4.1, nous analyserons un cas test d'une simulation sur plusieurs couches. Ensuite, on proposera des analyses comparatives en fonction des paramètres du procédé. Les paramètres à étudier sont : la température du bac de fabrication, la température initiale de la poudre à étaler, la densité d'énergie de laser (fonction de la vitesse, du diamètre et de la puissance), l'épaisseur des couches et le temps d'attente avant l'ajout des couches. Ces derniers sont résumés dans le Tab 4.4 avec leurs valeurs correspondantes. Le temps physique simulé varie en fonction

Ed [J/cm ²]	Température initiale [K]	Température du bac de fabrication	Temps après fusion [s]	Épaisseur des couches [μ m]
2.47 - 2.97 - 3.24	400 - 408 - 416	426 - 431 - 436	2 - 10 - 20	50 - 75 - 100

TABLE 4.4: Paramètres étudiés dans les simulations avec plusieurs couches

du temps de retard après fusion imposé. Pour un temps de retard de 2 secondes, le frittage des couches s'effectue pendant 102 secondes et le temps total simulé est de 137 secondes. À la fin du frittage de la totalité des couches, la pièce est maintenue pendant 35 secondes en refroidissement.

4.4.1 Analyse globale des différentes évolutions pour plusieurs couches

Afin de bien comprendre les différentes évolutions que subissent les couches de matériau, et avant de procéder à l'analyse paramétrique du procédé, nous présentons dans cette section une analyse et description globales des différentes étapes du process, avec leurs histoires thermiques correspondantes. Nous discuterons ainsi les différentes cinétiques que subit le matériau, notamment l'évolution de la surface du lit de poudre en cours du frittage, l'influence de l'ajout des différentes couches, l'histoire thermique globale et la densité relative finale. Les paramètres de la simulation sont données dans le Tab. 4.5. La Fig. 4.24 montre la distribution de la température à la surface supérieure au

Ed [J/cm ²]	Température du bac de fabrication [K]	Température initiale [K]	Épaisseur des couches [μm]
2.47	431	408	100

TABLE 4.5: Paramètres de la simulation d'analyse des évolutions temporelles

cours du frittage d'une couche ainsi que l'évolution géométrique de cette surface. Les ondulations représentent le lieu des passages laser (creux) et l'espace entre passages (sommets), les couleurs représentent les gradients de température. Bien entendu, les creux sont à plus haute température et donnent lieu à une cinétique de densification locale plus rapide par rapport aux sommets. Ces écarts de température se présentent de manière plus accentuée dans les zones situées à la fin du processus du frittage qu'au début. En effet, quand le laser arrive à la fin de la couche (largeur $y=1$ mm), les premières zones frittées ont déjà subi une diffusion de la chaleur dans l'épaisseur et la température y redevient moins importante. Ce temps a servi aussi à la coalescence et densification d'avoir lieu, générant un retrait de volume important de la matière. Donc, sur une même couche, ce phénomène de retrait se caractérise par deux différences ou gradients : entre sommets et creux d'un même scan laser, du à la différence dans la distribution de densité d'énergie entre le centre du laser et les zones inter-scans, puis entre les premières zones frittées et les dernières, à cause du temps de diffusion thermique et de la densification du polymère, naturellement plus important pour les premières régions frittées que pour les dernières.

Ces phénomènes thermiques et géométriques témoignent bien d'une histoire thermique très complexe que subit une couche frittée, avant superposition d'une nouvelle. Il est donc évident que l'interface entre deux couches ne se réalise pas dans les mêmes conditions thermiques et rhéologiques selon sa localisation dans la pièce, et par conséquent,

il risque d'engendrer des variations dans la qualité de la consolidation des couches selon leur étendue. Ce phénomène sera d'autant plus important que le nombre de couches (taille de pièce) est plus grand. Ces simulations permettent clairement de quantifier ces phénomènes locaux à incidence forte sur la structure finale, et le cas échéant permettront de proposer une optimisation paramétrique de l'histoire thermique globale du matériau, en relation avec les paramètres du procédé.

Sur les deux Fig. 4.25 et 4.26, sont représentés les champs de température dans le plan ZY, correspondant au plan d'étalement des nouvelles couches de poudre.

Durant les calculs, tout comme sur la machine SLS, l'ajout successif des couches de

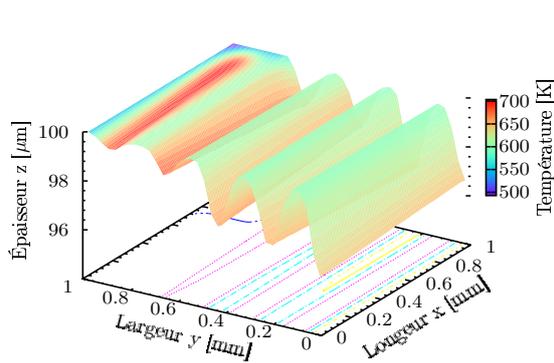


FIGURE 4.24: Frittage de la première couche

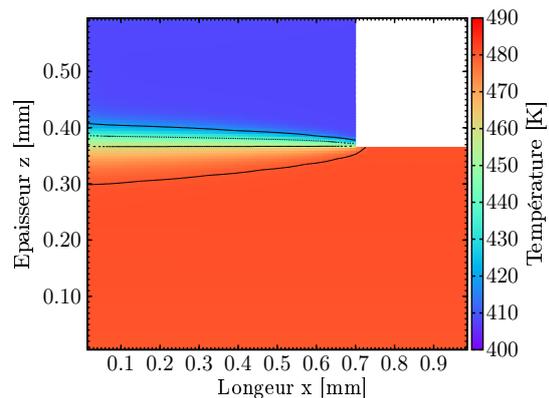


FIGURE 4.25: Ajout de la sixième couche

poudre s'effectue dans les deux directions de l'axe X, de manières alternées. Ceci est pris en compte dans nos simulations en raison de l'influence thermique que joue cette étape à homogénéiser la température dans la pièce ainsi que son rôle dans la distribution de température à l'interface des couches en fonction du temps, précédemment discuté. On remarquera aussi que ce transfert thermique à l'interface de la poudre en étalement et la matière fondue est bien pris en compte par notre modélisation. La couche frittée subit une chute de température importante en même temps que la température de la poudre augmente. Cela impactera aussi un certain nombre d'autres couches au-delà de l'interface en cours de frittage, faisant subir à la matière des cycles thermiques plus ou moins violents, nécessaires à quantifier pour l'analyse de la relation procédé-structure du matériau final.

L'histoire thermique complète à différentes positions dans la pièce simulée est présentée sur la Fig. 4.27. Visiblement, le matériau subit différents scénarios de chauffage et de refroidissement au cours de l'avancement du processus. Plusieurs étapes peuvent être distinguées dans ces évolutions thermiques. Tout d'abord, une fusion soudaine sous l'insolation laser. Cette étape est caractérisée par une cinétique de chauffe très rapide et dépend fortement des paramètres du laser (puissance, vitesse de balayage et diamètre du spot). Pendant que le laser scan la surface restante de la pièce, sur le point considéré, le processus de refroidissement par convection naturelle et rayonnement avec l'environnement de fabrication prend place. Une chute de température est alors enregistrée.

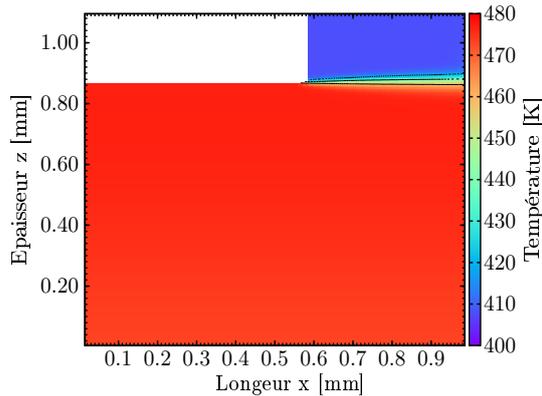


FIGURE 4.26: Ajout de la onzième couche

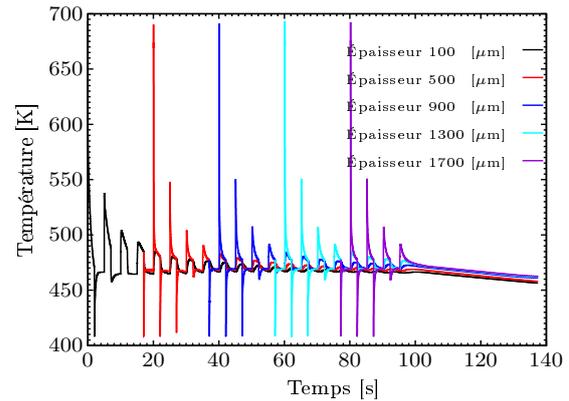


FIGURE 4.27: Évolution de la température durant la fabrication

À la fin du balayage de toute la surface prévue, avant qu'une nouvelle couche soit déployée, un temps de retard de 2 secondes est imposé. En raison de la basse température de la poudre par rapport à celle du polymère fondu, une chute de température importante se produit à l'interface fondu-poudre, et se propage même en profondeur. Cet effet thermique d'ajout de poudre dépasse l'épaisseur d'une couche entière, de telle sorte que son influence atteint même plus de $300 \mu\text{m}$ de profondeur. La température de la poudre déployée et le temps mis par cette opération vont contrôler l'intensité de cet échange thermique. Ensuite, le nouveau lit est préchauffé à nouveau pendant 3 secondes pour que sa température avoisine une valeur initialement définie. Généralement égale à la température de la chambre, comme dans notre cas. Sur la Fig. 4.28 est présenté le cycle imposé pour simuler l'étape de préchauffage. Cette procédure est répétée pour chaque couche déposée jusqu'à la 20^{ème} couche. Lorsque le laser agit à nouveau sur la couche ajoutée, une partie de cette énergie atteint les couches précédemment frittées qui voient leurs températures augmenter à nouveau selon leur profondeur. Le processus est répété jusqu'à ce que toute la pièce soit frittée. L'intensité de ce cycle thermique s'atténue avec l'accroissement du nombre de couches ajoutées et la température oscille au voisinage de celle de l'environnement de fabrication. À la fin de la construction de la pièce, le processus de refroidissement prend place sous l'effet de la température de la chambre et de celle du bac de fabrication.

La Fig. 4.29 montre la distribution de la porosité résiduelle à la fin de la simulation dans le plan ZY. On distingue trois régions avec des amplitudes de porosités différentes, d'une part, au contact direct avec le bac de fabrication qui est à une température élevée par rapport à celle de la poudre, et d'autre part, à la faible épaisseur des premières couches ajoutées, car il y a moins de cumul du retrait de couches précédentes, que l'on discutera par la suite, mais représenté sur la Fig. 4.30. Les valeurs de porosité les plus élevées se trouvent dans la partie supérieure de la pièce correspondant à la 20^{ème} couche ajoutée. Cette partie n'a reçu de l'énergie laser qu'au moment de son frittage, contrairement aux couches précédente qui reçoivent du rayonnement laser et son effet thermique par diffusion même durant le frittage des couches au dessus. Ajouter à cela, à la fin du frittage, la dernière couche est exposée directement à la température de l'en-

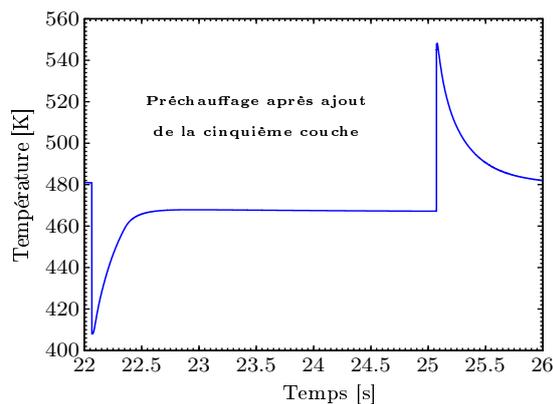


FIGURE 4.28: Cycle de préchauffage après l'ajout de la cinquième couche

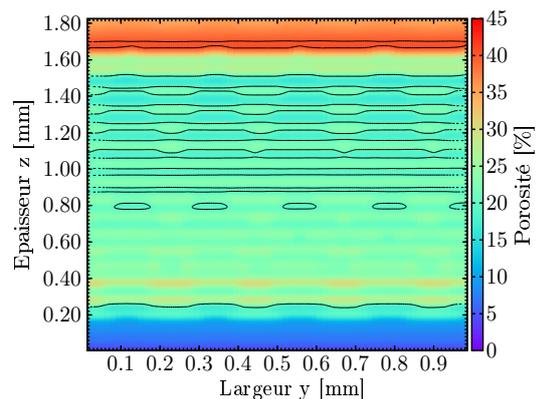


FIGURE 4.29: Porosité résiduelle à la fin du processus

vironnement de fabrication et donc se refroidit davantage. De ce fait, le fondu polymère n'est pas maintenu longtemps à des températures élevées pour se densifier. Au centre de la pièce, on remarque des anomalies de densification dans le plan horizontal correspondant aux interfaces entre couches. Ceci est lié au fait que l'épaisseur des couches de poudre est relativement élevée par rapport à la densité d'énergie utilisée, car il fallait rattraper le retrait des couches précédentes par ajout de nouvelles couches d'épaisseurs plus grandes, comme montré sur la Fig. 4.30. L'énergie laser est atténuée en profondeur et une partie de la couche nouvellement étalée n'est pas fondue directement par interaction laser, mais par diffusion thermique à partir de la zone nouvellement fondue en haut et de la couche inférieure déjà frittée. Cela conduit à une cinétique thermique locale et à des gradients qui diffèrent dans le matériau.

Comme discuté dans la section précédente, l'épaisseur réelle de la poudre ajoutée sur la partie fondue des premières couches est moins importante que celles venant plus tard. Or, moins l'épaisseur (par conséquent la masse) de la poudre est grande, plus elle reçoit davantage d'énergie laser pour sa fusion, étant donné que la densité d'énergie imposée par le laser reste inchangée durant le procédé. De plus, la poudre ajoutée est à une température initiale de 408 K bien inférieure à celle du bac de fabrication que nous avons fait varier de 426 à 436 K. En conséquence, la porosité dans la partie inférieure de la pièce en contact avec le bac de fabrication est beaucoup moins importante que dans le reste de la pièce.

Sur la machine SLS, l'ajout d'une couche de poudre s'effectue par un déplacement vers le bas du piston supportant le bac de fabrication. Ce déplacement correspond à l'épaisseur de la poudre à ajouter. Par contre, sous l'effet de la densification de la partie frittée, la quantité de poudre à étaler sera différente que sur la partie poudre non frittée du bac de fabrication, afin de compenser le complément de matière dû au retrait subit par la zone fondue. La Fig. 4.30, montre une représentation en histogramme des épaisseurs des différentes couches ajoutées durant la simulation.

Comme donnée initiale pour la simulation, nous avons pris une épaisseur égale à $100\mu\text{m}$ de la poudre à ajouter à chaque fois, correspondant au déplacement du piston dans la machine SLS. Sous l'effet de la densification du matériau fondu, l'épaisseur de poudre

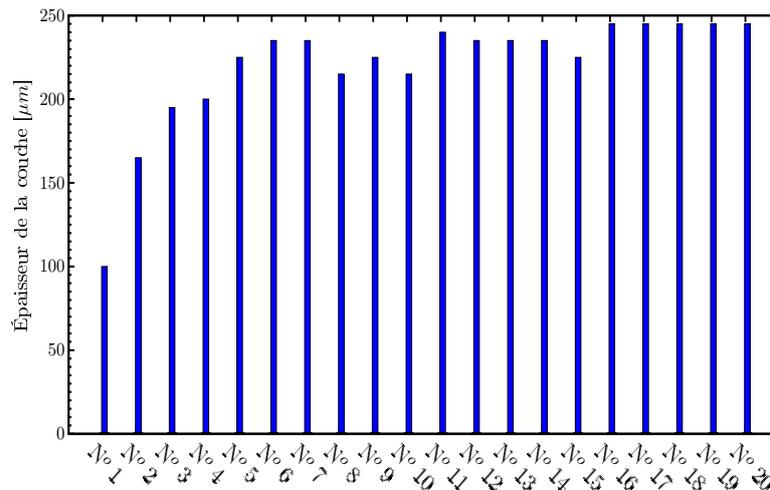


FIGURE 4.30: Épaisseur réelle des couches ajoutées durant la fabrication

étalée est beaucoup plus importante que le déplacement de $100 \mu\text{m}$. Pour les 5 premières couches, on observe une évolution monotone de la taille des couches étalées. Ensuite, à partir de la sixième couche, une relative stabilisation de l'épaisseur des couches vers un plateau d'une valeur moyenne de $245 \mu\text{m}$.

L'épaisseur des couches de poudre a une influence directe sur l'atténuation du faisceau laser. Si l'énergie apportée est insuffisante pour faire fondre la totalité de la nouvelle couche de poudre, une mauvaise adhérence aux interfaces entre couches va apparaître sur la pièce finale. Néanmoins, une épaisseur optimale de la couche aidera à éviter ce type de problème d'apparition des régions à consolidation médiocre.

4.4.2 Étude en fonction de la température de la poudre

Dans la partie 4.3.3, à la lumière des résultats de nos simulations, la température initiale de la poudre a une plus grande influence sur le cycle thermique du matériau fondu que sur sa probable cristallisation au cours du procédé. Pour une bonne compréhension de l'influence de cette température de préchauffage sur le procédé SLS, nous allons étendre cette investigation sur 20 couches. Trois températures de préchauffage sont examinées dans un intervalle relativement étroit. Les données spécifiques à ces simulations sont récapitulées dans le Tab. 4.6.

En raison des dimensions de la géométrie simulée, dans l'ensemble de l'analyse, nous nous focaliserons sur l'analyse des distributions dans l'axe vertical au centre de la géométrie. Ceci, demeurera valide pour tout le reste des études comparatives. Intéressons nous à l'effet de la température de la poudre des couches à étaler, sur le reste des couches déjà frittées, en analysant les évolutions des températures le long de l'épaisseur de la pièce, dans la zone centrale, pour différentes valeurs de température initiale de poudre à étaler. Sur la Fig. 4.31, sont tracées les températures au fil de l'évolution (construction) de la pièce. Tandis que la Fig. 4.32 représente les distributions pendant le refroidissement après le frittage de l'ensemble des couches. Chaque couleur représente

Ed [J/cm ²]	Température du bac de fabrication [K]	Température initiale [K]	Épaisseur des couches [μm]
2.47	431	400 - 408 - 416	100

TABLE 4.6: Paramètres de l'étude de la température initiale de la poudre

une température initiale de la nouvelle couche et le type de marqueur indique un temps donné de la simulation, choisi à la fin d'ajout d'un certain nombre de couches. Si on se réfère aux valeurs des températures prédites par nos calculs, dans les deux cas de figure (chauffage puis refroidissement), à tout moments de la simulation, les écarts sont minimes, entre 1 à 2 K. Au fil de l'évolution de la géométrie de la pièce, les températures s'homogénéisent globalement au voisinage de celle de l'environnement qui est de 470 K. Néanmoins, on remarquera que le matériau subit une histoire thermique très complexe.

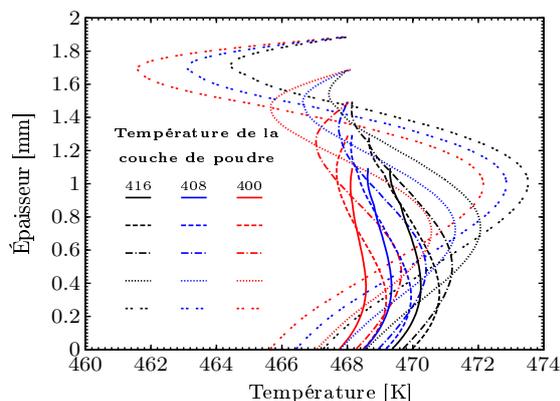


FIGURE 4.31: Température dans l'axe vertical au cours du frittage en fonction de la température de préchauffage à t = 48.73 s, 58.48 s, 68.22 s, 77.97 s, 87.72 s

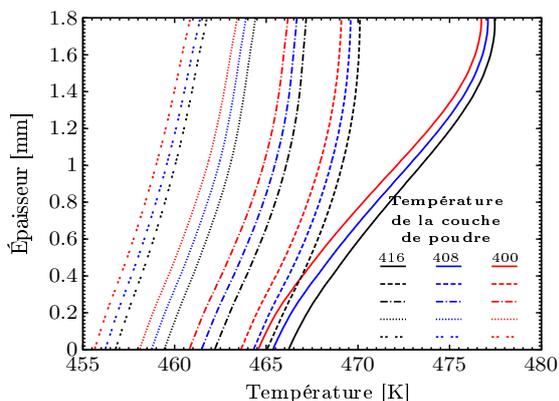


FIGURE 4.32: Température dans l'axe vertical au cours du refroidissement en fonction de la température de préchauffage à t = 97.46 s, 107.46 s, 117.46 s, 127.46 s, 137.46 s

la Fig. 4.31 montre des gradients de température importants sur l'épaisseur de la pièce qui atteint 2 mm au bout des 20 couches. Sur les premières couches (épaisseur proche de zéro), on constate que durant toute l'étape d'ajout de couches (20 dans notre cas), la température reste voisine de 468 K, qui est un équilibre entre la condition de température imposé par le fond du bac fixée à 431 K et les chauffages successifs imposés par le laser. Au fur et à mesure que la pièce se construit, il y a accumulation d'énergie dans le matériau polymère, due à sa faible diffusivité thermique, engendrant une augmentation de température atteignant 473 K au centre de la pièce. Puis, pour les couches suivantes, la température influencée par la condition à la limite supérieure régit par les transferts convectifs et radiatifs avec l'ambiance et l'effet de la nouvelle couche ajoutée, décroît pour atteindre des températures en surface plus basses. La dernière couche s'équilibrant plus rapidement avec l'ambiance, voit sa température revenir proches des

470 K. Ces courbes en "S" se retrouvent de manière systématiques à chaque étape du processus d'incrémentation de nouvelles couches. Le point le plus chaud se retrouve de plus en plus vers les épaisseurs les plus hautes, car la diffusion thermique vers le bas de bac se fait de manière plus lente que vers la surface supérieure, étant donné que les températures des nouvelles couches sont plus basses mais aussi le fait qu'à la conduction s'ajoute la convection et rayonnement du côté libre de la pièce (supérieur), alors que seule la diffusion par conduction continue du côté du bac, plus froid. En résumé, on constate donc des gradients thermiques importants dans l'épaisseur de la pièce, induit durant l'étape d'ajouts de couches, qui imposent ainsi une histoire thermique différente pour chaque couche. Cela ne sera pas sans conséquence sur les évolutions de structure dans le matériau final.

À la fin des ajouts, le système ne subit plus de passages laser, ni d'ajout de couches plus froides. C'est l'étape de refroidissement qui commence. La Fig. 4.32 illustre ce processus à différents instants après la fin des 20 couches. On remarquera que les trois valeurs de température de nouvelles couches, bien qu'elles soient à 8 degrés de différences, n'induisent qu'un écart de température de l'ordre de 1 à 2 degrés dans le matériau, et qui se maintient tout au long du processus de refroidissement. Par contre, les gradients de température dans l'épaisseur se réduisent au fur et à mesure que le refroidissement se poursuit et le matériau se rapproche de la température du bac.

La porosité à la fin de frittage de la totalité des couches est illustrée dans la Fig. 4.33 pour les trois cas test considérés. Ici l'effet de la température du bac est clairement visible, une différence médiane de 5 % approximativement est enregistrée entre deux températures successives.

À propos de la qualité de frittage du polymère, la Fig. 4.33 représente la porosité résiduelle calculée pour les trois cas test. On remarque que sur les premières couches, les trois courbes se superposent. D'après la discussion de la partie 4.4.1, les épaisseurs de ces couches sont moins importantes et directement en contact avec le bac de fabrication. Du coup, c'est l'effet de l'énergie laser et la température du bac de fabrication qui prime. Par contre, au cœur de la pièce, les couches de poudres ajoutées sont plus grandes, les phénomènes de coalescence et densification nécessitent plus de temps pour réduire la porosité, il en ressort un impact bien visible sur les taux de porosité calculés, bien que les trois températures testées soient très proches.

S'agissant de cristallisation, au moment d'ajout des couches, aucun taux de cristallisation n'est détecté par les simulations. La Fig. 4.34 représente le taux de cristallisation prédit après 35 secondes de maintien de la pièce en refroidissement. Pour les trois simulations, on observe une évolution presque similaire du taux de cristallinité. Certes, les courbes ne représentent que les premiers instants de déclenchement de la cristallisation, mais on remarque que ça prend place, comme attendu, à partir du fond de la pièce, où la température est plus basse.

On peut conclure que l'impact thermique de la température initiale des couches à ajouter est plus significatif sur les cinétiques de consolidation que sur d'éventuels phénomènes se manifestant pendant la solidification du polymère. L'autre facteur influant sur les chutes de température dans la pièce est bien la température imposée au bac de fabrication. Cette dernière sera l'objet de l'étude paramétrique suivante.

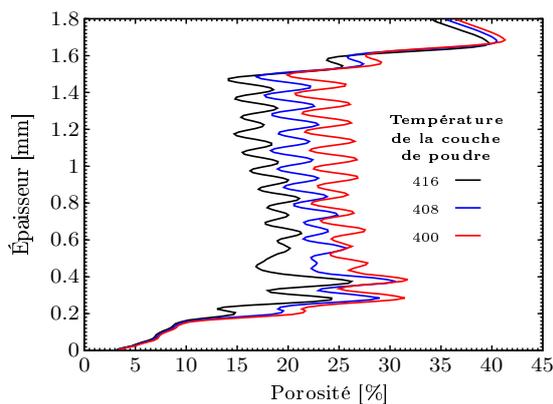


FIGURE 4.33: Porosité finale prédite dans l'axe vertical en fonction de la température de préchauffage

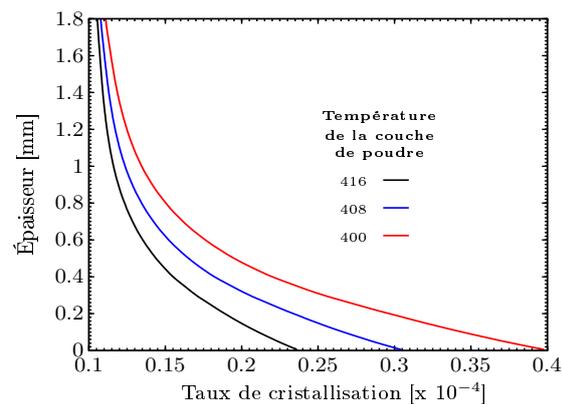


FIGURE 4.34: Taux de cristallisation dans l'axe vertical à la fin de la simulation en fonction de la température de préchauffage

4.4.3 Étude en fonction de la température du bac

En général, ce paramètre n'est pas considéré dans les analyses. La plupart des travaux publiés considèrent le bord inférieur de la pièce, soit complètement isolé, soit à température imposée égale à celle de l'environnement de fabrication.

Dans cette partie, l'objectif est de clarifier en partie la conséquence du choix de ce facteur sur la pièce finale. Pour cela, trois températures de valeurs égales à 426, 431 et 436 K, sont testées. Les calculs sont réalisés avec une température initiale des couches de 408 K et dans les mêmes conditions d'énergie laser et d'épaisseurs des couches que dans la section 4.4.2.

De manière globale, l'effet de la température du bac apparaît moins dans l'analyse des distributions de température dans la matériau durant les étapes de frittage ou de refroidissement, mais on remarquera son influence plus sur le processus de densification et également sur le déclenchement de la cristallisation. En conséquence des différentes températures du bac imposées, les flux thermiques sont différents, et cette influence s'atténue au fil d'évolution de la géométrie de la pièce. La porosité à la fin de frittage de la totalité des couches est illustrée dans la Fig. 4.37 pour les trois cas test considérés. Comparée à l'effet de la température initiale de la poudre, vue précédemment, l'influence de la température du bac de fabrication est moins importante. Les trois courbes de porosité se trouvent dans une amplitude moyenne de 5% d'écart de porosité. En effet, nous avons vu que la porosité est faible proches du contact avec le bac, car les premières couches sont de faibles épaisseurs et reçoivent donc plus d'énergie du laser ce qui favorise la coalescence et la diffusion de l'air. Mais dans les zones centrales, les couches sont plus épaisses, et la diffusion de l'air est lente, ce qui laisse une porosité élevée, indépendamment (ou presque) de la valeur de la température à la paroi (bac). Par ailleurs, pour ce qui est des cinétiques de cristallisation, les taux calculés après 35 secondes en refroidissement sont représentés sur la Fig. 4.38. Pour les deux températures 436 K et 431 K, les courbes de cristallisation décrivent une évolution lisse sans

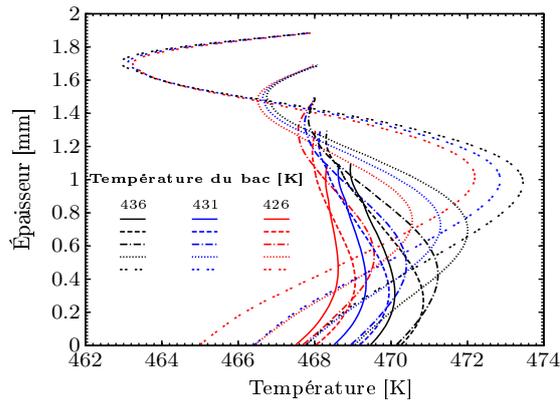


FIGURE 4.35: Température dans l'axe vertical au cours du frittage en fonction de la température du bac à $t = 48.73$ s, 58.48 s, 68.22 s, 77.97 s, 87.72 s

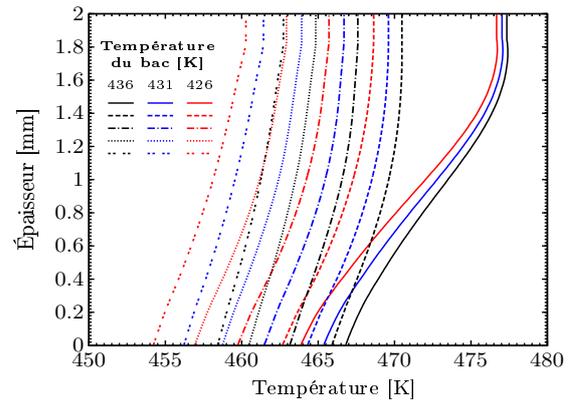


FIGURE 4.36: Température dans l'axe vertical au cours du refroidissement en fonction de la température du bac à $t = 97.46$ s, 107.46 s, 117.46 s, 127.46 s, 137.46 s

changements importants le long de l'épaisseur de la pièce. En effet, le polymère reste à des températures assez hautes et les cinétiques de cristallisation sont très lentes. Par contre, pour la basse température du bac (436 K), les parties du matériau en contact ou proche du bac voient leur température décroître suffisamment bas (surfusion) pour accélérer le processus de nucléation et croissance, ce qui fait apparaître un début de cristallisation. On remarque un taux de transformation qui devient important en bas de la pièce, et s'atténue en exponentiel dans l'épaisseur. Sachant que les trois températures sont dans un intervalle de 10 K, ces résultats montrent à quel point le choix de cette valeur est minutieux pour une cinétique de cristallisation plus au moins homogène dans la pièce.

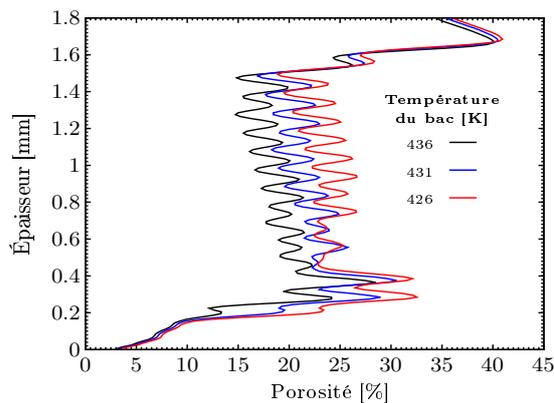


FIGURE 4.37: Porosité finale prédite dans l'axe vertical en fonction de la température du bac

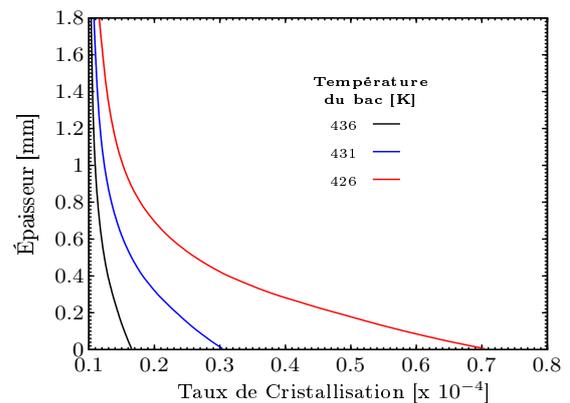


FIGURE 4.38: Taux de cristallisation dans l'axe vertical à la fin de la simulation en fonction de la température du bac

4.4.4 Étude en fonction de l'énergie déposée

Dans le procédé SLS, la source d'énergie laser est transitoire, et les pics de température ne séjournent que durant un laps de temps très court mais fonction de la vitesse de scan, ce qui fait que assez vite après le passage, le lit fondu regagne la température de l'environnement de production. En effet, lors des premiers instants, juste après l'interaction laser-poudre, les phénomènes importants de fusion, de coalescence, de densification se produisent avec des cinétiques presque instantanées. De ce fait, l'influence de la densité d'énergie laser s'accroît plus sur la qualité de consolidation du lit de poudre. Afin d'éclaircir cet effet sur le taux de vide final prédit, trois simulations avec trois densités d'énergie sont menées. Les conditions des simulations sont résumées dans le Tab. 4.7. Sur la Fig. 4.39, est représentée la distribution de la porosité dans l'axe ver-

Ed [J/cm ²]	Température du bac de fabrication [K]	Température initiale [K]	Épaisseur des couches [μm]
2.47 - 2.97 - 3.24	431	408	100

TABLE 4.7: Paramètres d'étude de l'énergie déposée

tical pour les trois densités d'énergie laser testées. De manière générale, évidemment, une augmentation de la densité d'énergie va forcément donner lieu à des températures importantes. Plus la température est élevée, plus la viscosité et le temps de relaxation sont faibles et plus la cinétique de densification est élevée. En conséquence, plus la densité d'énergie est élevée, plus elle suscitera de faibles porosités. La constatation la

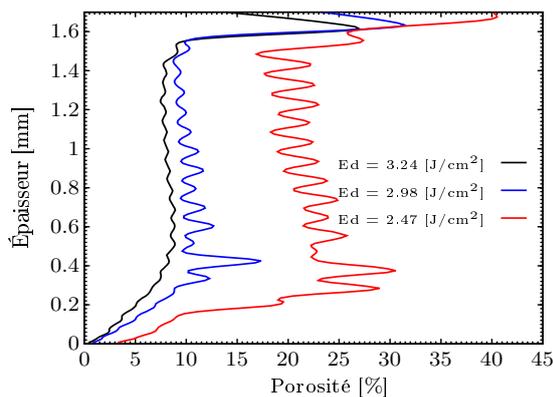


FIGURE 4.39: Porosité dans l'axe vertical à la fin du processus

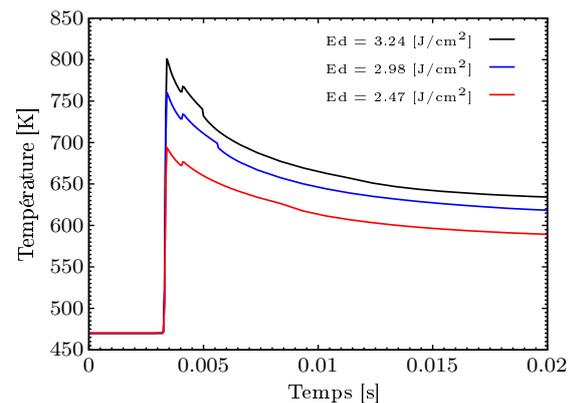


FIGURE 4.40: Évolution de la température sur un point au centre du passage laser

plus importante pour ce paramètre porte sur la définition d'une densité d'énergie menant à une densité homogène dans la volume. En effet, on remarquera que pour la plus faible densité d'énergie ($E_d=2.47$ [J/cm²]), la porosité estimée est plus grande comparée à celles obtenues avec des valeurs de "Ed" plus grandes. De plus, elle présente des

fluctuations importantes entre couches. L'augmentation de cette densité d'énergie permet de réduire drastiquement la porosité, et au-delà d'une valeur ($E_d=3.24$ [J/cm²]), les fluctuations s'amenuisent pour donner une valeur homogène dans presque tout le volume. Pour les faibles valeurs de " E_d ", l'énergie apportée au lit de poudre est insuffisante pour chauffer l'ensemble des épaisseurs de poudre ajoutées durant l'avancée du processus. Ceci a provoqué une variation de porosité le long des épaisseurs des couches ajoutées. Contrairement au cas avec la plus grande densité d'énergie, le taux de densification prédit est plus homogène dans l'axe vertical, car les passages laser affectent non seulement la dernière couche frittée, mais celles en dessous, induisant des températures qui restent plus hautes sur toutes les couches, laissant ainsi le temps à la densification d'avoir lieu. Si l'on se réfère à la courbe d'évolution de la température sur un point au moment du passage laser, Fig. 4.40, le pic de température atteint 800 K, pour la plus grande densité d'énergie. À de telles valeurs de température, on risque la dégradation du fondu polymère et donc de mauvaises propriétés mécaniques finales. Il y a donc un compromis à définir entre température maximale à respecter et énergie nécessaire pour une moindre porosité. Pour cette raison, on gardera la densité d'énergie $E_d = 2.97$ [J/cm²] pour la suite de notre étude comparative.

L'autre paramètre qui joue un rôle important pour améliorer la densification est l'épaisseur des couches ajoutées, et sera le sujet de la partie suivante.

4.4.5 Étude en fonction de l'épaisseur des couches

Pour analyser l'effet de l'épaisseur des couches ajoutées sur le processus de densification, trois épaisseurs de 50, 75 et 100 μm sont simulées. Les calculs ont été effectués dans les mêmes conditions, avec une poudre à une température initiale de 408 K, une température du bac de fabrication de 431 K et une densité d'énergie de 2.97 [J/cm²]. La même courbe que dans les analyses précédentes est tracée sur la Fig. 4.41 pour les trois cas tests simulés. La différence est clairement visible, avec un écart moyen de porosité de 5% entre chaque deux épaisseurs. Qualitativement, l'effet de la réduction de l'épaisseur des couches étalées est similaire à celui de l'augmentation de l'énergie laser déposée. Comme le montre la Fig. 4.42, où est illustrée la distribution de la porosité dans le plan ZY pour le cas d'une couche de 75 μm , les porosités prédites présentent moins de fluctuations le long de l'épaisseur du lit fritté et donc une absorption d'énergie laser homogène dans l'axe vertical. Par contre pour la même densité d'énergie, en diminuant l'épaisseur des couches de poudre, on n'aura pas d'effet sur les températures maximales atteintes, donc sur le risque de dégradation du matériau. On enregistre des valeurs de porosité très faibles aux alentours de 3% pour la plus faible épaisseur considérée. En général, L'épaisseur minimale des couches à étaler est limitée par la granulométrie de la poudre utilisée.

Plus l'épaisseur de la poudre étalée est faible, plus le nombre de couches nécessaires pour construire une géométrie donnée devient important. Alors que dans le procédé SLS, réduire le coût de fabrication revient essentiellement à réduire le temps de fabrication. L'énigme principale dans le temps de fabrication est le processus mécanique d'ajout des couches qu'on ne peut pas facilement réduire. De ce fait, pour une amélioration de

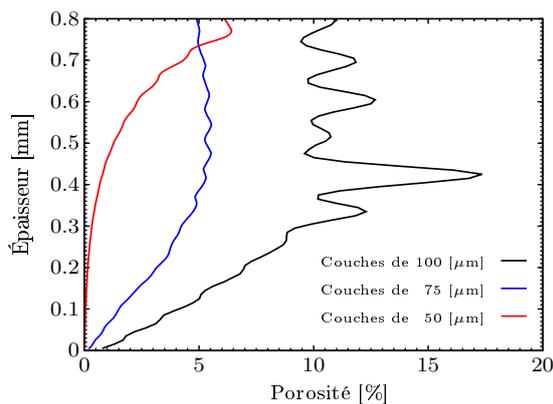


FIGURE 4.41: Porosité dans l'axe vertical à la fin du processus

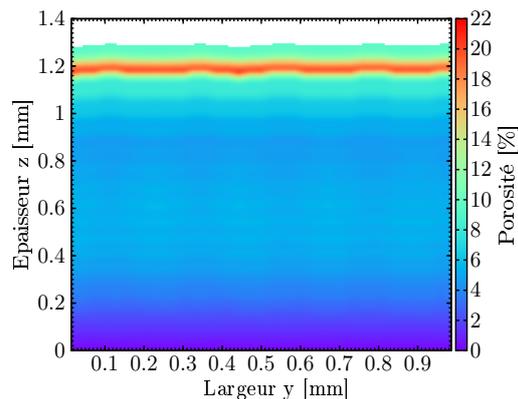


FIGURE 4.42: Distribution de la porosité finale dans le plan ZY : couches de 75 μm

la densification finale d'un matériau, un bon compromis entre l'épaisseur des couches, l'énergie laser, le temps de fabrication sur machine et la qualité du produit désirée doit être trouvé.

4.4.6 Étude en fonction du temps d'attente entre couches

Le procédé SLS se distingue spécialement par sa nature transitoire. Sur une couche d'une pièce frittée, le temps écoulé entre le moment du passage laser et l'ajout d'une nouvelle couche n'est pas le même pour l'ensemble de la surface frittée et dépend de la taille de la surface également. Ainsi donc, sur la même surface, on a des régions soumises à des cinétiques thermiques différentes qui vont avoir une influence sur l'ensemble des phénomènes thermiquement induits. Vu la faible taille de notre géométrie de calcul, Nous mettrons en évidence cette cinétique dû à l'effet du temps écoulé avant l'étalement d'une nouvelle poudre par des calculs en fonction du temps de retard avant l'ajout des couches. Les temps de retard simulés sont 2, 10 et 20 secondes. L'épaisseur des couches est de 75 μm et les autres conditions des simulations sont les mêmes que dans la section précédente 4.4.5. Les résultats des simulations pour la porosité et le taux de cristallisation prédits sur l'axe vertical sont représentés sur les Fig. 4.43 et 4.44.

Par comparaison au cas d'une seule couche précédemment analysée dans la section 4.2, les résultats sur plusieurs couches concernant la qualité de densification, peuvent paraître contradictoire. Dans le cas d'une seule couche, après le passage laser le matériau fritté est maintenu à une température qui lui permet de se densifier davantage en fonction du temps. Alors que dans cette analyse sur plusieurs couches, la porosité est estimée dans des conditions thermiques et de procédé différentes, notamment le temps d'attente avant l'ajout d'une nouvelle couche. La qualité de densification est inversement proportionnelle à ce temps écoulé avant l'ajout d'une nouvelle couche. Un passage laser à des intervalles de temps plus courts, permet à la couche en frittage, ainsi qu'à celles en dessous, de garder une température plus haute sous l'effet d'accumulation d'énergie et de diffusion lente de la chaleur dans le polymère. Ceci permet de garder

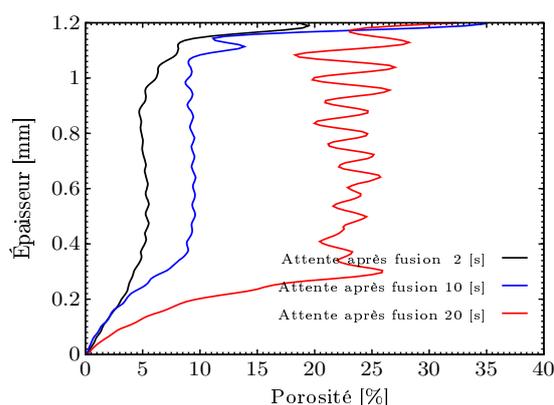


FIGURE 4.43: Porosité dans l'axe vertical à la fin de la simulation en fonction du temps d'attente après le frittage laser

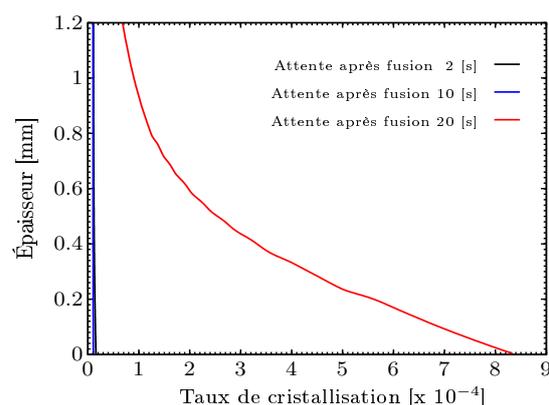


FIGURE 4.44: Taux de cristallisation dans l'axe vertical à la fin de la simulation en fonction du temps d'attente après le frittage laser

des viscosités faibles et des diffusions de l'air plus rapides, aidant ainsi à une densification plus importante. Ainsi, l'effet des couches précédemment frittées a une influence sur le transfert thermique et donc sur l'état rhéologique du matériau fondu, par conséquent sur sa consolidation. Cela se voit de manière évidente sur la Fig. 4.43, où l'on constate que pour les temps d'attente courts, la porosité est nettement moindre que pour des temps plus long. En conséquence, les cinétiques de cristallisation présentent une évolution inverse. Plus le matériau est à température élevée, plus sa cristallisation est lente. La Fig. 4.44 présente une cristallisation qui n'a pas commencé pour les deux temps d'attente les plus faibles, alors que l'on constate un début de cristallisation pour le temps le plus long, avec un grand écart entre la base et le sommet de la pièce.

À l'échelle d'une pièce aux dimensions industrielles, ce résultat est très intéressant et montre l'importance de planifier une stratégie de scan différente d'une couche à une autre, de telle sorte que l'ensemble de la surface à fritter pour toutes les couches vont présenter la même cinétique thermique après frittage. Une distribution homogène de la température induira l'homogénéisation de la qualité de consolidation, du retrait de volume et une faible tendance à manifester des déformations mécaniques d'origines thermiques. Ou du moins, prévoir que certaines parties d'une pièce fonctionnelle les plus sollicitées auront une stratégie de frittage exclusive pour éviter des temps de retard importants et les maintenir à haute température pour une bonne consolidation.

4.5 Étude de sensibilité aux paramètres matériaux

La densification générée par la coalescence et la diffusion de l'air, avec un écoulement pratiquement nul et des contraintes de cisaillement négligeables, est contrôlée essentiellement par les forces visqueuses et de surface. Ces dernières, dépendent des propriétés extrinsèques du matériau notamment la morphologie et la granulométrie de la poudre, et de l'aspect rhéologique du polymère. L'objectif de cette partie est d'analyser l'effet

de la granulométrie de la poudre et ses propriétés rhéologiques sur la cinétique de densification en conditions opérationnelles de la machine SLS.

Par rapport aux propriétés de la poudre du PA6 Sinterline, nous analyserons séparément l'effet du diamètre moyen des particules et de la viscosité sur la densité finale prédite du matériau fritté.

Les simulations dans les deux sections suivantes sont menées dans les mêmes conditions citées dans le Tab.4.8.

Ed [J/cm ²]	Température du bac de fabrication [K]	Température initiale [K]	Épaisseur des couches [μm]
2.97	431	408	75

TABLE 4.8: Conditions des simulations de l'analyse des paramètres matériaux

4.5.1 Influence de la viscosité du polymère

Dans le premier chapitre nous avons vu que le paramètre rhéologique essentiel pour le procédé SLS est le rapport entre la viscosité et la tension de surface. Comme la tension de surface change peu d'un polymère à un autre, nous nous limiterons dans ce rapport essentiellement à l'effet de la viscosité.

En se référant aux propriétés rhéologiques des polyamides les plus utilisés et caractérisés dans la référence [99], on constate que la viscosité du polyamide PA6 Sinteline est légèrement supérieure, surtout pour les températures proches du point de fusion auxquelles se trouve le polymère dans la majorité du temps au cours du procédé SLS. Pour mener notre analyse de l'effet de ce paramètre rhéologique sur la qualité de densification, nous avons confronté la simulation avec le matériau PA6 à viscosité mesurée (réelle), à deux autres avec le même matériau en considérant des viscosités inférieures : 85% et 70% de celle du PA6.

Les viscosités et les temps de relaxation correspondant sont rapportés, en fonction de la température, sur les Fig. 4.45 et 4.46.

Les résultats de la porosité obtenue pour chacune des trois simulations est représentée sur la Fig. 4.47. Comme attendu, dans les mêmes conditions de température, le matériau présentant la viscosité la moins élevée exhibe une meilleure densification. Mais l'amélioration absolue enregistrée n'est pas si importante, avec une diminution avoisinant 1% entre chaque cas. En d'autres termes, une réduction de viscosité de 20% n'induit une réduction de porosité que de l'ordre de 1 à 2 %. Par ailleurs, on remarquera que les petites variations (oscillations suite aux ajouts de couches) dans la distribution de la porosité dans l'axe vertical sont maintenues dans tout les cas. En réalité la viscosité est liée au poids moléculaire du polymère, une faible viscosité nécessite forcément un faible poids moléculaire et donc moins de résistance mécanique. Un compromis entre les propriétés du matériau, la fonctionnalité et l'aptitude au procédé SLS doit être trouvé. Une analyse consistant à faire varier seulement la viscosité, sans impacter les temps

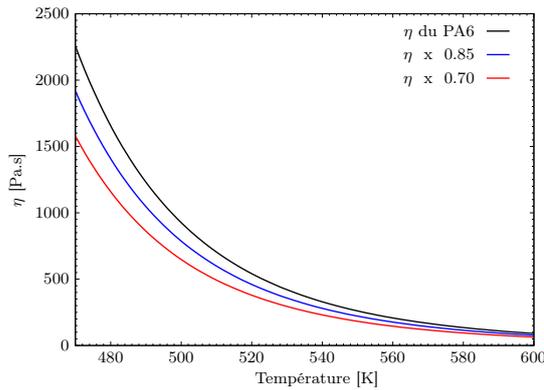


FIGURE 4.45: Viscosités considérées dans les simulations

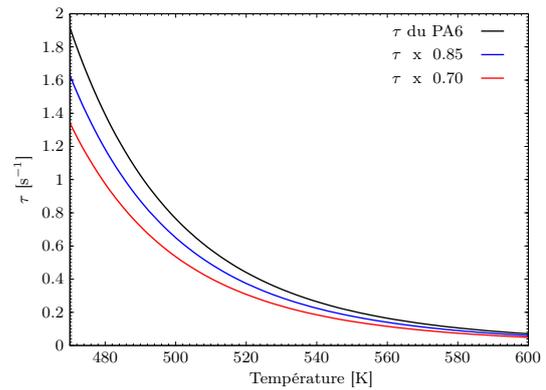


FIGURE 4.46: Temps de relaxation pris en compte dans les simulations

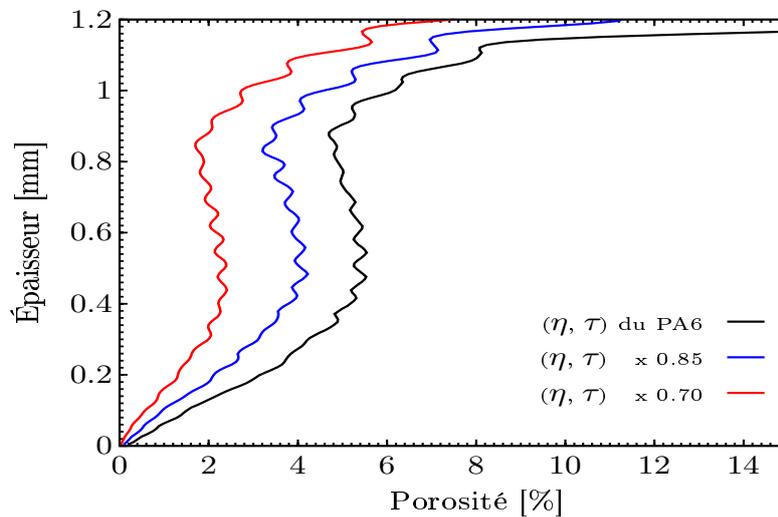


FIGURE 4.47: Porosité finale dans l'axe vertical en fonction de la viscosité du matériau

de relaxation et autre comportement rhéologique du matériau, peut certes donner des éléments de réflexion, mais ne peut pas être représentative du comportement réel du polymère.

4.5.2 Influence de la granulométrie de la poudre

La taille des particules qui contrôle les forces de surface à une influence non seulement sur la vitesse de densification mais également sur le champ thermique et donc la température de déclenchement de la coalescence [79]. Dans cette section, en reprenant l'analyse de la section précédente, dans les mêmes conditions de simulation du procédé SLS, nous analyserons trois granulométries différentes représentées par leurs diamètres moyens.

Nous considérerons le diamètre moyen $D_g = 60, 1\mu\text{m}$ de la poudre PA6, et deux autres qui correspondent au demi et au quart du diamètre D_g . La porosité initiale est prise comme étant la même pour les trois granulométries.

Le résultat des simulations en termes de porosité pour chacune des granulométries est donné dans la Fig. 4.48. La plus faible porosité avec la plus homogène distribution

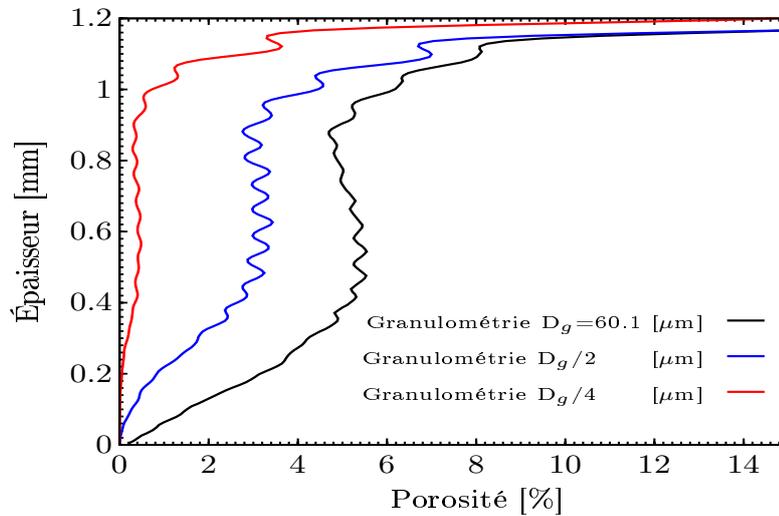


FIGURE 4.48: Porosité finale dans l'axe vertical en fonction de la granulométrie de la poudre

dans l'épaisseur est obtenue avec le diamètre des particules le plus faible. En effet, la cinétique de coalescence est inversement proportionnelle au rayon des grains, ie. quand le rayon des grains est faible, la coalescence se produit rapidement. De plus, une faible granulométrie induit une conductivité thermique plus importante, cela facilite la diffusion thermique et l'homogénéisation des températures. La diffusion de l'air dans le polymère se fait donc plus facilement, ce qui permet une porosité réduite dans le matériau.

Sur la base de la discussion des sections 4.4.1 et 4.4.5, plus la cinétique de densification est élevée plus l'épaisseur des couches à étaler devient important et donc certaines régions reçoivent moins d'énergie pour mieux se consolider. Par contre, les résultats de la sensibilité à la viscosité du polymère et à la granulométrie de la poudre montrent que la densification est plus élevée et plus homogène pour les plus faibles valeurs des ces deux paramètres. Ceci peut s'expliquer par le fait que l'influence de ces deux paramètres n'est pas si importante durant les premiers instants après le frittage laser que durant des temps plus longs au cours de la fabrication.

Concernant la distribution de la température et de la cinétique de cristallisation, aucune différence significative n'est observée. Les seules différences dans les propriétés thermiques sont une différence mineure dans la conductivité thermique du matériau fritté en raison des différences dans les densités. Cependant, les champs thermiques ne sont pas significativement distincts.

4.6 Conclusion partielle

L'analyse paramétrique a montré que l'ensemble des paramètres du procédé et du matériau sont étroitement imbriqués les uns aux autres et aucun paramètre ne peut

être juger tout seul. Néanmoins, on peut distinguer tels paramètres comme la densité d'énergie du frittage, l'épaisseur des couches de poudre, la température du bac de fabrication, les temps de fabrication, la viscosité du polymère et la granulométrie de la poudre sont les paramètres clés du procédé. Par ailleurs, une optimisation via un plan d'expérience couplant à la fois les paramètres du procédé et du matériau constituera une étude de sensibilité globale du procédé.

Conclusions & perspectives

Le travail de cette thèse a porté sur la modélisation et la simulation à l'échelle macroscopique du procédé de frittage laser des poudres en polymères. Nous avons proposé une modélisation simulant l'ensemble du procédé de frittage, comprenant la majorité des phénomènes physiques les plus pertinents. Dans notre approche, le lit de poudre est considéré comme un milieu continu homogène, et sous cette hypothèse que sont formulés les équation d'énergie et les modèles multiphysiques de la répartition de la puissance laser, de la fusion, de la coalescence, de la diffusion de gaz, de la cristallisation et des propriétés thermophysiques. Par rapport à d'autres travaux de la littérature aux objectifs similaires, nous avons proposé une approche pragmatique reproduisant la nature transitoire de la fabrication couche par couche du procédé SLS.

L'équation d'énergie est discrétisée en temps en utilisant le schéma de Crank-Nicolson semi-implicite de second ordre et dans l'espace en employant la méthode des volumes finis. Les sous modèles temporelles sont discrétisés en temps à l'aide du schéma de Runge-Kutta au troisième ordre. Le choix de la méthode des volumes finis est motivé par la possibilité de traiter, relativement simplement, le retrait de volume dû à la densification, et l'étape d'ajout des couches est facilement gérable. Le code de calcul est implémenté avec le langage FORTRAN et parallélisé avec la technologie de parallélisation à mémoire partagée OpenMP.

L'outil numérique développé a été d'abord confirmé par une validation numérique. Comme les schémas de discrétisation utilisés ont leur propre ordre de précision, les résultats numériques obtenus doivent indiquer l'ordre correspondant : les tests effectués pour l'équation de l'énergie avec la source laser transitoire ont montré un bon accord avec la théorie, les résultats obtenus sont du second ordre à la fois en temps et en espace ; les tests réalisés avec le modèle globale couplé étaient moins satisfaisants, car les résultats numériques montraient un ordre temporel du premier ordre et une précision inférieure à deux en espace. Ensuite, les prédictions de l'outil développé ont été confrontés aux mesures expérimentales de la littérature, qui concernait le polyamide semi-cristallin PA12. La comparaison des températures sur la surface du lit de poudre et les dimensions de la région fondue ont été effectuées : les résultats concordent bien avec les mesures expérimentales. Les deux tests de validation ont confirmé la qualité et la pertinence de la modélisation proposée.

Par ailleurs, le modèle est appliqué à la simulation du procédé SLS en utilisant les

propriétés du matériau de projet PA6 sinterline. Une série de simulations sont menées pour l'analyse paramétrique. Premièrement sur un lit de poudre, où les phases de chauffage, de refroidissement et l'évolution de la porosité sont discutées en fonction des paramètres du laser. Puis, Nous avons étudié l'étape d'étalement d'une couche, en fonction de la température de la poudre fraîche ajoutée. Nous avons conclu que durant cette étape aucune cinétique de cristallisation ne se déclenche. Le temps très court de cette étape et les températures élevées ne permettant pas le déclenchement de la cristallisation.

Enfin, nous avons mené une étude paramétrique sur plusieurs couches en fonction de la température du bac de fabrication, de l'énergie laser déposée, et de la température de la poudre. Nous avons investigué essentiellement la distribution de la porosité, de la température et de la cristallisation dans le plan de fabrication. En outre, le retrait de volume dû à la densification et le cycle de dépôt d'une nouvelle couche ont été mis en évidence et certains résultats ont également été présentés pour montrer la pertinence de l'outil développé pour la simulation du procédé SLS.

Les résultats des simulations de l'étude paramétrique, concluent que notre modèle est capable de représenter les transferts thermiques dans le matériau, l'évolution des propriétés thermophysique, l'évolution de la porosité dans le matériau fondu, le taux de cristallinité de la pièce fabriqué de manière additive dans l'environnement du SLS.

Un benchmark expérimentale sera d'une grande nécessité pour valider les simulations, avec une instrumentation qui permettra de mesurer les transformations du matériau et l'histoire thermique locale, constitue une étape crucial pour la compréhension du procédé.

En ce qui concernent les simulations menées, la mise en oeuvre du modèle 3D est actuellement limitée à des géométries simples de faibles dimensions afin de limiter le temps de calcul. Cette restriction est imposée par la différence d'échelle, de la source laser et de l'épaisseur des couches par rapport à la géométrie de la pièce. La cinétique réelle du procédé doit être prise en compte dans les simulations, et cela rend les calcul très coûteux en temps.

L'analyse présentée est restreinte aux valeurs des paramètres proposées pour tester la mise en production du polyamide PA6 Sinterline. Mais, pour une étude de sensibilité efficace des nombreux paramètres du procédé et du matériau, il est absolument nécessaire d'envisager une étude par un plan d'expérience et par les techniques statistiques avancées.

Le modèle proposé montre une capacité à être considéré comme un outil d'analyse et d'optimisation du procédé. Les premiers résultats sont très intéressants, et représentent une réelle alternative au développement du procédé SLS pour l'analyse des caractéristiques finales des pièces produites à l'échelle industrielle. Les simulations ont également révélé des besoins en travaux futurs : en termes du coût de calcul, un travail important est maintenant nécessaire pour optimiser le modèle ou bien développer des modèles moins coûteux (réduction de modèle) pour réduire le temps de calcul afin de simuler des pièces industrielles réelles. La clé d'un modèle numérique efficace est de trouver le bon compromis entre la précision des simulations et le coût de calcul.

Le projet ANR dans lequel s'inscrit ce travail comprend aussi l'instrumentation

thermique d'une machine de frittage. Ce travail est en cours de finalisation et offrira sûrement à la communauté académique et industrielle un outil (benchmarck) unique pour la validation des simulations et l'optimisation du procédé.

À l'avenir, il faudra envisager de modéliser la distribution de puissance du laser par le code développé au CETHIL par Xin Liu utilisant la méthode de de Monté-Carlo lancé de rayons (ray tracing) afin de tirer des lois empiriques de distribution d'énergie dans la poudre en fonction d'un certain nombre de paramètres matériau et procédé. Cette approche permettra un couplage multi-échelle et une réduction du temps de calcul nécessaire à l'interaction laser-matière. Le couplage thermomécanique entre la cristallisation, le retrait de volume et le développement de contraintes résiduelles devra être effectué pour analyser le phénomène de fluage des pièces semi-cristallines.

En conclusion, ce travail de thèse ouvre de nouvelles voies de recherche qui devront être évaluées dans des études ultérieures.

Bibliographie

- [1] Yong Huang, Ming C Leu, Jyoti Mazumder, and Alkan Donmez. Additive manufacturing : current state, future potential, gaps and needs, and recommendations. *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, 137(1) :014001, 2015.
- [2] Christopher Weber, Vanessa Peña, Maxwell Micali, Elmer Yglesias, Sally Rood, Justin A Scott, and Bhavya Lal. The role of the national science foundation in the origin and evolution of additive manufacturing in the united states. *Science & Technology Policy Institute*, 1, 2013.
- [3] Kaufui V Wong and Aldo Hernandez. A review of additive manufacturing. *ISRN Mechanical Engineering*, 2012, 2012.
- [4] Wei Gao, Yunbo Zhang, Devarajan Ramanujan, Karthik Ramani, Yong Chen, Christopher B Williams, Charlie CL Wang, Yung C Shin, Song Zhang, and Pablo D Zavattieri. The status, challenges, and future of additive manufacturing in engineering. *Computer-Aided Design*, 69 :65–89, 2015.
- [5] Nannan Guo and Ming C Leu. Additive manufacturing : technology, applications and research needs. *Frontiers of Mechanical Engineering*, 8(3) :215–243, 2013.
- [6] Zjenja Doubrovski, Jouke C Verlinden, and Jo MP Geraedts. Optimal design for additive manufacturing : opportunities and challenges. In *ASME 2011 International Design Engineering Technical Conferences and Computers and Information in Engineering Conference*, pages 635–646. American Society of Mechanical Engineers, 2011.
- [7] J-P Kruth, Ming-Chuan Leu, and Terunaga Nakagawa. Progress in additive manufacturing and rapid prototyping. *Cirp Annals*, 47(2) :525–540, 1998.
- [8] Ferry PW Melchels, Marco AN Domingos, Travis J Klein, Jos Malda, Paulo J Bartolo, and Dietmar W Huttmacher. Additive manufacturing of tissues and organs. *Progress in Polymer Science*, 37(8) :1079–1104, 2012.
- [9] Antonio Felipe Amado Becker. *Characterization and prediction of SLS processability of polymer powders with respect to powder flow and part warpage*. PhD thesis, ETH Zurich, 2016.
- [10] Leander VERBELEN. *Towards scientifically based screening criteria for polymer laser sintering*. PhD thesis, KU Leuven – Faculty of Engineering Science, 2016.

- [11] Jeffrey P. Schultz. *Modeling Heat Transfer and Densification during Laser Sintering of Viscoelastic Polymers*. PhD thesis, Virginia Polytechnic Institute and State University, 2003.
- [12] J Christian Nelson, Samuel Xue, Joel W Barlow, Joseph J Beaman, Harris L Marcus, and David L Bourell. Model of the selective laser sintering of bisphenol-a polycarbonate. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 32(10) :2305–2317, 1993.
- [13] J.-P. Kruth, G. Levy, F. Klocke, and T.H.C. Childs. Consolidation phenomena in laser and powder-bed based layered manufacturing. *CIRP Annals*, 56(2) :730 – 759, 2007.
- [14] Manfred Schmid, Antonio Amado, and Konrad Wegener. Materials perspective of polymers for additive manufacturing with selective laser sintering. *Mat. Res.*, 29(17) :1824, 2014.
- [15] Ing Natalie Rudolph. Experimental and numerical studies of the temperature field in selective laser sintering to improve shrinkage and warpage prediction.
- [16] Kai Zeng, Deepankar Pal, and Brent Stucker. A review of thermal analysis methods in laser sintering and selective laser melting. In *Proceedings of Solid Freeform Fabrication Symposium Austin, TX*, pages 796–814, 2012.
- [17] WE King, AT Anderson, RM Ferencz, NE Hodge, C Kamath, SA Khairallah, and AM Rubenchik. Laser powder bed fusion additive manufacturing of metals ; physics, computational, and materials challenges. *Applied Physics Reviews*, 2(4) :041304, 2015.
- [18] Ram Dayal. Numerical modelling of processes governing selective laser sintering. 2014.
- [19] Liu Xin, M’hamed Boutaous, Shihe Xin, and Dennis A Siginer. Multiphysical modeling of the heating phase in the polymer powder bed fusion process. *Additive Manufacturing*, 2017.
- [20] Liu Xin, Mhamed Boutaous, Shihe Xin, and Dennis A Siginer. Numerical modeling of the heating phase of the selective laser sintering process. *International Journal of Thermal Sciences*, 120 :50–62, 2017.
- [21] L Dong, A Makradi, S Ahzi, and Y Remond. Three-dimensional transient finite element analysis of the selective laser sintering process. *Journal of materials processing technology*, 209(2) :700–706, 2009.
- [22] D Riedlbauer, M Drexler, D Drummer, P Steinmann, and J Mergheim. Modelling, simulation and experimental validation of heat transfer in selective laser melting of the polymeric material pa12. *Computational Materials Science*, 93 :239–248, 2014.
- [23] Patrice Peyre, Yann Rouchause, Denis Defauchy, and Gilles Régnier. Experimental and numerical analysis of the selective laser sintering (sls) of pa12 and pekk semi-crystalline polymers. *Journal of Materials Processing Technology*, 225 :326–336, 2015.

-
- [24] Denis Defauchy. *Simulation du procédé de fabrication directe de pièces thermo-plastiques par fusion laser de poudre*. PhD thesis, Ecole nationale supérieure d'arts et métiers-ENSAM, 2013.
- [25] Mario Ganci, Wei Zhu, Gianluca Buffa, Livan Fratini, Song Bo, and Chunze Yan. A macroscale fem-based approach for selective laser sintering of thermoplastics. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, pages 1–12, 2017.
- [26] Antonio Amado, Manfred Schmid, and Konrad Wegener. Simulation of warpage induced by non-isothermal crystallization of co-polypropylene during the sls process. In *AIP Conference Proceedings*, volume 1664, page 160002, 2015.
- [27] M Berzins, THC Childs, and GR Ryder. The selective laser sintering of polycarbonate. *CIRP Annals-Manufacturing Technology*, 45(1) :187–190, 1996.
- [28] THC Childs, M Berzins, GR Ryder, and A Tontowi. Selective laser sintering of an amorphous polymer—simulations and experiments. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B : Journal of Engineering Manufacture*, 213(4) :333–349, 1999.
- [29] THC Childs and AE Tontowi. Selective laser sintering of a crystalline and a glass-filled crystalline polymer : experiments and simulations. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B : Journal of Engineering Manufacture*, 215(11) :1481–1495, 2001.
- [30] Alva E Tontowi and THC Childs. Density prediction of crystalline polymer sintered parts at various powder bed temperatures. *Rapid Prototyping Journal*, 7(3) :180–184, 2001.
- [31] Gabriel Bugada Miguel Cervera and Guillermo Lombera. Numerical prediction of temperature and density distributions in selective laser sintering processes. *Rapid Prototyping Journal*, 5(1) :21–26, 1999.
- [32] George W Scherer. Viscous sintering of a bimodal pore-size distribution. *Journal of the American Ceramic Society*, 67(11) :709–715, 1984.
- [33] Yuwen Zhang, A Faghri, CW Buckley, and TL Bergman. Three-dimensional sintering of two-component metal powders with stationary and moving laser beams. *Journal of Heat Transfer*, 122(1) :150–158, 2000.
- [34] Tiebing Chen and Yuwen Zhang. Numerical simulation of two-dimensional melting and resolidification of a two-component metal powder layer in selective laser sintering process. *Numerical Heat Transfer, Part A : Applications*, 46(7) :633–649, 2004.
- [35] Bin Xiao and Yuwen Zhang. Partial melting and resolidification of metal powder in selective laser sintering. *Journal of thermophysics and heat transfer*, 20(3) :439–448, 2006.
- [36] Bin Xiao and Yuwen Zhang. Marangoni and buoyancy effects on direct metal laser sintering with a moving laser beam. *Numerical Heat Transfer, Part A : Applications*, 51(8) :715–733, 2007.
-

- [37] Bin Xiao and Yuwen Zhang. Numerical simulation of direct metal laser sintering of single-component powder on top of sintered layers. *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, 130(4) :041002, 2008.
- [38] John C Chai, HaeOk S Lee, and Suhas V Patankar. Treatment of irregular geometries using a cartesian coordinates finite-volume radiation heat transfer procedure. *Numerical Heat Transfer*, 26(2) :225–235, 1994.
- [39] Donghua Dai and Dongdong Gu. Thermal behavior and densification mechanism during selective laser melting of copper matrix composites : simulation and experiments. *Materials & Design*, 55 :482–491, 2014.
- [40] Loong-Ee Loh, Chee-Kai Chua, Wai-Yee Yeong, Jie Song, Mahta Mapar, Swee-Leong Sing, Zhong-Hong Liu, and Dan-Qing Zhang. Numerical investigation and an effective modelling on the selective laser melting (slm) process with aluminium alloy 6061. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 80 :288–300, 2015.
- [41] D Riedlbauer, P Steinmann, and J Mergheim. Thermomechanical simulation of the selective laser melting process for pa12 including volumetric shrinkage. In *PROCEEDINGS OF PPS-30 : The 30th International Conference of the Polymer Processing Society–Conference Papers*, volume 1664, page 160005. AIP Publishing, 2015.
- [42] AV Gusarov and J-P Kruth. Modelling of radiation transfer in metallic powders at laser treatment. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 48(16) :3423–3434, 2005.
- [43] AV Gusarov and I Smurov. Radiation transfer in metallic powder beds used in laser processing. *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer*, 111(17-18) :2517–2527, 2010.
- [44] AV Gusarov and I Smurov. Modeling the interaction of laser radiation with powder bed at selective laser melting. *Physics Procedia*, 5 :381–394, 2010.
- [45] André Streek, Peter Regenfuss, and Horst Exner. Fundamentals of energy conversion and dissipation in powder layers during laser micro sintering. *Physics Procedia*, 41 :858–869, 2013.
- [46] Anthony Collin. *Transferts de chaleur couplés rayonnement-conduction-convection. Application à des rideaux d'eau soumis à une intense source radiative*. PhD thesis, Université Henri Poincaré-Nancy I, 2006.
- [47] Barbar Zeghondy, Estelle Iacona, and Jean Taine. Determination of the anisotropic radiative properties of a porous material by radiative distribution function identification (rdfi). *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 49(17-18) :2810–2819, 2006.
- [48] Gustav Mie. Beiträge zur optik trüber medien, speziell kolloidaler metallösungen. *Annalen der physik*, 330(3) :377–445, 1908.
- [49] Raphaëlle Jarrige. *Détermination des propriétés optiques de matériaux granulaires*. PhD thesis, Université Pierre et Marie Curie-Paris VI, 2012.
- [50] MI Mischenko, Warren J Wiscombe, Joop W Hovenier, and Larry D Travis. Overview of scattering by nonspherical particles. 2000.

-
- [51] Dominique Baillis and Jean-Francois Sacadura. Thermal radiation properties of dispersed media : theoretical prediction and experimental characterization. In *ICHMT DIGITAL LIBRARY ONLINE*. Begel House Inc., 1997.
- [52] CK Chan and CL Tien. Radiative transfer in packed spheres. *Journal of Heat Transfer*, 96(1) :52–58, 1974.
- [53] K Kudo, WJ Yang, H Taniguchi, and H Hayasaka. Radiative heat transfer in packed spheres by monte carlo method. In *Heat transfer in high technology and power engineering*. 1987.
- [54] Y Sam Yang, JR Howell, and DE Klein. Radiative heat transfer through a randomly packed bed of spheres by the monte carlo method. *Journal of Heat Transfer*, 105(2) :325–332, 1983.
- [55] R Coquard and D Baillis. Radiative characteristics of opaque spherical particles beds : a new method of prediction. *Journal of Thermophysics and Heat Transfer*, 18(2) :178–186, 2004.
- [56] Rémi Coquard and Dominique Baillis. Radiative characteristics of beds of spheres containing an absorbing and scattering medium. *Journal of Thermophysics and Heat Transfer*, 19(2) :226–234, 2005.
- [57] Jaona Randrianalisoa and Dominique Baillis. Radiative properties of densely packed spheres in semitransparent media : A new geometric optics approach. *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer*, 111(10) :1372–1388, 2010.
- [58] BP Singh and Massoud Kaviany. Modelling radiative heat transfer in packed beds. 1992.
- [59] BP Singh and Massoud Kaviany. Independent theory versus direct simulation of radiation heat transfer in packed beds. *International journal of heat and mass transfer*, 34(11) :2869–2882, 1991.
- [60] Mariana Ilie, Jean-Christophe Kneip, Simone Mattei, Alexandru Nichici, Claude Roze, and Thierry Girasole. Laser beam scattering effects in non-absorbent inhomogenous polymers. *Optics and Lasers in Engineering*, 45(3) :405–412, 2007.
- [61] Mariana Ilie, Jean-Christophe Kneip, Simone Mattei, Alexandru Nichici, Claude Roze, and Thierry Girasole. Through-transmission laser welding of polymers—temperature field modeling and infrared investigation. *Infrared Physics & Technology*, 51(1) :73–79, 2007.
- [62] XC Wang and Jean-Pierre Kruth. A simulation model for direct selective laser sintering of metal powders. In *Proceedings of the 5th International Conference on Computational Structures Technology*, pages 57–71, 2000.
- [63] AV Gusarov, I Yadroitsev, Ph Bertrand, and I Smurov. Model of radiation and heat transfer in laser-powder interaction zone at selective laser melting. *Journal of heat transfer*, 131(7) :072101, 2009.
- [64] Xiaoyong Tian, Gang Peng, Mengxue Yan, Shunwen He, and Ruijuan Yao. Process prediction of selective laser sintering based on heat transfer analysis for po-
-

- lyamide composite powders. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 120 :379–386, 2018.
- [65] Arash Gobal and Bahram Ravani. Physical modeling for selective laser sintering process. *Journal of Computing and Information Science in Engineering*, 17(2) :021002, 2017.
- [66] Sergio R Idelsohn, Mario A Storti, and Luis A Crivelli. Numerical methods in phase-change problems. *Archives of Computational Methods in Engineering*, 1(1) :49–74, 1994.
- [67] KR Sultana, SR Dehghani, K Pope, and YS Muzychka. Numerical techniques for solving solidification and melting phase change problems. *Numerical Heat Transfer, Part B : Fundamentals*, 73(3) :129–145, 2018.
- [68] VR Voller. Fast implicit finite-difference method for the analysis of phase change problems. *Numerical Heat Transfer*, 17(2) :155–169, 1990.
- [69] A Laouadi, M Lacroix, and N Galanis. A numerical method for the treatment of discontinuous thermal conductivity in phase change problems. *International Journal of Numerical Methods for Heat & Fluid Flow*, 8(3) :265–287, 1998.
- [70] CR Swaminathan and VR Voller. On the enthalpy method. *International Journal of Numerical Methods for Heat & Fluid Flow*, 3(3) :233–244, 1993.
- [71] Vaughan R Voller and C Prakash. A fixed grid numerical modelling methodology for convection-diffusion mushy region phase-change problems. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 30(8) :1709–1719, 1987.
- [72] John Crank. Free and moving boundary problems. 1984.
- [73] Comini Bonacina, G Comini, A Fasano, and M 1973 Primicerio. Numerical solution of phase-change problems. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 16(10) :1825–1832, 1973.
- [74] Minwu Yao and Arnon Chait. Application of the homographic approximation in the enthalpy method for phase change problems. *International Journal of Numerical Methods for Heat & Fluid Flow*, 3(2) :157–172, 1993.
- [75] EC Lemmon. Phase-change techniques for finite element conduction codes. Technical report, Idaho National Engineering Lab., Idaho Falls (USA), 1979.
- [76] K Morgan, RW Lewis, and OC Zienkiewicz. An improved algorithm for heat conduction problems with phase change. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 12(7) :1191–1195, 1978.
- [77] Vaughan R Voller, AD Brent, and C Prakash. The modelling of heat, mass and solute transport in solidification systems. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 32(9) :1719–1731, 1989.
- [78] VR Voller and CR Swaminathan. General source-based method for solidification phase change. *Numerical Heat Transfer, Part B Fundamentals*, 19(2) :175–189, 1991.
- [79] Zhigang Zak Fang. *Sintering of advanced materials*. Elsevier, 2010.

-
- [80] M Kontopoulou and J Vlachopoulos. Melting and densification of thermoplastic powders. *Polymer Engineering & Science*, 41(2) :155–169, 2001.
- [81] JJ Frenkel. Viscous flow of crystalline bodies under the action of surface tension. *J. phys.*, 9 :385, 1945.
- [82] JD Eshelby. discussion in paper by shaler aj :“seminar on the kinetics of sintering.”. *Metals Trans.*, 185 :806–807.
- [83] HE Exner and G Petzow. Shrinkage and rearrangement during sintering of glass spheres. In *Sintering and catalysis*, pages 279–293. Springer, 1975.
- [84] JK Mackenzie and R Shuttleworth. A phenomenological theory of sintering. *Proceedings of the Physical Society. Section B*, 62(12) :833, 1949.
- [85] George W Scherer. Cell models for viscous sintering. *Journal of the American Ceramic Society*, 74(7) :1523–1531, 1991.
- [86] Robert W Hopper. Coalescence of two equal cylinders : exact results for creeping viscous plane flow driven by capillarity. *Journal of the American Ceramic Society*, 67(12) :C–262, 1984.
- [87] DM Korwin, SR Lange, WC Eaton, I Joseph, and LD Pye. A study of the sintering behavior of glass in two geometric configurations. In *XVI International Congress on Glass.*, volume 2, pages 253–258, 1992.
- [88] Ondřej Pokluda, Céline T Bellehumeur, and John Vlachopoulos. Modification of frenkel’s model for sintering. *AIChE journal*, 43(12) :3253–3256, 1997.
- [89] Stephen Mazur and Donald J Plazek. Viscoelastic effects in the coalescence of polymer particles. *Progress in organic coatings*, 24(1-4) :225–236, 1994.
- [90] A Jagota, PR Dawson, and JT Jenkins. An anisotropic continuum model for the sintering and compaction of powder packings. *Mechanics of Materials*, 7(3) :255–269, 1988.
- [91] YY Lin, CY Hui, and A Jagota. The role of viscoelastic adhesive contact in the sintering of polymeric particles. *Journal of colloid and interface science*, 237(2) :267–282, 2001.
- [92] Céline T Bellehumeur, Marianne Kontopoulou, and John Vlachopoulos. The role of viscoelasticity in polymer sintering. *Rheologica acta*, 37(3) :270–278, 1998.
- [93] RJ Crawford and J Scott. The formation and removal of gas bubbles in a rotational moulding grade of pe. *Plast. Rubber Process. Appl.*, 7(2) :85–99, 1987.
- [94] PY Kelly. A microscopic examination of rotational polyethylene. *DuPont, Canada*, 1993.
- [95] CT Bellehumeur and JS Tiang. Simulation of non-isothermal melt densification of polyethylene in rotational molding. *Polymer Engineering & Science*, 42(1) :215–229, 2002.
- [96] George Gogos. Bubble removal in rotational molding. *Polymer Engineering & Science*, 44(2) :388–394, 2004.
-

- [97] J Steinberger, J Shen, K Manetsberger, and J Muellers. The simulation of the sls process as the basis of a process optimization. In *Proceedings of the SFF Symposium 2000*, pages 377–385, 2000.
- [98] R Le Goff, G Poutot, D Delaunay, R Fulchiron, and E Koscher. Study and modeling of heat transfer during the solidification of semi-crystalline polymers. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 48(25) :5417–5430, 2005.
- [99] Leander Verbelen, Sasan Dadbakhsh, Michael Van den Eynde, Jean-Pierre Kruth, Bart Goderis, and Peter Van Puyvelde. Characterization of polyamide powders for determination of laser sintering processability. *European Polymer Journal*, 75 :163–174, 2016.
- [100] R Zheng and PK Kennedy. A model for post-flow induced crystallization : General equations and predictions. *Journal of Rheology*, 48(4) :823–842, 2004.
- [101] Nadia Brahmia. *Contribution à la modélisation de la cristallisation des polymères sous cisaillement : application à l'injection des polymères semi-cristallins*. PhD thesis, PhD Thesis INSA de Lyon, France, 2007.
- [102] M'hamed Boutaous, Nadia Brahmia, and Patrick Bourgin. Parametric study of the crystallization kinetics of a semi-crystalline polymer during cooling. *Comptes Rendus Mécanique*, 338(2) :78–84, 2010.
- [103] Ewa Piorkowska, Andrzej Galeski, and Jean-Marc Haudin. Critical assessment of overall crystallization kinetics theories and predictions. *Progress in polymer science*, 31(6) :549–575, 2006.
- [104] Emmanuelle Koscher and René Fulchiron. Influence of shear on polypropylene crystallization : morphology development and kinetics. *Polymer*, 43(25) :6931–6942, 2002.
- [105] I Coccorullo, R Pantani, and G Titomanlio. Crystallization kinetics and solidified structure in ipp under high cooling rates. *Polymer*, 44(1) :307–318, 2003.
- [106] Matthieu Zinet. *Modélisation de la cristallisation des polymères dans les procédés de plasturgie : quantification des effets thermiques et rhéologiques*. PhD thesis, INSA de Lyon, 2010.
- [107] Varun Ratta. *Crystallization, morphology, thermal stability and adhesive properties of novel high performance semicrystalline polyimides*. PhD thesis, Virginia Tech, 1999.
- [108] John D Hoffman, G Thomas Davis, JI Lauritzen, et al. Treatise on solid state chemistry. *Plenum Press, New York*, 3 :497, 1976.
- [109] Estelle Pérot. *Optimisation et modélisation du procédé de rotomoulage*. PhD thesis, INSA de Lyon, 2006.
- [110] K Nakamura, T Watanabe, K Katayama, and T Amano. Some aspects of non-isothermal crystallization of polymers. i. relationship between crystallization temperature, crystallinity, and cooling conditions. *Journal of Applied Polymer Science*, 16(5) :1077–1091, 1972.

-
- [111] K Nakamura, K Katayama, and T Amano. Some aspects of nonisothermal crystallization of polymers. ii. consideration of the isokinetic condition. *Journal of Applied Polymer Science*, 17(4) :1031–1041, 1973.
- [112] Rajen M Patel and Joseph E Spruiell. Crystallization kinetics during polymer processing—analysis of available approaches for process modeling. *Polymer Engineering & Science*, 31(10) :730–738, 1991.
- [113] John Romano, Leila Ladani, Jafar Razmi, and Magda Sadowski. Temperature distribution and melt geometry in laser and electron-beam melting processes—a comparison among common materials. *Additive Manufacturing*, 8 :1–11, 2015.
- [114] Z. Hashin and S. Shtrikman. *Journal of applied Physics*, 33(10) :3125–3131, 1962.
- [115] Elio E Gonzo. Estimating correlations for the effective thermal conductivity of granular materials. *Chemical Engineering Journal*, 90(3) :299–302, 2002.
- [116] KC Nayak, SK Saha, K Srinivasan, and P Dutta. A numerical model for heat sinks with phase change materials and thermal conductivity enhancers. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 49(11) :1833–1844, 2006.
- [117] Chi-Wang Shu and Stanley Osher. Efficient implementation of essentially non-oscillatory shock-capturing schemes, ii. *Journal of Computational Physics*, 83(1) :32–78, 1989.
- [118] M Cross, S Johnson, and P Chow. Mapping enthalpy-based solidification algorithms onto vector and parallel architectures. *Applied mathematical modelling*, 13(12) :702–709, 1989.
- [119] K Dai and L Shaw. Finite element analysis of the effect of volume shrinkage during laser densification. *Acta materialia*, 53(18) :4743–4754, 2005.
- [120] Souvik Roy, Mario Juha, Mark S Shephard, and Antoinette M Maniatty. Heat transfer model and finite element formulation for simulation of selective laser melting. *Computational Mechanics*, 62(3) :273–284, 2018.
- [121] Donald W Peaceman and Henry H Rachford, Jr. The numerical solution of parabolic and elliptic differential equations. *Journal of the Society for industrial and Applied Mathematics*, 3(1) :28–41, 1955.
- [122] Ting-Yuan Wang, Yu-Min Lee, and Charlie Chung-Ping Chen. 3d thermal-adi : an efficient chip-level transient thermal simulator. In *Proceedings of the 2003 international symposium on Physical design*, pages 10–17. ACM, 2003.
- [123] Sushil Chandra Gupta. *The classical Stefan problem : Basic Concepts, Modeling and Analysis with Quasi-Analytical Solutions and Methods*, volume 45. Elsevier, 2017.
- [124] Stephane Dupin. *Etude fondamentale de la transformation du polyamide 12 par frittage laser : mécanismes physico-chimiques et relations microstructures/propriétés*. PhD thesis, INSA de Lyon, 2012.
- [125] Katrin Wudy, Dietmar Drummer, and Maximilian Drexler. Characterization of polymer materials and powders for selective laser melting. In *AIP Conference Proceedings*, volume 1593, pages 702–707. AIP, 2014.
-

- [126] Alessandro Franco and Luca Romoli. Characterization of laser energy consumption in sintering of polymer based powders. *Journal of Materials Processing Technology*, 212(4) :917–926, 2012.
- [127] Miguel Oscar Prado, Edgar Dutra Zanotto, and Ralf Müller. Model for sintering polydispersed glass particles. *Journal of non-crystalline solids*, 279(2-3) :169–178, 2001.
- [128] Miguel O Prado, Edgar D Zanotto, and Catia Fredericci. Sintering polydispersed spherical glass particles. *Journal of materials research*, 18(6) :1347–1354, 2003.
- [129] William W Graessley. Linear viscoelasticity in entangling polymer systems. *The Journal of Chemical Physics*, 54(12) :5143–5157, 1971.
- [130] LJ Fetters, DJ Lohse, D Richter, TA Witten, and A Zirkel. Connection between polymer molecular weight, density, chain dimensions, and melt viscoelastic properties. *Macromolecules*, 27(17) :4639–4647, 1994.



FOLIO ADMINISTRATIF

THESE DE L'UNIVERSITE DE LYON OPEREE AU SEIN DE L'INSA LYON

NOM : MOKRANE

DATE de SOUTENANCE : 06/09/2019

Prénoms : Aoulaiche

TITRE : Modélisation numérique du Frittage laser des polymères en poudre

NATURE : Doctorat

Numéro d'ordre : 2019LYSEI062

Ecole doctorale : MEGA de Lyon (Mécanique, Energétique, Génie Civil, Acoustique)

Spécialité : Mécanique des Fluides

RESUME :

Ce travail de thèse est dédié à la modélisation et la simulation du procédé SLS pour explorer certaines des relations matériau-procédé-propriétés finales pour le frittage des polymères semi-cristallins. Une approche de modélisation macroscopique basée sur l'hypothèse du milieu homogène équivalent est proposée. Un modèle multiphysique 3D transitoire a été développé en utilisant la méthode des volumes finis. Il considère l'interaction laser-poudre par le biais d'un terme source de volume, le transfert de chaleur et le changement de phase à partir de l'état poudre solide présentant un taux d'air initial vers l'état fondu et de nouveau vers l'état solide tout en prenant en compte les différentes cinétiques de fusion, de densification, de cristallisation et l'évolution des propriétés du matériau dans l'environnement thermique du procédé. En outre, la nature transitoire du procédé et l'évolution dynamique de la géométrie du système avec l'ajout des couches de poudre sont pris en compte dans le modèle. Le modèle est validé numériquement puis par rapport à des mesures de la littérature. Ensuite, dans le cadre du projet ANR, le matériau concerné est le PA6 Sinterline, ses propriétés caractérisées par notre partenaire du projet (IMP) ont été utilisées dans les modèles. Les effets des paramètres machine : puissance laser, vitesse de scanne, température de préchauffage de la poudre, température du bac de fabrication et l'épaisseur des couches de poudre sur la densification et la cristallisation du matériau fritté ont été analysés. L'effet des caractéristiques rhéologiques et de la taille des particules sur la qualité de consolidation est également investigué. Ce travail se termine par les futures extensions sur lesquels les travaux de recherche doivent s'orienter afin d'améliorer la compréhension du procédé.

MOTS-CLÉS : SLS, transfert thermique, changement de phase, frittage laser, densification, fabrication additive, simulation

Laboratoire (s) de recherche : Centre d'Energétique et Thermique de Lyon - CETHIL

Directeur de thèse : BOUTAOUS M'hamed

Devant le jury composé de :

SCHMIDT, Fabrice / Professeur / Ecole des Mines d'Albi-Carmaux

BILLON, Noëlle / Professeur / Ecole des Mines de Paris

BERGHEAU, Jean-Michel / Professeur Ecole Nationale d'Ingénieurs de Saint-Etienne

BOUTAOUS, M'hamed / Maître de conférences HDR / INSA Lyon

Xin, Shihe / Professeur des Universités / INSA Lyon

BARRES, Claire / Maître de conférences HDR / INSA Lyon

Rapporteur

Rapporteur

Examineur

Directeur de thèse

Co-directeur de thèse

Invitée