



HAL
open science

Mise en œuvre d'alliage d'aluminium 6061 par procédé de Selective Laser Melting

Pierre Eloi

► **To cite this version:**

Pierre Eloi. Mise en œuvre d'alliage d'aluminium 6061 par procédé de Selective Laser Melting. Autre. Université de Lyon, 2020. Français. NNT : 2020LYSEM024 . tel-03537233

HAL Id: tel-03537233

<https://theses.hal.science/tel-03537233>

Submitted on 20 Jan 2022

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 : 2020 LYSE M024



THÈSE DE DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE LYON

opérée au sein de

L'école des Mines de Saint-Etienne

Ecole Doctorale N°488
Science, Ingénierie, Santé

Spécialité : Science et Génie des Matériaux

présentée par

Pierre ELOI

Mise en œuvre d'alliage d'aluminium 6XXX par procédé de selective laser melting

Soutenu publiquement par vidéoconférence, le 02 décembre 2020

Devant le jury composé de :

Rapporteurs :	Guillaume RACINEUX	-	Professeur, École Centrale de Nantes
	Patrice PEYRE	-	Directeur de recherche CNRS, Arts et Métiers ParisTech
Directeur de thèse :	Christophe DESRAYAUD	-	Professeur, Mines Saint-Étienne
Co-Directeur de thèse :	Philippe BERTRAND	-	Professeur, ENISE, Saint-Étienne
	Claude SARNO	-	Directeur développement technologique, Thales AVS
Examineurs :	Christophe COLIN	-	Enseignant Chercheur, Mines ParisTech
	Régis BIGOT	-	Professeur, ENSAM Metz

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

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

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

Responsables
 O. Roustant, Maître-assistant
 O. Boissier, Professeur
 J.C. Pinoli, Professeur
 N. Absi, Maître de recherche
 Ph. Lalevée, Professeur

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

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

NNT : **2020LYSEM024**

Pierre ELOI

The 6XXX aluminum alloy series implementation by selective laser melting process

Speciality : Material Science

Keywords : Additive Manufacturing, Aluminium Alloy, Hot Cracking, Zirconium, Microstructure Refinement, Zener Pinning, Powder Aging

Abstract :

The SLM additive manufacturing process is a major technological breakthrough in the field of aeronautics. For probe applications, aluminum alloys compatible to specific surface treatments and with high thermal conductivity are required. Unfortunately, these alloys cannot be implemented within the additive manufacturing process due to the high cooling rate.

The aim of this work is therefore to understand the processing of the 6061 aluminum alloy by SLM. Two areas are studied: the first concerns the understanding of the sources of particle aging and the second specific to the series concerns the characterization and optimization of its microstructure.

The results obtained show that the first factor influencing the flowability of powders is the residual moisture. It is also the main source of spherical porosities which act directly on the mechanical behavior of the built parts. Steaming the powders before manufacture reduces their effect without modifying the physicochemical properties of the particles. Regarding the microstructure of Al6061, the addition of AlZr germinating elements eliminates the phenomenon of hot cracking by refining the grain size. Modifying the building parameters has no impact on this issue. The microstructural variation, function of the cooling conditions and the quantity of Zr, is finally expressed through a solidification map based on the Rosenthal model.

The management of the powders moisture is an essential element for stabilizing and optimizing their implementation. The high solidification interval of Al6061 requires the use of germinating elements to overcome the hot cracking phenomenon.

NNT : 2020LYSEM024

Pierre ELOI

Mise en œuvre d'alliage d'aluminium 6xxx par procédé de selective laser melting

Spécialité: Science et Génie des Matériaux

Mots clefs : Fabrication Additive, Alliage d'Aluminium, Fissuration à Chaud, Élément Germinant, Zirconium, Vieillissement des Poudres

Résumé :

La fabrication additive SLM est une rupture technologique majeure dans le domaine de l'aéronautique. Pour des applications de type Sonde, des alliages d'aluminium à haute conductivité thermique et compatible de traitement de surface spécifique sont nécessaires. Malheureusement ces alliages ne sont pas processable en fabrication additive SLM.

L'objectif de ces travaux est donc d'appréhender l'édification d'alliage d'Al de la série 6XXX par procédé SLM. Deux domaines sont étudiés : le premier plus général qui concerne la compréhension des sources de vieillissement particulière et le second propre à la série qui concerne la caractérisation et l'optimisation de sa microstructure.

Les résultats obtenus montrent que le premier facteur influent sur la coulabilité des poudres est l'humidité rémanente. Elle est également la source principale de porosités sphériques qui agissent directement sur le comportement mécanique des pièces édifiées. L'étuvage des poudres avant fabrication permet de réduire son effet sans modifier les propriétés physicochimiques des particules. Concernant la microstructure de l'Al6061, l'ajout d'élément germinant de type Zr annihile le phénomène de fissuration à chaud par affinement de la taille des grains. La modification des paramètres d'édification ne le permet pas. Cette variation microstructurale est finalement exprimée à travers une carte de solidification basée sur le modèle de Rosenthal.

La gestion de la prise d'humidité des poudres est un élément essentiel pour stabiliser et maximiser leur mise en œuvre. L'intervalle de solidification élevé de l'Al6061 nécessite l'utilisation d'élément germinant pour pallier au phénomène de fissuration à chaud.

« Le problème avec ce monde c'est que les gens intelligents sont pleins
de doutes alors que les imbéciles sont pleins de certitudes »
- Charles Bukowski

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier les membres du jury Régis Bigot, Guillaume Racineux, Patrice Peyre, Christophe Colin pour avoir accepté d'évaluer mes travaux.

Je commencerai ensuite par remercier mon directeur de thèse industriel Claude Sarno qui m'a accordé sa confiance et qui m'a donné la chance d'effectuer ma thèse dans les meilleures conditions au sein de Thales. Malgré ton agenda bien chargé, je te remercie pour ta disponibilité et tout ce que tu m'as apporté lors de ces 3 années. Évoluer à tes côtés m'a permis de me développer en tant que jeune ingénieur et surtout de découvrir le monde de l'entreprise avec bonheur. J'ai appris grâce à toi tous les rudiments du métier que je continue de mettre en œuvre et à développer, enfin j'essaye. Je retiendrai ta dextérité pour réaliser des coups à "3 bandes" et évidemment ton sens du timing. Tes valeurs humaines n'ont pas d'égales, je te souhaite bon vent dans ta nouvelle vie de "retraité" que je sais bien chargée.

Je souhaite ensuite remercier mon directeur de thèse Christophe Desrayaud qui a toujours été disponible et qui m'a guidé avec beaucoup de bienveillance. Je te remercie pour le temps que tu m'as consacré et les conseils toujours avisés que tu m'as donnés. Merci également pour ta pédagogie et pour la confiance que tu m'as accordée.

Merci à mon co-directeur de thèse Philippe Bertrand pour son encadrement dans ce projet.

Je tiens également à remercier Julien Sijobert qui, bien que non encadrant, m'a consacré énormément de temps. Depuis mon master de recherche tu as toujours été présent, prêt à m'aider dès que j'avais des difficultés. Tu es probablement l'ingénieur le plus polyvalent que je connaisse, sans toi je n'aurais pas eu le parcours que j'ai eu. Merci pour ta patience et ton implication, je me souviendrai longtemps des longues heures passées à tes côtés pour concevoir le banc optique ou, plus anciennement, à mettre au point le DED. Mes résultats de thèse et plus globalement l'ENISE te doivent beaucoup (ma moto aussi!). Tu es aujourd'hui pour moi bien plus qu'un formateur, un ami.

Je tiens évidemment à remercier toutes les personnes qui ont activement participé à ce projet réalisé entre l'EMSE, l'ENISE, et Thales. Une thèse se termine souvent par

l'exercice relativement douloureux de la rédaction du manuscrit, c'est un euphémisme dans mon cas, mais je garderai surtout pour souvenir les nombreuses belles rencontres faites tout au long de ce parcours. Je dédie donc ces lignes à toutes les personnes qui m'ont guidé ou soutenu lors de ces longues, heureuses et parfois douloureuses années.

Tout d'abord je souhaite remercier Gilles Blanc pour ton aide précieuse et les connaissances en métallurgie que tu m'as apportées. Merci également pour ta patience malgré mon sens de la bricole peu académique et mes errances organisationnelles.

Je tiens également à remercier Matthieu Lenci pour ta patience et pour le temps que tu as consacré aux diverses analyses MET.

Un grand merci à Laetitia Vieille pour ta gentillesse, ta disponibilité et la confiance que tu m'as accordées pour le prêt du spectromètre.

Merci à Natalie Peillon pour le temps consacré et ton sens de la pédagogie lors des analyses DRX.

Merci à Olivier Bonnefoy pour ton accueil lorsque j'ai débarqué avec mes envies de rhéologie et les connaissances que tu m'as partagées.

Je souhaite aussi remercier Guillaume Kermouche pour son soutien et sa participation aux essais de nano-indentation.

Merci à Anna Fraczkiewicz et Vincent Branier pour votre expertise et votre concours lors des caractérisations MET et XPS.

Merci à Christophe Meunier pour la confiance et l'autonomie que tu m'as accordée.

Merci à Claire Roume pour ta disponibilité et ton aide lors des essais de traction.

Enfin, merci à Maryline Mondon et Sergio Sao-Joao pour votre patience et les nombreux coups de main lors des analyses en microscopie électronique.

Pour l'ENISE, je tiens tout d'abord à remercier Mehmet Cici pour ta grande gentillesse et ta flexibilité à toute épreuve. Ce fut un grand plaisir de travailler avec toi. Merci également à Maryane Jacquier pour ta participation aux analyses de poudres et plus globalement pour ta bienveillance et toute l'aide que tu m'as fournie depuis mon master.

Merci à Romain Piolet pour le temps que tu m'as consacré et ta participation lors de mes premiers travaux de thèse, tu as largement contribué au lancement de ma thèse.

Je tiens également à remercier Frederic Cabanettes pour ta disponibilité et tes conseils avisés.

Merci à Christophe Claudin pour ta contribution et la mise à disposition de nombreux moyens.

Merci à Maria Doubenskaia pour ta participation aux travaux de monitoring du bain de fusion.

Enfin je souhaite remercier Hervé Seux et Partick Polly pour les nombreux services lors des diverses reprises d'usinage ou fabrication d'outillages.

Pour Thales, je tiens en premier lieu à remercier Chantal Reinke sur qui j'ai pu compter tout au long de ces années de travail. Merci pour ta patience, ton soutien au quotidien, ta disponibilité à toute heure, sans toi je ne serai probablement pas arriver à "bon port". Profite bien de ta nouvelle vie de retraitée grandement méritée!

Je souhaite ensuite remercier l'ensemble des stagiaires et alternants qui m'ont

accompagné lors de ces 5 années, merci à Léo Carrot, Alexian Juin, Xavier Klein, Paul Bourot, Melek Genc, Christophe Guerin, Laura Guez, Pierre Van Wijk, Morgane Vandewalle et Maxime Rey. Vous avez tous contribué de près ou de loin à la réussite de cette thèse, je vous en remercie. J'espère rapidement vous recroiser, pour certains dans le cadre professionnel et pour tous, autour d'une bonne bière ... ou plusieurs !

Un merci spécial à Melek Genc qui m'accompagne au sein de Thales depuis près de 3 ans (eh oui déjà, ça passe très vite). Merci à toi de m'avoir supporté en tant que tuteur de stage et maintenant comme encadrant de ta propre thèse, c'est une sacrée prouesse. Merci pour ton soutien au quotidien et pour tes petits gâteaux qui ravissent mes papilles (un peu moins ma balance!). Je te souhaite une belle réussite pour ta dernière année de thèse, bon courage pour la rédaction de ton manuscrit. J'espère que tu ne suivras pas mon exemple!

Une spéciale dédicace à mon ami CriCri, pour ta bonne humeur et ton enthousiasme au quotidien. Nos éclats de rire à la pause café, dont la discrétion n'a pas d'égale, ont dû en marquer plus d'un. Je te souhaite beaucoup de réussite dans ta carrière professionnelle et dans ta vie perso, tu le mérites!

Merci également à l'ensemble de l'équipe du BE : Lilian, François, les différents alternants qui vous ont accompagnés. Merci pour votre sympathie et l'accueil que vous m'avez réservé lors de mon arrivée à Thales.

Merci à Damien, dit Joe la bricole ou le skieur fou ou encore Sébastien Loeb (je crois que Claude continuera longtemps à parler de la montée du col de la République), pour l'ensemble de tes conseils et pour ton dynamisme au quotidien, c'est un vrai plaisir de travailler à tes côtés (je dis ça surtout parce que maintenant tu es mon chef;), je blague).

Merci à Sergio pour les nombreuses heures passées ensemble sur le terrain de squash ou à côté (souvent avec une bière). Merci pour cette passion partagée, désolé si le niveau de tes Padawans ne suit pas toujours.

Merci à Romain de m'avoir fourni le carnet de bord du parfait disciple de Claude. Dommage que je n'ai pas suivi ton dernier conseil, ma date de soutenance n'aurait pas été la même!

Pour terminer je souhaite remercier mon entourage et toutes les personnes qui m'accompagnent au quotidien depuis de longues années. Je sais que vous souffrez en silence particulièrement le week-end lorsque j'ai la lourde tâche de vous servir à boire. Merci donc à mes joyeux lurons de la bande Chambutairoise pour avoir égayé une grande partie de mes sorties nocturnes ... et pas que. Merci pour ces pas de danses enflammés, main dans le dos, ces achats matinaux au marché et surtout les nombreuses vacances passées à vos côtés qui m'ont souvent redonné beaucoup d'énergie. Merci également à la team P avec qui j'ai partagé 5 années de formation inoubliables et avec qui je continue de vivre des moments formidables.

Merci également aux personnes qui m'ont accompagné tout au long de ce parcours et qui aujourd'hui ne font plus partie de ma vie.

Enfin comme la coutume le veut, je tiens à remercier ma famille : Papa, Maman et ma petite Marinette. Je ne vous le dis probablement pas assez souvent mais merci pour les nombreux sacrifices que vous avez consentis afin de m'accompagner lors de ces 8 années d'études. Sans vous rien n'aurait été possible, pour une famille de zinzin comme la nôtre le résultat n'est pas trop mauvais. Merci de m'avoir supporté malgré mon caractère à la noix. Ce manuscrit et ce diplôme sont surtout votre réussite, je vous aime fort.

Ces dernières lignes sont adressées à toi mon "Bibi", comme le dit l'expression : tout vient à point à qui sait attendre. Ces cinq années furent longues et intenses mais quelle récompense de te rencontrer. Avec la fin de cette thèse se ferme une première page qui fût forte en émotion, une nouvelle s'ouvre avec toi qui j'en suis sûr sera magnifique, rendez-vous en 2023.

Résumé

La fabrication additive SLM est une rupture technologique majeure dans le domaine de l'aéronautique. Elle permet d'envisager de nouvelles fonctionnalités tout en assurant un gain de masse bénéfique pour l'impact écologique des aéronefs. Les contraintes en vol des équipements électroniques nécessitent des alliages d'aluminium à haute conductivité thermique et compatible de traitement de surface anti-corrosion. Malheureusement ces besoins ne sont pas en adéquation avec les alliages d'aluminiums disponibles en fabrication additive.

L'objectif global de ces travaux est donc d'appréhender l'édification d'alliage d'aluminium de la série 6XXX par procédé SLM. Deux domaines sont étudiés : le premier plus général qui concerne la compréhension des sources de vieillissement particulière et le second propre à la série qui concerne la caractérisation et l'optimisation de sa microstructure.

Les résultats obtenus montrent que le premier facteur influent sur la coulabilité des poudres est l'humidité rémanente. Elle est également la source principale de porosités sphériques qui agissent directement sur le comportement mécanique des pièces édifiées. L'étuvage des poudres avant fabrication permet de réduire sensiblement son effet sans modifier les propriétés physicochimiques des particules. Concernant la microstructure de l'Al6061, l'ajout d'élément germinant de type Zr annihile le phénomène de fissuration à chaud par réduction de la taille de grains de l'ordre de 200 fois. La modification des paramètres d'édification ne le permet pas. Cette variation microstructurale est finalement exprimée à travers une carte de solidification basée sur le modèle de Rosenthal.

La gestion de la prise d'humidité des poudres est un élément essentiel pour stabiliser et maximiser la performance industrielle du procédé SLM. L'intervalle de solidification élevé de l'Al6061 nécessite l'utilisation d'élément germinant pour pallier au phénomène de fissuration à chaud.

Table des matières

Remerciements	iii
Résumé	vii
Table des matières	ix
Table des figures	xiii
Liste des tableaux	xxv
Nomenclature	xxix
Introduction	xxxiii
1 Étude bibliographique	1
1.1 Introduction	2
1.2 La fabrication additive	2
1.2.1 Historique	2
1.2.1.1 Topographie	2
1.2.1.2 Photoculture	4
1.2.1.3 Développement des techniques modernes de FA	4
1.2.2 Revue des procédés de fabrication additive	8
1.2.3 Avantages et inconvénients des procédés identifiés	9
1.2.3.1 Electron Beam melting	10
1.2.3.2 Selective Laser Melting	11
1.2.3.3 Metal Binder Jetting	14
1.3 Le procédé SLM	17
1.3.1 Introduction	17
1.3.2 Influence des paramètres de la poudre sur la santé matière	18
1.3.2.1 Granulométrie et répartition granulaire	19
1.3.2.2 Morphologie et état de surface particulaire	21
1.3.2.3 Humidité rémanente et oxydation de surface	21
1.3.3 Choix de la paramétrie de mise en oeuvre	23
1.3.3.1 Densification matière fonction des paramètres machines	24
1.3.3.2 Réponse microstructurale à la variation paramétrique	28

1.3.4	Interaction laser/matière	31
1.3.4.1	Absorption, réflexion et radiation de l'émission laser	31
1.3.4.2	Principe des transferts de masse et de chaleur	33
1.3.4.3	Vaporisation, dénudation et éjection de matière	37
1.4	Métallurgie de l'alliage d'aluminium 6061	41
1.4.1	Généralités	41
1.4.2	Traitements thermomécaniques et précipités	41
1.4.3	Fissuration à chaud de l'alliage	45
1.4.3.1	Évolution de la fraction de solide et intervalle de fragilité	45
1.4.3.2	Origine des contraintes inter-granulaires	47
1.4.3.3	Paramètres influant sur la fissuration à chaud	48
1.4.3.4	Critères de fissuration à chaud	50
1.5	Édification des alliages d'aluminium par SLM	53
1.5.1	Généralités	53
1.5.2	Aluminium de fonderie type 4XXX	54
1.5.3	Alliages d'aluminium corroyés et à durcissement structural	59
1.5.3.1	Alliages d'aluminium 7XXX	59
1.5.3.2	Alliages d'aluminium 2XXX	61
1.5.3.3	Alliages d'aluminium 6XXX	63
1.6	Conclusion	66
2	Matériaux et méthodes expérimentales	69
2.1	Caractérisation des poudres	70
2.1.1	Etat de référence particulière	70
2.1.1.1	Granulométrie et morphologie	71
2.1.1.2	Densité apparente	72
2.1.1.3	Densité tassée	73
2.1.1.4	Imagerie MEB et analyse EDX	74
2.1.1.5	Pycnométrie He	75
2.1.2	Analyse rhéologique	75
2.1.2.1	Approche et identification de la méthodologie	75
2.1.2.2	Principe de mesure et interprétation	79
2.1.2.3	Moyen de caractérisation et protocole	83
2.1.3	Mesure des épaisseurs de couches d'oxydes	85
2.1.3.1	Approche et identification de la méthodologie	85
2.1.3.2	Principe de mesure et interprétation	88
2.1.3.3	Moyen de caractérisation	93

2.1.4	Analyse thermogravimétrique couplée à une analyse calorimétrique différentielle à balayage	94
2.1.5	Caractérisation des éléments dégazés ou sublimés lors de l'interaction laser/matière	95
2.1.6	Conditionnement des poudres	95
2.2	Caractérisation des composants édifiés	97
2.2.1	Edification SLM	97
2.2.2	Recherche paramétrique	98
2.2.2.1	Plan d'expérience factoriel complet	100
2.2.2.2	Méthodologie des surfaces de réponses	101
2.2.2.3	Validité du modèle	102
2.2.2.4	Analyse du modèle	102
2.2.2.5	Plan d'étude	102
2.2.3	Mesure de la densité matière	104
2.2.4	Caractérisations microstructurales	106
2.2.4.1	Analyse morphologique du bain de fusion	106
2.2.4.2	Analyse des morphologies et orientations cristallines	107
2.2.4.2.1	Analyse par EBSD : Electron Backscattering Diffraction	107
2.2.4.2.2	Moyen de caractérisation et protocole	108
2.2.4.3	Analyse quantitative de texture	109
2.2.4.3.1	Diffraction aux rayons X	109
2.2.4.3.2	Projection stéréographique et figures de pôles	110
2.2.4.3.3	Moyen de caractérisation	112
2.2.4.4	Caractérisations des phases nanométriques	112
2.2.4.4.1	Microscopie électronique en transmission	113
2.2.4.4.2	Préparation des lames	114
2.2.4.4.3	Moyen de caractérisation	114
2.2.4.5	Corrélation entre la taille de grains et la teneur élémentaire	115

3 Rhéologie et vieillissement des poudres 119

3.1	Introduction	120
3.2	Problématiques	120
3.3	Objectifs	123
3.4	Résultats	124
3.4.1	Etat de référence particulière	124
3.4.1.1	Granulométrie et morphologie	124
3.4.1.2	Densité apparente et tassée	126
3.4.1.3	Pycnométrie à l'Hélium	128

3.4.2	Analyse rhéologique	129
3.4.2.1	Evaluation de la méthodologie	129
3.4.2.2	Influence du stockage	132
3.4.3	Mesure des épaisseurs d'oxydes	134
3.4.3.1	Enceinte climatique	134
3.4.3.2	Etat de référence et étuvage classique	134
3.4.4	Analyse ATG couplée DSC	137
3.4.5	Éléments sublimés lors de l'interaction laser/matière	139
3.5	Discussions	140
3.5.1	Forces prépondérantes sur la coulabilité des poudres	140
3.5.1.0.1	Poudres Fines (-45 μm) / Poudres Grossières (+45 μm -75 μm)	140
3.5.1.0.2	Lots de poudres stockés à la surface et au fond du fût	141
3.5.2	Formation des porosités sphériques	142
3.5.3	Stockage et transport des particules	144
3.6	Conclusion	144
4	Mise en oeuvre par procédé SLM	147
4.1	Introduction	148
4.2	Problématiques	148
4.3	Objectifs	149
4.4	Résultats	150
4.4.1	Analyse microstructurale initiale	150
4.4.1.1	Morphologie granulaire et texturation locale	153
4.4.1.2	Texturation globale et identification des phases	153
4.4.2	Effet de la paramétrie d'édification et des traitements thermiques	159
4.4.2.1	Densité matière	159
4.4.2.1.1	Approche Conventionnelle	159
4.4.2.1.2	Analyse par surface de réponses	163
4.4.2.2	Microstructure locale et globale	170
4.4.3	Ajout d'élément germinant	177
4.4.3.1	Densité matière	178
4.4.3.2	Microstructure locale et globale	178
4.4.3.3	Analyse des précipités intra-cordon	183
4.4.3.4	Corrélation entre la taille de grains et le taux d'élément germinant local	189
4.4.3.5	Corrélation entre la taille de grains et la dureté locale . .	191
4.5	Discussions	192

4.5.1	Al 6061	192
4.5.2	Al 6061 avec ajout de zirconium	195
4.6	Conclusion	198
5	Modélisation analytique du champ de température et corrélation microstructurale	201
5.1	Introduction	202
5.2	Objectifs	202
5.3	Méthode	202
5.3.1	Calcul du champ de température	202
5.3.2	Corrélation microstructurale	205
5.4	Résultats	208
5.4.1	Estimation des conditions de solidification	208
5.4.2	Corrélation entre les conditions de solidification et la microstructure observée	210
5.5	Discussion	215
5.5.1	Variation microstructurale et modèle de CET	215
5.5.2	Cycle de solidification et hypothèses formulées	218
5.5.2.1	Critère surfacique	219
5.5.2.2	Critère morphologique	220
5.6	Conclusion	221
6	Conclusion et perspectives	223
6.1	Conclusion	224
6.2	Perspectives	226
7	Annexes	229
7.1	Annexe 1 : Données XPS et Auger	229
7.2	Annexe 2 : Protocole de polissage métallographique	231
7.3	Annexe 3 : Script Matlab pour corréler l'analyse EBSD aux données EDX	233
7.4	Annexe 4 : Script Matlab pour corréler les données de duretés aux données EBSD	242
7.5	Annexe 5 : Script Matlab pour estimer le champs de température et le corréler aux données EBSD	251
	Bibliographie	291

Table des figures

1	Principe du procédé de Selective Laser Melting (SLM) [1]	xxxiii
2	a) Répartition des causes de pannes des équipements électroniques aéronautiques [2]; b) Sonde AOA réalisée en aluminium 4047 obtenue par SLM traitée OAD après 500h de brouillard salin	xxxv
1.1	Historique des brevets qui ont précédé depuis le XXème siècle la fabrication additive [3]	3
1.2	a) Photosculpture de William Willème [3]; b) Reproduction réalisée dans le cadre des travaux de W.WILLEME [3]	4
1.3	a) Schéma du procédé décrit par Munz [4]; b) Procédé de projection décrit par Ciraud; c) Procédé SLS/SLM de Houssolder [5]	5
1.4	Liste non exhaustive des procédés de fabrication additive [6]	7
1.5	a) Procédé de binder jetting [7]; b) Procédé d'additive micro welding décrit par Teulet [8]	9
1.6	Image par faisceau d'ions à l'interface entre deux feuillards [9]	10
1.7	a) Section longitudinale d'un échantillon d'Al-8.5Fe-1.3V-1.7Si (wt%) édifié par EBM; b) Images en champ clair de particules grossières Al_mFe dans la zone de jonction entre deux cordons et le cliché de diffraction correspondant	12
1.8	Micrographie d'un échantillon en Inconel 635 "as-built" édifié par metal binder jetting [10]	15
1.9	a) Image par microscopie électronique à balayage (SEI) de la surface d'un échantillon en 17-4PH obtenu : a) par procédé SLM, b) par MBJ [11] . . .	16
1.10	Arbre d'Ishikawa du procédé SLM mise au point dans le cadre du projet AMANDE [12]	18
1.11	a) Image par microscopie électronique à balayage (SEI) de poudres de 17-4 PH : a) atomisée au gaz ($D_{50} = 13 \mu\text{m}$) et b) atomisée à l'eau (D_{50} $= 17 \mu\text{m}$) [13]	22
1.12	Voile d'oxyde inter melt-pool observé par micrographie électronique à balayage (SEI) et identifié à partir d'une attaque à l'hydroxyde de sodium d'un échantillon d'aluminium 6061	22

1.13 Répartition schématique des oxydes après solidification du bain de fusion [14]	22
1.14 Paramètres de lasage les plus fréquemment étudiés dans le cadre du procédé SLM	24
1.15 Effet de "balling" observé en fabrication additive SLM [15] [7]	26
1.16 a) Mode "Key Hole" observé en fabrication additive SLM [16]; b) Coupe metallographique d'un cordon unitaire d'acier 316L à P : 150 W, V : 100 mm/S et E_c : 50 μm [17]	26
1.17 a) Variation du taux de porosité en fonction de la densité d'énergie volumique [18]; b) Evolution du taux de porosité en fonction de l'épaisseur de couche [19]	26
1.18 a) Effet du gradient de solidification G et de la vitesse de solidification R sur la taille et la morphologie microstructurale [20]; b) Relation entre la direction de lasage et la normale au front de solidification	29
1.19 a) Croissance colonnaire de la phase d'aluminium cfc α d'un alliage d'aluminium 7075 édifié par SLM [21]; b) Modification de l'orientation et de la taille d'un grain d'un alliage d'aluminium 7050 en fonction de la densité d'énergie [16]	30
1.20 Illustration 2D simplifiée des réflexions multiples du laser dans un lit de poudre [22]	33
1.21 Distribution d'énergie pour une soucre laser de 1000 W et d'un rayon de spot de 1 mm [7]	34
1.22 Variation de l'effet de convection de Marangoni en fonction de la largeur du diamètre de spot laser [23]	35
1.23 Variation de la forme du bain fondu en fonction de l'indicateur de Peclet [7]	36
1.24 Effet des tensions de surface interfaciales : a) $\theta > 90^\circ$ pas de mouillage, b) $\theta < 90^\circ$ mouillage entre le cordon et le substrat [24]	36
1.25 a) Représentation schématique de la projection de particules sous l'effet de la dépression formée par le flux de vapeur métallique; b) Répartition granulaire des particules en fonction de leur vitesse d'éjection [25]	38
1.26 a) Projections de particules lors de la mise en oeuvre par SLM d'un acier 316L : a) P = 150 W, V = 0.5 m/s, b) P = 200 W, V = 1.5 m/s [25]	39
1.27 a) Variation de la zone de dénudation (DZ) en fonction de la puissance laser et de la pression atmosphérique pour un alliage de titane TA6V; b) Micrographie optique de la zone de dénudation après lasage en fonction de la pression atmosphérique (torr) (P = 225 W, V = 4.4 m/s) [26]	40
1.28 Cycle de traitements thermomécaniques appliqués à l'alliage 6061 standard	42
1.29 Diagramme de phase Al- Mg_2Si et ternaire Al-Mg-Si [27]	42
1.30 Phase β'' suivant les directions $\langle 100 \rangle$ de l'aluminium [28]	44

1.31	a) Schéma représentant l'évolution de la résistance mécanique de l'alliage en fonction de la séquence de précipitation β [29]; b) Variation des propriétés mécaniques de l'alliage 6061 en fonction des conditions de revenu [30]	46
1.32	a) Evolution de la ductilité de l'alliage 6061 en fonction de la fraction de solide [31]; b) Variation de la fraction de solide dans le bain de fusion [27]	47
1.33	Microstructure lors de la solidification fonction de la courbe en lambda de susceptibilité	49
1.34	Influence de la mouillabilité des grains sur la morphologie en fin de solidification	50
1.35	Formation schématisée de la fissuration à chaud inter-dendritique à croissance unidirectionnelle fonction de la concentration de contraintes localisées et de la pression dans le liquide [32]	52
1.36	Microscopie optique d'un échantillon d'AlSi7Mg0.3 tronçonné dans a) le plan parallèle et b) perpendiculaire au plateau de fabrication après attaque au réactif de Keller [33]	54
1.37	Microscopie optique révélée au réactif de Keller d'un échantillon d'AlSi10Mg édifié par SLM et découpé dans le plan parallèle au plateau de fabrication; les zones d'analyses A-B-C sont indiquées sur l'image mesoscopique [34]	55
1.38	Cartographies EBSD d'un échantillon d'aluminium AlSi10Mg édifié par SLM et tronçonné dans les plans parallèles et orthogonaux à la direction de construction [34]; Les directions de lasage et d'édification sont indiquées sur les cartographies	56
1.39	a) Evolution de la résistance mécanique et de la limite d'élasticité d'un alliage d'aluminium AlSi7Mg0.3 édifié par SLM en fonction de l'orientation de fabrication et de la température de revenu appliquée pendant 5h [33]; Orientation horizontale 90°; Orientation verticale parallèle à la direction de construction 0° b) Evolution de la résistance mécanique et de la limite d'élasticité d'un alliage d'aluminium AlSi7Mg0.6 édifié par SLM en fonction de l'orientation de fabrication et des conditions de traitements thermiques; Orientation horizontale H; Orientation verticale parallèle à la direction de construction V; Refroidissement à l'air AC [35]	57
1.40	Imagerie MEB par détection des électrons secondaires d'un échantillon d'AlSi7Mg0.6 tronçonné dans les plans parallèles et orthogonaux à la direction de construction; La ligne supérieure des images correspond à la vue verticale et celle inférieure à la vue horizontale; Images a) et d) échantillon brut; Images b) et e) échantillon ayant subi un revenu à 160°C pendant 8h; Images c) et f) échantillon détensionné 2h à 300°C [35] . . .	58
1.41	Enthalpie de rupture du réseau de silicium en fonction de la densité d'énergie apportée par le laser (ψ) et de la température de préchauffage du plateau [36]	58

1.42	Images par électrons secondaires de la microstructure cellulaire d'un alliage d'aluminium 7050 édifié par SLM en fonction des différentes conditions de solidifications dans le cordon formé [16]	59
1.43	Cartographie EBSD d'un alliage 7050 en fonction des deux modes de transfert de chaleur : a) Conductif, c) Keyhole; Cartographie des desorientations granulaires en fonction des deux modes de transfert de chaleur : b) Conductif; d) Keyhole [16]	60
1.44	Microstructure d'un alliage d'aluminium 7075 enrichi avec 4 wt% de silicium analysé par : a) microscopie optique, b) EBSD ; c) Représentation schématique de la morphologie granulaire radiale obtenue après ajout de silicium [21]	61
1.45	a) Microscopie EBSD d'un alliage d'aluminium 2000 édifié par SLM et observé dans le plan vertical [37] ; b) Microscopie par électrons secondaires d'échantillons d'Al-Cu-Mg observés dans les plan verticaux (images c et d) et horizontaux (images a et b) [38]	62
1.46	a) Effet de la vitesse de lasage et de l'écart vecteur sur la densité matière à puissance constante de 200 W et épaisseur de couche de 40 μm ; b) Variation de la densité matière en fonction de la densité d'énergie calculée en intégrant l'écart vecteur [39]	63
1.47	Cartographie EBSD d'un échantillon d'Al-Cu-Mg enrichi avec 2 wt% en zirconium édifié par SLM à vitesse constante de 5 m/min[38]	63
1.48	Microstructure d'échantillons d'Al-6061 édifiés par SLM observés par microscope optique : a) et b) dans le plan horizontale, c) et d) dans le plan vertical [40]	64
1.49	Microstructure d'échantillons d'Al-6061 édifiés par SLM avec préchauffage du plateau à 500 °C (observés par microscope optique dans le plan vertical) [40]	64
1.50	Image par électrons secondaires des dispersoïdes grossiers d'Al-Si-0 non cohérents avec la matrice [40]	65
1.51	Propriétés mécaniques d'Al6061 obtenu par procédé SLM avec et sans préchauffage du plateau à 500 °C comparées à l'aluminium 6061 corroyé à l'état 0 et T6 [40]	66
2.1	a) Dépôts d'échantillons de poudre sur le module de dissociation et de projection ; b) Morphogranulomètre Occhio nano 500XY	72
2.2	Schéma explicatif pour le calcul de l'indice de sphéricité d'Occhio Bluntness et représentations des différentes valeurs de l'indice [41]	73
2.3	Compacteur Autotap de la société Quatachrome Technology	73
2.4	Principe de l'émission de rayon X lors de l'interaction entre un atome et un faisceau d'électron [42]	74
2.5	Principe de fonctionnement de la mesure de densité par pycnométrie [43]	75
2.6	Classification des angles caractéristiques des poudres proposée par Marjorie Jacquelin [44]	78

2.7	Représentation du calcul d'angle d'avalanche [45]	79
2.8	Comparaison entre la mesure de Jenike et le mode de mise en couche des machines ProX200 de la société 3D-Systems	79
2.9	Cellule de cisaillement génératrice d'un plan de décrochage lors de l'essai de Jenike	80
2.10	Etapes d'un test de cisaillement et détermination des points du lieu cinématique de rupture	80
2.11	Diagramme (σ_c, τ_c) , lieu d'écoulement et cercles de Mohr [46]	81
2.12	Schéma explicatif pour le calcul de la position de σ_1	82
2.13	Classification des capacités d'écoulement selon les valeurs de la fonction d'écoulement [47]	83
2.14	Processus d'excitation et d'émission d'électrons Auger [48]	86
2.15	Spectre auger en mode comptage à gauche et en mode "dérivée" à droite [48]	86
2.16	Principe de la spectroscopie de photoélectrons par irradiation de photons X (XPS) [49]	89
2.17	Spectre XPS obtenu à partir de la poudre d'Al6061 étuvée 23h à 80°C	90
2.18	Schéma de superposition des couches 1-2 pour l'application du modèle de Shard.	92
2.19	Instrument de mesure Thermo VG Thetatrop du département MPI (Mécanique Physique et Interfaces) utilisé pour les caractérisations par spectroscopie Auger et spectroscopie XPS	93
2.20	Banc 3D instrumenté utilisé pour la mesure de la composition chimique de la fumée dégagée lors de l'interaction laser/matière	94
2.21	Diagramme psychrométrique à une pression atmosphérique de 1013 hPa [50]	96
2.22	Machine d'impression 3D SLM ProX200 de la société 3D-Systems	97
2.23	Variable morphologique d'une section de cordon	99
2.24	Mesure de parallélisme entre le plateau de fabrication et le rouleau de mise en couche ; a) Montage de la mesure, b) Résultats obtenus	100
2.25	Plan d'expérience factoriel complet initial effectué pour 3 écarts vecteurs ; 70 μm , 100 μm , 130 μm (Ep couche = 30 μm)	103
2.26	Estimation du taux de porosité à partir de l'analyse d'images par ImageJ ; Critère de circularité appliqué : 0.3	105
2.27	Dimensions caractéristiques d'un cordon de lasage mesurées au microscope optique après une attaque au réactif de Keller	106
2.28	Représentation schématique du fonctionnement d'une analyse EBSD, de l'interaction avec le substrat à l'interprétation des bandes de Kikuchi	108
2.29	a) Diffraction des rayons X sur un cristal d'après la loi de Bragg, b) Illustration des conditions de diffraction en fonction de différentes orientations granulaires, ici seuls les grains n°1 sont diffractants [51]	110

2.30	a) Principe d'interaction lors de la diffraction aux rayons X et de la détermination de la figure de pôle d'un échantillon anisotrope [51], b) Axes de rotation goniométriques	111
2.31	Projection stéréographique pour la construction de figures de pôles	112
2.32	Principe de la microscopie électronique en transmission [52]	113
2.33	a) Identification de la zone de prélèvement par contraste cristallin; b) Dépôt d'une couche protectrice de Pt moins sensible aux ions; c) Découpe par faisceau ionique; d) Extraction de l'échantillon découpé à l'aide d'une pointe en W; e) Brasage de l'échantillon sur une grille en Cu; f) Amincissement de la lame	115
2.34	Corrélation entre les informations EBSD et EDX; a) Les données EBSD fournissent pour chaque grain une position et une surface; b) Une teneur élémentaire est ensuite associée à partir des niveaux de rouge des 8 pixels voisins obtenus par analyse EDX	116
3.1	Evolution du taux de porosité mesuré par analyse d'images en fonction du nombre de recyclages de la poudre d'aluminium AlSi7Mg0.6 [53]	121
3.2	a) Microscopie optique dans le plan longitudinal d'un échantillon d'AlSi7Mg0.6 édifié : a) avec une poudre "neuve", b) avec une poudre recyclée 9 fois	121
3.3	Microscopie optique d'un échantillon d'Al6061 a) brut de fabrication et b) traité T6, édifié avec une poudre non recyclée, observé dans le plan longitudinal	122
3.4	Excroissance surfacique observée après traitement de mise en solution T6 d'échantillons d'AlSi7Mg0.6	122
3.5	Granulométrie volumique mesurée à la surface et au fond du fût	123
3.6	a) Répartitions granulaires volumiques mesurées à la surface et au fond du fût; b) Répartitions granulaires en nombre mesurées à la surface et au fond du fût	124
3.7	Images par microscopie à balayage en contraste topographique de la poudre prélevée : a) en haut et b) au fond du fût	125
3.8	Images par microscopie à balayage en contraste topographique de la poudre stockée en haut du fût : a) à l'état brut puis b) étuvée 6 h à 80 °C	126
3.9	Lieux de rupture et données de mesures des lots de poudres "-45µm" et "+45-75µm" bruts et étuvés : a) campagne d'essais 1 et b) campagne d'essais 2	130
3.10	Positionnement dans le repère de Jenike des contraintes principales de cohésion et de consolidation des lots de poudres "-45µm" et "+45-75µm" bruts et étuvés, obtenus lors des campagnes d'essais 1 et 2	131
3.11	Etat particulière après le cycle de mesure au rhéomètre FT4 des lots de poudres a) "+45-75µm" et b) "-45µm"	131

3.12	Positionnement dans le repère de Jenike des contraintes principales de cohésion et de consolidation des lots de poudres "haut et "bas"	133
3.13	Évolutions des épaisseurs d'oxydes de MgO et d' Al_2O_3 obtenues par spectroscopie XPS suivant les trois transitions Mg1S, Mg2s, Mg2p : a) Hypothèse 1, b) Hypothèse 2	135
3.14	Variation des épaisseurs d'oxydes de MgO et d' Al_2O_3 mesurées par XPS en fonction des conditions d'exposition en enceinte climatique	136
3.15	Variation des épaisseurs d'oxydes de MgO et d' Al_2O_3 calculées par XPS et Auger	137
3.16	Mesures ATG couplées DSC de poudres d'Al6061 à l'état brut	137
3.17	Perte de masse mesurée par ATG entre la poudre brute et étuvée à 80 °C pendant 23 h	138
3.18	Représentation schématique de la méthodologie de mesure de la composition chimique des fumées dégagées et graphe caractéristique obtenu après chaque campagne de tirs	139
3.19	Variations de l'intensité du dihydrogène dans les fumées dégagées mesurées par spectromètre IR pour des poudres a) bruts et b) étuvées . .	140
3.20	Comportement rhéologique des différents lots de poudres analysés au cours de cette étude	143
4.1	Micrographie optique et par microscope à balayage du gradient de microstructure observée sur un alliage d'aluminium AS10 [54]	149
4.2	Analyse au microscope optique après polissage de premiers échantillons d'Al6061 édifiés par SLM	150
4.3	a) Section d'Al6061 dans le plan (XZ) après attaque au réactif de Keller ; Images à plus fort grossissement : b) dans le plans (XZ) et c) dans le plan (XY)	151
4.4	Représentation 3D en contraste de bande des zones analysées par EBSD .	152
4.5	Cartographie EBSD dans le plan (XZ) d'un échantillon d'Al6061 édifié avec la paramétrie optimale 4.4.1 ; a) Figure en contraste de bande avec en b) les joints de grains en noir (désorientation >15°) et la sous-structure en rouge (désorientation <5°) ; Figures c), d), e) distribution des plans hkl // aux directions principales d'édification respectivement X (direction du laser), Y (direction d'édification) et Z (direction de décalage laser dans le plan d'édification) ; f) Code couleur en fonction des plans principaux de la structure c.f.c	154
4.6	a) Cartographie EBSD macroscopique avec les droites de désorientation ; b) Cartographie projetée dans le repère d'euler ; c), d) Profils de désorientation dans les directions X et Y	155
4.7	Cartographie EBSD dans le plan (XY) (Paramètres de fabrication 4.4.1) ; a) Figure en contraste de bande avec délimitation des grains pour une désorientation supérieure à 15° ; Figures b), c), d) distribution des plans hkl// aux directions principales d'édification respectivement X, Y et Z .	156

4.8	a) Spectre DRX d'un échantillon d'Al6061 dont la paramétrie de fabrication est la suivante $P = 285 \text{ W}$, $V = 2100 \text{ mm/s}$, $E_v = 70 \text{ }\mu\text{m}$; b) Figures de pôles directes des plans (hkl) : (111), (200), (220), (311) . . .	157
4.9	Microstructure locale et globale de l'Al6061 édifiée par SLM avec une paramétrie de lasage standard optimisée en fonction de la densité matière	158
4.10	Variation de la densité matière en fonction de la puissance laser et de la vitesse d'avance pour 3 écarts vecteurs : a) $E_v = 70 \text{ }\mu\text{m}$, b) $E_v = 100 \text{ }\mu\text{m}$, c) $E_v = 100 \text{ }\mu\text{m}$	160
4.11	Variation de la densité matière avec $E_v = 70 \text{ }\mu\text{m}$	161
4.12	a) Corrélacion entre la variation de densité totale et le taux de de porosités pour $P = 285 \text{ W}$; b) Variation de taux de fissuration $P = 285 \text{ W}$	162
4.13	Diagramme de Parreto en fonction des niveaux de a) Densité matière, b) Porosités et c) Fissures pour le sous-plan factoriel 1	164
4.14	a) Diagramme des valeurs ajustées par rapport aux valeurs expérimentales; b) Matrice d'interaction du plan factoriel P1	166
4.15	Variation du taux de porosité pour deux densités d'énergie : a) $DeV = 45 \text{ J/mm}^3$, b) $DeV = 75 \text{ J/mm}^3$, en fonction de la puissance et de l'écart vecteur	167
4.16	Variation du taux de porosité en fonction de la puissance et de la densité d'énergie pour $E_v = 70 \text{ }\mu\text{m}$	168
4.17	Répartition des modes de transfert de chaleur dans le domaine d'étude .	169
4.18	a) Cartographie au microscope optique d'un échantillon édifié en mode "Key Hole" dans le plan perpendiculaire au plateau support; b) Code couleur, fonction des plans principaux de la structure c.f.c, utilisé pour les images IPF; c) Cliché EBSD dans le repère d'Euler correspondant à l'échantillon dans la zone à proximité du plateau; d) Distribution des plans (hkl) parallèles à la direction d'édification	171
4.19	a) Analyse au microscope optique d'un échantillon pré-lasé observé dans le plan perpendiculaire au plateau support; b) Code couleur, fonction des plans principaux de la structure c.f.c, utilisé pour l'IPF; c) Cliché EBSD en contraste de bande (joints de grains définis pour une désorientation $>15^\circ$ et une sous-structure $<5^\circ$); d) Distribution des plans (hkl) parallèles à la direction d'édification	173
4.20	a) Illustration de la stratégie de lasage hexagonale; b) Figures de pôles directes des plans (hkl) : (111), (200), (220), (311) obtenue à partir d'un échantillon édifié avec la stratégie de lasage correspondante	174
4.21	Evolution des microstructures d'Al6061 après traitement thermique; Figures dans le plan (XY) obtenue par cartographie EBSD et en contraste de bande; Figures dans le plan (XZ) obtenues par cartographie EBSD dans le repère eulérien et par figure de pole inverse	176
4.22	Diagramme de phase Al-Zr [55]	177

4.23	a) Variation de la densité matière en fonction des 3 mélanges d'Al6061-Zr et de 3 niveaux de vitesses; b) Variation du taux de porosité et de fissures en fonction de la quantité de Zr ajoutée ($P = 285$ W, $V = 1800$ mm/s, $E_v = 70\mu\text{m}$); c) Imagerie au microscope optique dans le plan (XZ)	179
4.24	Cartographie EBSD-Euler dans le plan (XZ) en fonction du taux massique de Zr ajouté à l'alliage de référence par agitateur tridimensionnel : a) Al6061 brut, b) 1wt%, c) 2wt%, d) 5wt%	180
4.25	a) Variation de la morphologie, de la taille de grains et de la distribution des plans (hkl)// à la direction d'édification, révélé par cartographie EBSD dans le plan (XZ) pour un taux massique de Zr de 5wt%; b) Profil de désorientation dans la direction d'édification; c) Figure de pôle directe du plan (200) pour une stratégie de lasage en allé/retour ($P = 285$ W, $V = 1800$ mm/s; $E_v = 70\mu\text{m}$)	181
4.26	Distribution des plans (hkl)// à la direction d'édification observée dans le plan (XZ) en fonction du taux massique de Zr ajouté : a) Al6061 brut, b) 1wt%, c) 2wt%, d) 5wt%	182
4.27	Visualisation par microscopie électronique en transmission en champ clair des lames E (figure a) et C (figures b); c) Localisation des lames par rapport au gradient de morphologie granulaire dans le plan (XZ); d) Représentation schématique de cette variation à l'échelle du cordon	184
4.28	a) Récapitulatif et comparatif des moyennes des quantifications chimiques effectuées sur les différents types de précipités identifiés lame C, figures b) et c) précipités intergranulaires et intragranulaires utilisés pour la quantification; d) Récapitulatif et comparatif des moyennes des quantifications chimiques effectuées sur les différents types de précipités identifiés lame E, figures e) et f) précipités intergranulaires et intragranulaires utilisés pour la quantification	185
4.29	Précipités P63/mmc d' Al_2Zr observés au MET au coeur du cordon : a) figure de diffraction, b) figure en champ sombre et c) comparaison entre les mesures expérimentales et les données théoriques; Précipités P63/mmc d' $Al_{81}Fe_{23}Si_{15}$ observés au MET au coeur du cordon : d) figure de diffraction, e) figure en champ sombre et f) comparaison entre les mesures expérimentales et les données théoriques	187
4.30	Précipités P63/mmc d' Al_3Zr_5 observés au MET au front de solidification : a) figure de diffraction, b) figure en champ sombre et c) comparaison entre les mesures expérimentales et les données théoriques; Précipités cmcm d' $Al_2Fe_3Si_4$ observés au MET au front de solidification : d) figure de diffraction, e) figure en champ sombre et f) comparaison entre les mesures expérimentales et les données théoriques	188
4.31	a) Cartographie EBSD-Euler associée à la cartographie EDX fonction du taux de zirconium pour les 3 mélanges d'Al6061/Zr; b) Tracés des surfaces de grains fonction des taux de zirconium associés	190

4.32	a) Imagerie au microscope électronique à balayage de la zone de nano-indentation; b) Cartographie EBSD-Euler de la zone nano-indentée; c) Représentation des valeurs de dureté en fonction de la position des indentations	191
4.33	Corrélation entre la dureté locale mesurée par nano-indentation et la surface moyenne des grains voisins à +/-2 μ m	192
4.34	Texture d'un alliage d'aluminium AS10 édifié avec une stratégie de lasage en aller-retour sans rotation à 90° entre les couches [34]	194
4.35	a) Courbe de solidification de l'Al7075 et AS10; b) Représentation schématique de l'impact d'un large intervalle de solidification sur la morphologie des dendrites et donc sur la sensibilité à la fissuration à chaud [56]	195
4.36	Courbe de solidification de l'Al6061 et l'Al6061+2wt% de Zr	196
5.1	Positionnement du front de solidification par rapport à l'axe central du spot laser	203
5.2	Corrélation entre les données théoriques du champ de température obtenues à partir du modèle de Rosenthal et les données expérimentales obtenues par microscopie électronique à balayage	205
5.3	Positionnement et superposition du modèle théorique par rapport au cordon visualisé	206
5.4	Exclusion des zones de recouvrement des données corrélées	207
5.5	Détermination des niveaux de classification granulaire en fonction des divers positions dans les cordons solidifiés	208
5.6	Variations des conditions de solidification données par le modèle de Rosenthal dans le plan YZ du cordon solidifié	209
5.7	Positionnement des plans YZ par rapport au front de solidification	209
5.8	Tracé dans l'espace vitesse d'avance du front, gradient thermique de a) la surface des grains et b) le ratio d'aspect	211
5.9	a) Positionnement des niveaux de classification surfacique dans un cordon type, b) Positionnement des niveaux de classification par ratio d'aspect dans un cordon type	212
5.10	Évolution du ratio d'aspect en fonction a) de la surface des grains et b) du taux de Zr	214
5.11	a) Corrélation entre le taux de Zr, la vitesse de solidification et la classification surfacique; b) Corrélation entre le taux de Zr, le gradient thermique et la classification surfacique	215
5.12	a) Représentation schématique d'un lingot en cours de solidification [57]; b) Coupe transversale d'un cordon de TA6V édifié par DED [58]	216
5.13	Carte de solidification du superalliage CMSX-4 édifié par DED obtenue par corrélation entre le modèle de Rosenthal et le modèle de Hunt initial et étendu	217

5.14	Evolution du critère de CET en fonction de R et G pour un alliage d'aluminium Al-3wt%Cu, $\Delta K_N=0.75$ K, Le nombre N (cm-3) de germes varient de 1 à 100000	219
7.1	Données d'entrées des calculs d'épaisseur d'oxydes par XPS	229
7.2	Données d'entrées des calculs d'épaisseur d'oxydes par spectroscopie Auger230	
7.3	Récapitulatif des valeurs d'épaisseur d'oxydes calculées par spectroscopie XPS et Auger	230
7.4	Protocole de polissage des échantillons d'Al6061 obtenu par fabrication additive SLM 1/2	231
7.5	Protocole de polissage des échantillons d'Al6061 obtenu par fabrication additive SLM 2/2	232

Liste des tableaux

1	Caractéristiques mécaniques et thermiques principales des alliages d'aluminium 4047 et 6061 à l'état T6	xxxv
1.1	Valeurs de productivité du procédé SLM en fonction du matériau édifié et des paramètres de fabrication	13
1.2	Comparatif des procédés de fabrication additive métallique les plus adaptés à la mise en oeuvre d'équipements électroniques dédiés à l'aéronautique	17
1.3	Facteurs primaires des poudres métalliques dédiées au procédé SLM [59] .	19
1.4	Direction de croissances préférentielles pour des matériaux polycristallins	30
1.5	Caractéristiques de l'absorptivité de l'émission laser Nd :YAG ($\lambda = 1.06 \mu\text{m}$) et CO2 ($\lambda = 10.6 \mu\text{m}$)[60] [61]	32
1.6	Caractéristiques mécaniques et physiques de l'alliage 6061 T6 laminé (0,4 à 12,5 mm)[62]	41
2.1	Granulométrie de la poudre de référence d'aluminium 6061, d'après Hermillon, caractérisée par granulomètre laser MALVERN	71
2.2	Composition chimique de la poudre d'Al6061 d'après <i>Hermillon</i> caractérisée par spectrométrie à plasma à couplage inductif	71
2.3	Interprétation de l'indice de compressibilité d'Hausner	77
2.4	Interprétation du facteur de compressibilité de Carr	77
2.5	Coulabilité des poudres en fonction de la valeur de l'angle d'avalanche . .	77
2.6	Protocole de mesure de la fonction d'écoulement des poudres caractérisées au rhéomètre FT4 suivant la méthode de Jenike	84
2.7	Caractéristiques fournies par 3D-Systems du faisceau laser utilisé dans le cadre de cette étude	98
3.1	Mesures de densité apparente de la poudre d'Al6061 et stockée à la surface d'un fût de 20L	126
3.2	Mesures de densité apparente de la poudre d'Al6061 et stockée au fond d'un fût de 20L	127

3.3	Mesures de densité tassée de la poudre d'Al6061 stockée à la surface d'un fût de 20L	127
3.4	Mesures de densité tassée de la poudre d'Al6061 stockée au fond d'un fût de 20L	127
3.5	Calcul du rapport d'Hausner et de l'indice de Carr pour les deux lots étudiés	128
3.6	Mesure des densités réelles par pycnométrie Helium des particules stockées au fond et à la surface du fût de 20L	128
3.7	Lieux de rupture et données de mesures des lots de poudres "haut" et "bas" à l'état brut	132
3.8	Lieux de rupture et données de mesures du lot de poudre "haut" étuvé 6h et 23h à 80°C	132
5.1	Caractéristiques physiques de l'Al6061 utilisées pour le calcul du champ de température	204
5.2	Critères et niveaux de classification des grains	207

Nomenclature

Symboles	Propriétés	Unités
A	Absorbance	-
A%	Allongement à la rupture	%
α	Diffusivité thermique	m^2/s
α'	Phase cristallographique α martensitique hexagonale	-
β''	Phase cristallographique metastable de Mg-Si	-
β'	Phase cristallographique hexagonale de type P63/m de Mg-Si	-
β -Mg ₂ Si	Phase cristallographique cubique à faces centrées	-
BN	Indice de cohésion granulaire	-
C	Chaleur spécifique massique	J/Kg.K
Cp	Capacité calorifique	J/K
d	Epaisseur de couches	μm
Dev	Densité d'énergie volumique	J/mm^3
Ds	Diamètre spot laser	μm
δT	Sous-fusion	-
η_d	Viscosité dynamique	Pa.s
η	Coefficient d'absorption du substrat	m^{-1}
E	Module de Young	Gpa
Ec	Epaisseur de couches	μm
Ev	Ecart vecteur	μm
fc	Contrainte maximale libre	kPa
ff_c	Fonction d'écoulement	-
Fg	Forces gravitationnelles	N
Fi	Force d'attraction de Van Der Waals	N
G	Gradient thermique	K/m
H	Hauteur totale du bain = Hf + pf	μm
HCS	Indice de criquabilité du modèle de Clyne et Davies	-
hf	Hauteur du bain	μm
HR	Indice d'Hausner	-
% HR	Humidité Relative	%

IC	Indice de Carr	-
J_i	Taux de vaporisation d'un élément i	-
K	Conductivité thermique	W/m.K
λ	Longueur d'onde laser	nm
λ_{EA}	Libre parcours moyen	-
lf	Largeur du bain	μm
lth	Largeur de la zone affectée thermiquement	μm
N	Nombre d'atomes Photoionisés par unité de volume	-
OB	Indice de sphéricité d'Occhio Bluntness	-
P	Puissance laser	W
p	Ecart type - Méthode des surfaces de réponses	-
Pc	Pression de cavitation	Pa
Pe	Indicateur de Peclet	-
Pm	Pression métallostatique	Pa
pf	Profondeur du bain	μm
Pr	Indicateur de Prandtl	-
pth	Profondeur de la zone affectée thermiquement	μm
ρ_{ap}	Masse volumique apparente	g/cm^3
ρ_t	Masse Volumique tassée	g/cm^3
R^2	Facteur de représentativité de l'essai - Méthode de Jenike	-
R	Vitesse d'avance du front de solidification	mm/s
Ra	Profondeur moyenne de rugosité	μm
Rm	Resistance maximale à la rupture	MPa
Rp0,2	Limite d'élasticité à 0,2% de la déformation	MPa
Rt	Hauteur totale du profil de rugosité	μm
S	Saturation du liant (procédé MBJ)	-
σ	Section efficace de Photoionisation	-
σ_c	Charge normale de consolidation	kPa
σ_1	Contrainte maximale consolidée	kPa
T_0	Température initiale du substrat	K
τ_M	Effet de Marangoni	-
TdS ($d\gamma/dT$)	Tension de Surface	-
τ_s	Contrainte de cisaillement	kPa
V	Vitesse de balayage	mm/s
Vatr	Volume de porosité	mL
ε_r	Résistivité électrique	Ohm/m
Zr	Longueur de Rayleigh	μm
1/2L	Demi-largeur d'un cordon	μm

Abréviations	Significations
AES	Analyse par spectroscopie des électrons Auger
AMANDE	Additive manufacturing for AdvaNced Design for aEronautics
AMW	Additive Micro Welding
AOA	Angle of Attack
ATG	Analyse Thermogravimétrique
CETIM	Centre Technique des Industries Mécaniques
CIC	Compression Isostatique à Chaud
DED	Direct Energy Deposition
DGAC	Direction Générale de l'Aviation Civile
DRX	Diffraction aux rayons X
DSC	Analyse calorimétrique différentielle à balayage
EBM	Electron Beam Melting
EDX	Analyse dispersive en énergie
FA	Fabrication Additive
FIB	Faisceau d'ions focalisé
HIP	Compression Isostatique à Chaud
HSE	Hygiène Sécurité Environnement
IPF	Figure de pôle inverse
L	Laser
LBM	Laser Beam Melting
MBJ	Metal Binder Jetting
MEB	Microscope électronique à balayage
MET	Microscope électronique en transmission
MO	Microscope Optique
OAD	Oxydation Anodique Dure
PBF	Powder Bed Fusion
POP	Plaster Of Paris
RDG	Rappaz, Drezet et Gremaud
SE	Electrons secondaires
SLM	Selective Laser Melting
SLS	Selective Laser Sintering
UAM	Ultrasonic Additive Manufacturing
V.d.W	Van der Waals
XPS	Spectrométrie photoélectronique X

Introduction

L'émergence de la fabrication additive (FA) en tant que procédé industriel est l'une des plus importantes ruptures technologiques pour la fabrication et la conception de pièces aéronautiques et plus généralement de pièces métalliques complexes des dernières décennies. La fabrication additive est définie en trois familles de procédés : les procédés à base de liquide, de solide (fils) et de poudres. Les procédés à base de poudres sont ceux sur lesquels les sociétés de l'aéronautique ont le plus investigué. Le plus courant est le procédé de Selective Laser Melting : SLM ou encore noté Laser Beam Melting : LBM. (figure 1).

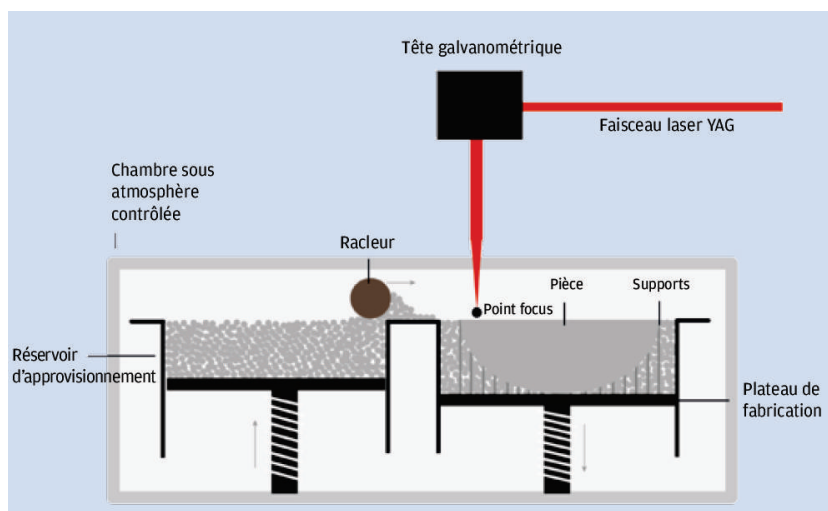


FIGURE 1 – Principe du procédé de Selective Laser Melting (SLM) [1]

L'une des raisons principales de ce choix technologique est son fonctionnement à partir de « lit de poudre ». Cette méthodologie de construction a l'avantage par rapport à la projection d'avoir une discrétisation dimensionnelle plus fine et un état de surface optimisé, du fait notamment de la finesse des couches de poudre ($\pm 50\mu\text{m}$ de tolérancement linéaire). Ce procédé à l'opposé de la mise en forme traditionnelle par enlèvement de matière (usinage), est défini comme la fabrication d'un modèle 3D par ajout de matière. Les contraintes de fabrication sont donc différentes et de nombreux avantages existent.

La liberté de design est totale à condition que la poudre puisse être évacuée et que les zones en contre-dépouille soient supportées. Cette liberté de conception permet de réduire, grâce à l'optimisation topologique, la masse des pièces embarquées ou d'améliorer les performances fonctionnelles des systèmes mécaniques. Dans le cas des assemblages, il est également possible de réduire grandement le nombre de pièces rapportées et donc le nombre d'étapes de fabrication. Le laps de temps entre le modèle 3D et la pièce finie est raccourci ce qui facilite la personnalisation ou la modification d'une série de pièces sans engendrer des coûts supplémentaires élevés.

Cependant de nombreux verrous technologiques doivent être encore levés, notamment sur les paramètres et le contrôle du procédé, la normalisation, standardisation et l'optimisation de la productivité des machines d'édification, qui limitent encore ce procédé à du prototypage ou à la fabrication de petites séries pour des produits à forte valeur ajoutée. La plage de matériaux disponible reste encore restreinte à des alliages courants et notamment sur les alliages d'aluminium. La mise en oeuvre de base pauvre en éléments germinant ou pauvre en éléments limitant la coalescence de la phase alpha reste difficile (2XXX, 7XXX, 5XXX, 6XXX).

Par conséquent les alliages d'aluminium les plus répandus pour l'utilisation du procédé SLM sont les Aluminium-Silicium de fonderie du fait de la formation de l'eutectique Al/Si [63]. En effet la microstructure de ces alliages est composée d'une phase d'aluminium primaire et d'un eutectique, ou d'un composé silicium/eutectique. Grâce à la formation de cette phase secondaire, les contraintes résiduelles intergranulaires sources de la fissuration à chaud sont réduites. La phase d'aluminium primaire se trouve ainsi "décorée" par l'eutectique secondaire, la taille de grains est réduite ce qui favorise également la tenue mécanique de ces alliages. Le Silicium à d'autres atouts et notamment lors de l'interaction laser/matière, il permet d'augmenter l'absorption de l'émission laser et de réduire le retrait lors du changement de phase solide/liquide, plus communément appelé "shrinkage", lors de la solidification rapide [21]. Les autres séries d'alliage d'aluminium pauvre en Si sont assujettis au verrou majeur des procédés de solidification rapide : la fissuration à chaud.

D'un point de vue industriel, les alliages d'aluminium sont très répandus pour la conception d'équipements électroniques pour l'aéronautique et représentent près de 42 % des produits vendus par Thales, soit environ 50 % de part du chiffre d'affaires. Les raisons principales d'un tel déploiement sont bien sûr la faible masse volumique de ces alliages mais aussi leur haute conductivité thermique. Comme cité par R.Hodot [2], la conductivité thermique est ainsi devenue le second facteur prépondérant pour le dimensionnement des systèmes de packaging des cartes électroniques ou de sondes. Les raisons de ce besoin sont la complexification et la densification des équipements électroniques, se traduisant par une forte augmentation de la puissance dissipée et du flux de chaleur pour un même équipement. La contrainte thermique est devenue d'ailleurs la première source de panne des composants électriques (figure 2.a).

Dans les familles des alliages d'aluminium (fonderie et corroyage) les nuances les

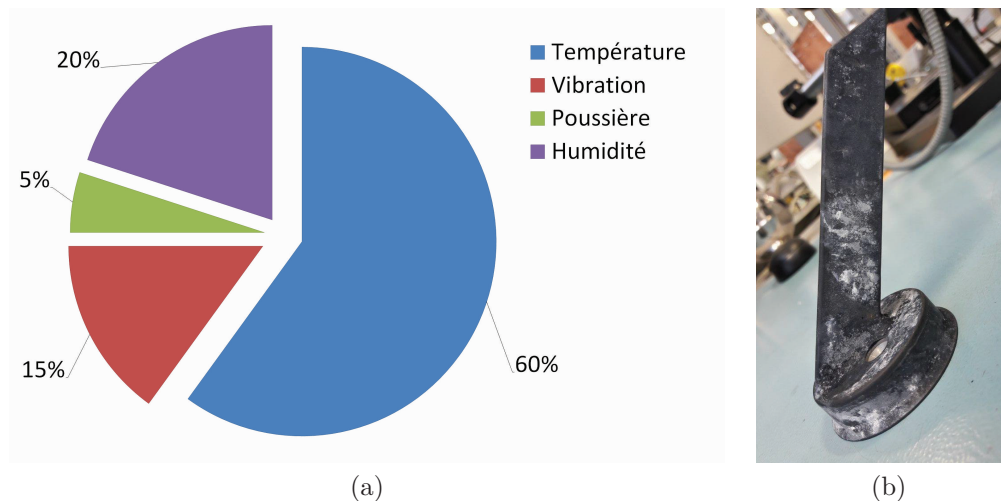


FIGURE 2 – a) Répartition des causes de pannes des équipements électroniques aéronautiques [2]; b) Sonde AOA réalisée en aluminium 4047 obtenue par SLM traitée OAD après 500h de brouillard salin

	Caractéristiques mécaniques et thermiques				
	Rm (Mpa)	Rp0,2 (Mpa)	A(%)	E(Gpa)	K(W/(m.K))
4043 (T6)	310	240	3	72	140
6061 (T6)	290(mini)	240	6 à 10	69	167

Tableau 1 – Caractéristiques mécaniques et thermiques principales des alliages d'aluminium 4047 et 6061 à l'état T6

plus répandues chez Thales sont les alliages de la série 4XXX et plus particulièrement l'AlSi7Mg0,6 (4047), aluminium de fonderie, et l'alliage 6061, aluminium corroyé à durcissement structural.

Si l'on compare uniquement les propriétés mécaniques et physiques de ces deux types d'alliage, leurs caractéristiques sont proches à l'exception de la conductivité thermique qui est plus élevée pour l'Al6061 (tableau 1).

On observe également que l'utilisation des alliages de la famille 4XXX est restreinte à des composants peu ou pas exposés à des environnements sévères. En effet, des produits telles que les sondes AOA (Angle of Attack) sont soumis à plusieurs contraintes environnementales qui nécessitent des traitements de surfaces particuliers. Notamment l'oxydation anodique dur (OAD) pour faire face à l'abrasion (sable et poussière) et à la corrosion en environnement salin.

Hors il est connu que les alliages ayant un taux de silicium excédant 4-5 % massique ne sont pas adaptés à de tels traitements du fait de la faible croissance de l'oxyde par électrolyse. On pourra prendre pour exemple les essais réalisés par le service Packaging de Thales Avionics Valence qui ont montré une dégradation de la couche d'alumine à

partir de 96h (figure 2.b) pour une sonde réalisée en AlSi7Mg0,6 traitée OAD, alors que la spécification requiert une tenue supérieure à 500 h.

Les séries disponibles ne répondant pas au cahier des charges, Thales a souhaité par le biais de cette thèse concentrer ses efforts de recherche sur la série 6000 et notamment l'alliage 6061. Malgré les nombreux verrous scientifiques, les contraintes environnementales et le besoin d'une haute conductivité thermique ont été les facteurs prépondérants au choix de cet alliage.

Ces travaux de thèse s'inscrivent dans le cadre du projet AMANDE, projet d'envergure lancé par la DGAC (Direction Générale de l'Aviation Civile) en avril 2015. Ce projet couvre un spectre large d'activités depuis les poudres jusqu'à la standardisation des procédés en passant par l'optimisation topologique. Il s'adresse aux acteurs de l'aéronautique de rang 1 et couvre plusieurs familles de matériaux. Ces travaux de recherche ont été menés par le biais du lot 2, dédié aux alliages d'aluminium, dans lequel d'autres études sur des alliages innovants ont été entrepris.

Cette étude aura pour but de comprendre et répondre aux principales problématiques d'édification de l'alliage 6061 qui sont :

- La sensibilité des poudres à leur environnement, leur impact sur l'interaction matière et *in fine* sur la santé matière.
- La fissuration à chaud des alliages d'aluminium de corroyage.

Cette double thématique a été retenue car ces deux verrous sont parfaitement bloquants pour l'utilisation de ce type d'alliage. Sans une compréhension fine de l'impact d'éléments clés tels que le taux d'humidité ou la température de stockage sur les poudres d'aluminium, il semble peu probable de converger vers un niveau de maturité suffisamment élevé pour l'industrialisation. De plus l'impact de l'environnement sur les mécanismes de vieillissement de poudres d'aluminium microniques est peu connu, même si comme l'a montré Louvis et al. [14] les porosités sphériques sont riches en dihydrogène probablement hérité de l'humidité rémanente des grains. D'autres thèmes tel que l'impact de l'humidité sur les oxydes et par conséquent sur l'interaction laser/matière ou la rhéologie des poudres ont été peu investigués.

Enfin il est clair que sans la compréhension du phénomène de la fissuration à chaud le déploiement de ce type d'alliage est impossible. Ainsi ce projet d'étude sera axé principalement sur cette thématique du fait de son importance mais aussi de la multiplicité des domaines d'études. Cette étude sera présentée ici en cinq chapitres :

- **Chapitre 1** dans un premier temps une description brève de la fabrication additive est faite et des différents procédés qui l'englobent. Ensuite un focus sur le procédé SLM est proposé et plus particulièrement sur l'impact des poudres, des paramètres de fabrication et sur la compréhension de l'interaction laser/matière par l'expérimentation et la simulation. Pour finir un descriptif des alliages de la série 6XXX est explicité, ainsi que l'édification des alliages d'aluminium par SLM et leurs verrous.

- **Chapitre 2** l'ensemble des moyens de caractérisations et méthodes d'interprétations utilisés dans cette étude sont décrits, à l'exception des travaux de modélisation. Ces derniers sont détaillés dans le chapitre 5.
- **Chapitre 3** les conséquences des paramètres environnementaux sur les poudres d'aluminium 6061 sont étudiées. En outre, les causes de la formation de porosités et du changement du comportement rhéologique des poudres sont investiguées. Pour ce faire une caractérisation initiale de la poudre d'aluminium est réalisée. Puis l'étude de l'influence du pré-traitement des poudres par étuvage et leurs conditions de stockages sont explorées. Les caractéristiques chimiques et physiques de la poudre influencées par les conditions atmosphériques sont ainsi analysées. Les paramètres prépondérants à surveiller lors de la mise en oeuvre de poudre d'aluminium sont par conséquent explicités.
- **Chapitre 4** une analyse fine de la microstructure de l'alliage 6061 édifié par SLM est proposée. A partir de la compréhension du phénomène de fissuration à chaud une double optimisation, paramétrique et de la composition chimique, est déployée. L'optimisation des paramètres de fabrication est réalisée à partir d'une résolution multilinéaire de plan d'expérience complet et de Taguchi. L'optimisation de la composition chimique, de l'alliage de référence, est abordée par l'ajout d'élément germinant. Une analyse de l'impact de cet ajout sur la microstructure est produite de l'échelle microscopique à l'échelle nanoscopique. La définition de la fraction massique d'élément germinant nécessaire pour atteindre l'effet de Zenner pinning et ou de solute drag est notamment estimée, les précipités formés aux zones caractéristiques du bain de fusion sont également analysés et une corrélation par nano-indentation entre la microstructure et le comportement du matériau est proposée.
- **Chapitre 5** une corrélation par modélisation analytique, basée sur le modèle de Rosenthal, entre les paramètres de solidification et la taille de grains est effectuée. Cette carte de solidification permet ainsi de définir les zones préférentielles d'édification pour limiter la formation de grains colonnaires, épitaxiques favorisant la fissuration à chaud.

CHAPITRE 1

Étude bibliographique

Sommaire

1.1	Introduction	2
1.2	La fabrication additive	2
1.2.1	Historique	2
1.2.2	Revue des procédés de fabrication additive	8
1.2.3	Avantages et inconvénients des procédés identifiés	9
1.3	Le procédé SLM	17
1.3.1	Introduction	17
1.3.2	Influence des paramètres de la poudre sur la santé matière	18
1.3.3	Choix de la paramétrie de mise en oeuvre	23
1.3.4	Interaction laser/matière	31
1.4	Métallurgie de l'alliage d'aluminium 6061	41
1.4.1	Généralités	41
1.4.2	Traitements thermomécaniques et précipités	41
1.4.3	Fissuration à chaud de l'alliage	45
1.5	Édification des alliages d'aluminium par SLM	53
1.5.1	Généralités	53
1.5.2	Aluminium de fonderie type 4XXX	54
1.5.3	Alliages d'aluminium corroyés et à durcissement structural	59
1.6	Conclusion	66

1.1 Introduction

La fabrication additive englobe de nombreux procédés avec des sources d'énergie (laser, faisceau d'électron, arc, etc) et de superposition de matières multiples et parfois difficile à appréhender. C'est pourquoi la première partie de cette veille bibliographique consiste à décrire l'historique de la fabrication additive de ses prémices à aujourd'hui. Ensuite une description non exhaustive des différents procédés de fabrication additive métallique est réalisée par catégories. Puis une étude comparative entre ces procédés est effectuée pour expliciter le choix du SLM lors de ces travaux.

Dans la seconde partie de ce chapitre, le procédé SLM est décrit plus précisément et notamment le processus d'obtention d'une pièce, des poudres aux post-traitements. L'influence des paramètres d'ordre 1 sur la microstructure des alliages d'aluminium est décrit. Un focus particulier est fait sur l'impact des poudres et des paramètres machines. Pour finir un exposé du processus d'interaction entre le laser et la matière est réalisé.

La troisième partie présente la nuance 6061 de son aspect général aux phases cristallographiques constituant cet alliage. Un descriptif de la séquence de précipitation des alliages d'aluminium Al-Si-Mg en fonction des traitements thermomécaniques est réalisé. L'impact des précipités formés sur les caractéristiques mécaniques du matériau est détaillé. Enfin la problématique de fissuration à chaud de cet alliage lors de la mise en oeuvre par procédés conventionnels est abordée, de la formation aux critères d'apparition identifiés dans la littérature.

Dans la dernière partie de ce chapitre, l'édification des alliages d'aluminium par procédé SLM est explorée. Une présentation des alliages d'aluminium de fonderie couramment utilisés est faite, les particularités microstructurales expliquant un tel déploiement sont explicitées. Pour finir les verrous identifiés par la littérature pour l'édification des alliages d'aluminium corroyés à durcissement structural sont détaillés.

1.2 La fabrication additive

1.2.1 Historique

D'après la norme NF ISO/ASTM 52900 [64] la fabrication additive est le "procédé consistant à assembler des matériaux pour fabriquer des pièces à partir de données de modèle 3D, en général couche après couche". Ce procédé ou plutôt cette famille de procédés est également connue sous le nom d'impression 3D, prototypage rapide, fabrication rapide. L'élément essentiel de la fabrication additive est la création de pièces à partir du "découpage" d'un fichier 3D en plusieurs couches. Ainsi les travaux réalisés par Bourelle et al. [3] ont permis d'identifier deux domaines d'études du *XX^{ème}* siècle qui ont précédé la fabrication additive : la topographie et la photosculture. La figure 1.1 présente une liste non-exhaustive des brevets et avancées majeures depuis la fin du *XIX^{ème}* siècle.

1.2.1.1 Topographie

En 1890, Blather [65] introduisit l'idée de fabriquer un moule 3D constitué de deux empreintes l'une dite positive et l'autre négative pour former une carte en relief. Cette méthode consiste en un découpage de plusieurs plaques de cires collées et découpées pour

TOPOGRAPHY	PHOTOSCULPTURE
Blanthier patent filed	1860 Willeme photosculpture
Perera patent filed	1902 Baese patent filed
Zang patent filed	1922 Monteah patent filed
Gaskin patent filed	1933 Morioka patent filed
Matsubara patent filed	1940 Morioka patent filed
DiMatteo patent filed	1951 Munz patent filed
Nakagawa laminated tool fabrication	
	1968 Swainson patent filed
	1972 Ciraud patent filed
	1979 Housholder patent filed
	1981 Kodama patent filed
	1982 Herbert patent filed
	1984 Maruntani patent filed, Masters patent filed, Andre patent filed, Hull patent filed
	1985 Helysis founded, Denken venture started
	1986 Pomerantz patent filed, Feygin patent filed, Deckard patent filed, 3D founded, Light Sculpting started
	1987 Fudim patent filed, Arcella patent filed, Cubital Founded, DTM founded, Dupont Somos venture started
	1988 First shipment by 3D, CMET founded, Stratasys founded
	1989 Crump patent filed, Helsinki patent filed, Marcus patent filed, Sachs patent filed, EOS founded, BPM Tech. founded
	1990 Levant patent filed, Quadrax founded, DMEC founded
	1991 Teijin Seiki venture started, Foeckele & Schwartz founded, Soligen founded, Meiko founded, Mitsui venture started
	1992 Penn patent filed, Quadrax acquired by 3D, Kira venture started, Laser 3D founded, First shipment by DTM
	1994 Sanders Prototyping started
	1995 Aaroflex venture started
	1997 AeroMet formed, Optomec restarted, ZCorp started
	1998 Objet founded, Keicher patent filed
	1999 POM founded, BPM closed
	2000 Helysis closed, Solidica started
	2001 3D and DTM merge

FIGURE 1.1 – Historique des brevets qui ont précédé depuis le XXème siècle la fabrication additive [3]

former une surface complexe. Une carte papier est ensuite plaquée entre les deux moules pour former la carte topographique finale. D'autres travaux sur le même principe ont été menés par différents chercheurs (Zang, Gaskin) utilisant du carton ou des plaques vitrées comme matériaux de base. L'étude se rapprochant le plus de la fabrication additive telle que connue aujourd'hui est celle de Mastsubara [66] dans laquelle le photopolymérisation est employée. Une résine photosensible est déposée sous forme de couche sur un substrat réfractaire type graphite. Cette résine est ensuite chauffée pour former une plaque consistante. La lumière est ensuite projetée de façon sélective sur la résine pour la durcir. La fine couche formée est finalement dissoute pour conserver uniquement la partie polymérisée. Les couches formées sont ensuite empilées pour créer un moule. DiMatteo [67] a également utilisé cette méthode d'empilement pour former des pièces métalliques non usinables. Plusieurs feuillets sont découpés puis assemblés par soudage ou friction.

1.2.1.2 Photosculpture

Apparue au début du XIX^{ème} siècle, cette technique a pour but de reproduire une réplique tri-dimensionnelle de tout type d'objet, même des formes humaines. Cette technique a été utilisée par François Willème en 1860. Un objet est placé au centre d'une pièce circulaire équipée de 24 appareils photo disposés à équidistance. A partir de chaque photographie une portion d'1/24^{ème} est sculptée, puis l'ensemble des portions assemblées (Figure 1.2). Afin de réduire les longues étapes de sculpture de la méthode

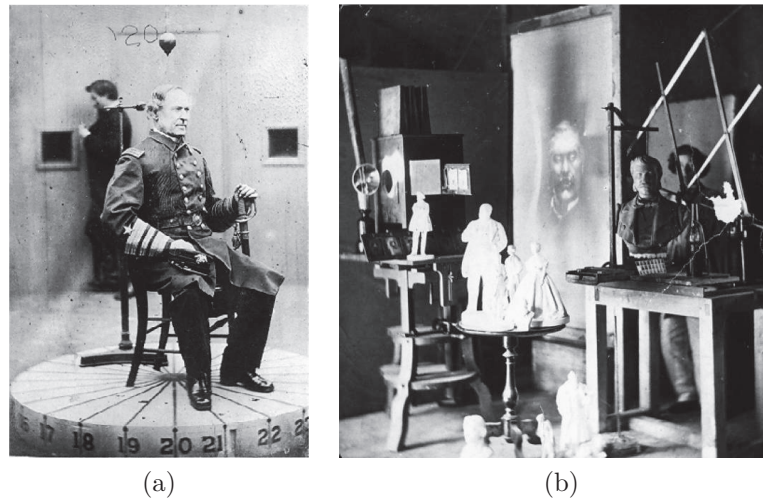


FIGURE 1.2 – a) Photosculpture de William Willème [3]; b) Reproduction réalisée dans le cadre des travaux de W.WILLEME [3]

de Willème, Baese a proposé une méthode permettant de créer une forme 3D à partir d'une gélatine photosensible. Elle est exposée à une lumière dont l'intensité varie, la gélatine croit ainsi proportionnellement.

Enfin une méthode hybride entre la photosculpture et la topographie a été proposée par Morioka [68]. Cette technique utilise la décomposition de la lumière blanche pour "photographiquement" décrire les lignes de contours d'un objet. Ces lignes sont ensuite développées, découpées, et empilées ou projetées sur un substrat pour le sculptage.

1.2.1.3 Développement des techniques modernes de FA

En 1951, Munz [4] décrit les premiers contours de la fabrication additive moderne en proposant une technique dont plusieurs fonctionnalités sont proches de la stéréolithographie. Cette méthode consiste à exposer une résine liquide dans un système couche par couche piloté par un piston. Pour chaque tranche de l'objet construit une quantité de résine est introduite dans le cylindre et un agent fixant déposé sur les zones visées. Après exposition de la résine et de l'agent fixant l'objet produit peut être post-traité par sculptage ou attaque chimique pour dissocier la résine consolidée à celle non exposée (Figure 1.3.a). Le premier procédé à base de poudre fut proposé par Ciraud [5] en 1971, il est considéré aujourd'hui comme l'un des précurseurs des procédés 3D par projection. Cette technique est basée sur le dépôt de fines particules par gravité, par électrostatisme ou par une buse sur la zone de travail. Une source

d'énergie (laser, faisceau d'électrons ou plasma) est apportée localement pour créer une couche de matière, plusieurs sources en parallèle sont d'ailleurs envisagées pour augmenter la densité d'énergie (Figure 1.3.b). Son invention est suivie de près par celle de Housolder en 1977 [69] qui a décrit alors plus précisément les concepts de Selective Laser Sintering (SLS) et Selective Laser Melting (SLM)(Figure 1.3.c). Il fut effectivement le premier à proposer une mise en couche par raclette sur une surface plane. Il proposa tout comme Ciraud de solidifier la matière par une source d'énergie sélective. Cependant la puissance nécessaire aux ordinateurs et le prix élevé des lasers n'ont pas permis la commercialisation de cette invention [70]. En 1981, Hideo Kodama inventa deux principaux systèmes de fabrication rapide de polymères. Le premier est basé sur l'utilisation d'un masque pour contrôler l'exposition aux ultraviolets d'un bain liquide de photopolymère. Le second, propose d'utiliser un système X-Y pour piloter l'exposition du bain [71].

En Juillet 1984, Alain Le Méhauté, Olivier de Witte et Jean-Claude André déposèrent un brevet décrivant le procédé moderne de stérolithographie. Malheureusement l'invention fut abandonnée par le centre de recherche de la CGE (Compagnie Générale Electrique) et le CILAS par manque de perspective économique et par soucis d'économies sur le porte feuille brevets du groupe [72]. Trois semaines plus tard Chuck Hull déposa son propre brevet US4575330 [73] sur la même invention, c'est à dire produire une pièces à partir de couches de polymères durcis par un faisceau d'ultraviolet. Cette invention est proche de celle proposée par Houssolder et Munz mais grâce aux avancées technologiques de l'informatique, Hull a pu développer son invention et créer la société 3D Systems Inc. On lui doit également le format de fichier .STL utilisé très largement dans le domaine de la fabrication additive. En parallèle les travaux de Deckart, de l'Université du Texas, permettent d'aboutir en 1987 vers un premier système industriel de SLS,

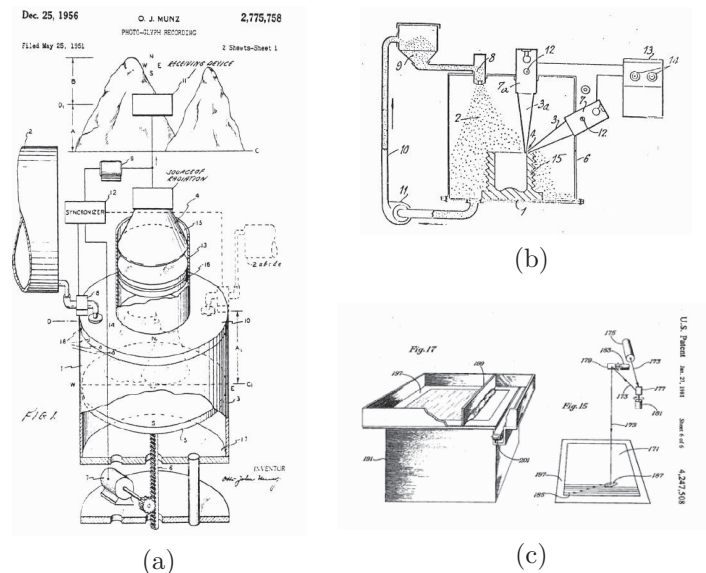


FIGURE 1.3 – a) Schéma du procédé décrit par Munz [4] ; b) Procédé de projection décrit par Ciraud ; c) Procédé SLS/SLM de Houssolder [5]

appelé à l'époque DTM (Desk Top Manufacturing). Il dépose par la suite en 1992 le brevet US5316580 [74] et est racheté par 3D Systems en 2001. La première machine EOS apparait en 1994 développée par EOS GmbH système optique en coopération avec Electrolux. En 1991, Fockele et Scharze de la société "MCP Tooling Technologies" travaillèrent sur un système appelé MCP Realizer dont la technologie se rapproche du SLM [70]. Puis en 2003, TRUMPF introduit alors deux nouvelles machines sur le marché basées également sur le procédé SLM et du revêtement laser 3D [75]. Enfin en 2004, EOS GmbH racheta les droits des brevets de DTM et 3D systems ceux du SLS.

Depuis la fabrication additive est en plein essor, même si de nombreux verrous tels que la productivité ou la qualification du procédé sont encore des freins à son déploiement de masse dans l'industrie de pointe. On peut tout de même noter que le marché mondial était évalué en 2014 à près de 4 milliards de dollars en valeurs par le cabinet Wohlers Associates. Les prévisions en ce qui concerne la croissance de la fabrication additive à l'horizon 2020 varient grandement selon les sources et oscillent entre 11,7 et 21,2 milliards de dollars.

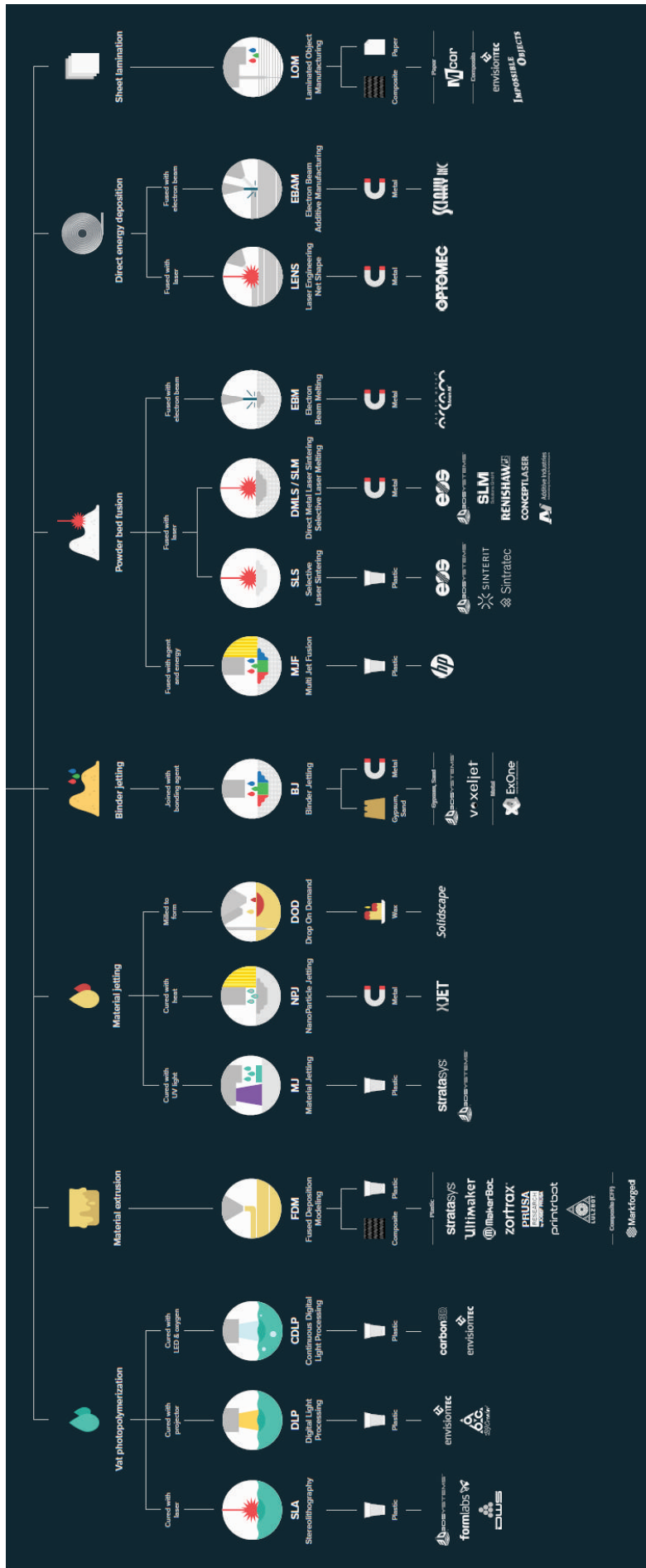


FIGURE 1.4 – Liste non exhaustive des procédés de fabrication additive [6]

1.2.2 Revue des procédés de fabrication additive

La fabrication additive englobe de nombreux procédés dont le dénominateur commun est de discrétiser un volume de matière en n tranches, fabriquées et empilées les unes après les autres. Plusieurs approches existent pour classifier ces différents procédés. La première décrite par la norme ASTM F2792 [76] dissocie la FA en deux catégories : La déposition directe d'énergie ou plus communément appelée Directed Energy Deposition (DED) et la fusion sur lit de poudre (PBF) pour Powder Bed Fusion. Une autre approche consiste à dissocier les techniques en fonction de l'état de la matière d'apport (FeedStock), c'est à dire : Procédés à base de liquide, de solide et de Poudre. On peut également classifier la fabrication additive en fonction des sources primaires d'énergie : Faisceau d'électron (FE), Arc Plasma (AP) et Laser (L). Une dernière distinction peut être faite entre les procédés directs, où la pièce est directement fabriquée "net shape" dans le système de fabrication, et les procédés indirects qui nécessitent une étape supplémentaire de post-traitement tel que le déliantage. Une liste non exhaustive des procédés de fabrication additive est proposée figure 1.4.

Concernant les procédés de FA dédiés aux matériaux métalliques, les plus connus et répandus sont les techniques à base de lit de poudre (PBF) ou de projection (DED) équipées de source d'énergie laser ou faisceau d'électrons [77]. Cependant de nouvelles techniques de mise en oeuvre additive apparaissent telles que le "Binder Jetting" pour projection de liant, développée dans les années 90 par le MIT [78] et le micro soudage à base de bandes métalliques (Additive Micro Welding : AMW). La première, qui se classe dans les procédés indirects, permet par la projection d'un liant de former une pièce "verte" consolidée mais non fonctionnelle (environ 70 v% de métal et 30 v% de liant). La pièce est ensuite déliantée puis frittée. Cette technique apporte une plus grande productivité que les procédés conventionnels et ne nécessite pas de supports. Le volume de fabrication peut ainsi être rempli sans problématique de supportage et de superposition [79] (figure 1.5.a). Cependant la maîtrise des retraits lors du frittage, la tenue de pièces volumineuses "vertes" et surtout les densités matières atteintes sont des freins au déploiement de cette technique.

Enfin la technique AMW consiste à souder par laser de fines bandes métalliques couche par couche. La micro soudure progressive permet de conserver la géométrie de chaque section de l'objet (figure 1.5.b). Cette technique de rupture permet d'intégrer des opérations de reprises en cours de process et la fabrication de produits multi-matériaux. La mise en oeuvre de cette technique limite également l'exposition des utilisateurs et de l'environnement aux micro et nano particules métalliques. Cette invention a été brevetée par Patrick Teulet en 2017 référencée WO2017121746A. [8]. Enfin une autre technique qui se rapproche du AMW développée au début du 21 siècle propose d'assembler des feuillets métalliques par vibrations ultrasoniques sous contrainte normale [9]. La fabrication additive ultrasonique (UAM : Ultrasonic Additive Manufacturing) a été inventée et brevetée par Dawn White en 2003 [80]. Elle est aujourd'hui commercialisée par la société Fabrisonic LLC depuis 2011. Les feuillets sont assemblés à l'état solide par la chaleur générée par la vibration ultrasonique (environ 20000 Hertz) [7]. Lorsque la surface de feuillet nécessaire a été consolidée une passe d'usinage est réalisée pour donner la forme extérieure à la pièce. Le cycle est ensuite répété couche par couche. Tout comme le procédé AMW, l'UAM permet d'obtenir une pièce finie en fin de process sans

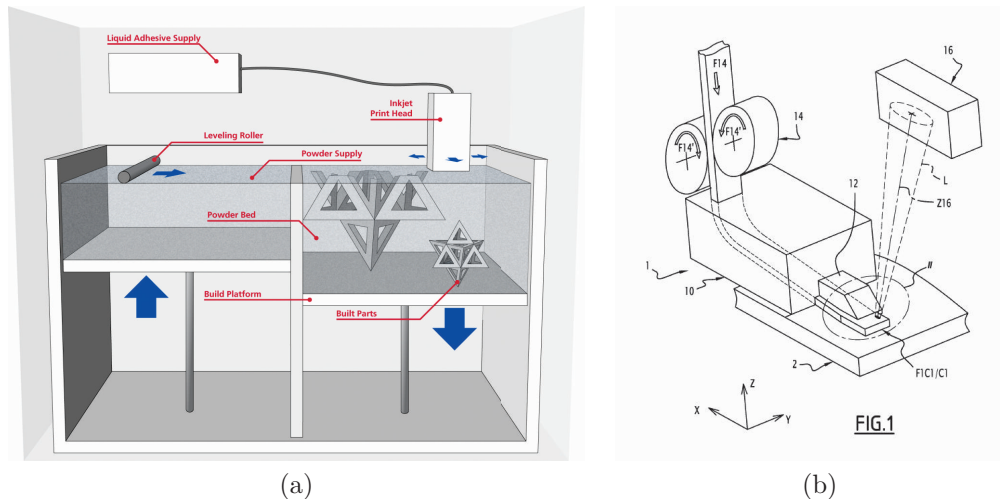


FIGURE 1.5 – a) Procédé de binder jetting [7]; b) Procédé d’additive micro welding décrit par Teulet [8]

nécessiter de post-traitements de reprises d’usinage et permet également des assemblages multi-matériaux.

En résumé, plusieurs variantes des procédés de mise en oeuvre de matériaux métalliques existent pour répondre aux besoins des industriels de produire des pièces toujours plus complexes tant en terme de géométrie externe qu’interne. Ces procédés n’ont cependant pas tous le même niveau de maturité technologique et d’investissement consenti. Les procédés (UAM et AMW) décrits précédemment semblent pouvoir répondre aux problématiques des techniques plus anciennes (SLM, SLS, EBM, DED-L, etc) telles que la productivité, les contraintes dimensionnelles et le HSE (Hygiène Sécurité Environnement). Cependant leur jeunesse industrielle nécessite la prudence car de nombreux verrous subsistent sur ces procédés et notamment pour la mise en oeuvre d’alliage d’aluminium (figure 1.6). Il a été mis en évidence que lors du procédé UAM, un voile d’oxyde est formé à l’interaction entre deux feuillets d’aluminium 3003 [9] et que la microstructure est fortement perturbée sous l’effet du corps de la sonotrode comme en atteste le fort réseau de dislocations à l’intérieur des grains proches de l’interface.

1.2.3 Avantages et inconvénients des procédés identifiés

De nombreux procédés de fabrication additive existent pour la mise en oeuvre de matériaux métalliques et notamment d’alliage d’aluminium. Cependant certains procédés sont trop peu matures à l’échelle industrielle pour être envisagés à court ou moyen terme dans le domaine de l’aéronautique (UAW, AMW). Les trois procédés identifiés pour l’édification d’équipements électroniques en alliage d’aluminium sont le Selective Laser Melting, l’Electron Beam Melting, et le Binder Jetting. Les procédés de projection, déjà très diffusés dans l’industrie et garant d’une très haute productivité (environ $300 \text{ cm}^3/h$)[81], ne sont pas envisageables pour de telles applications du fait du manque de précision et de la rugosité obtenue. En effet le diamètre de spot laser se situe entre $300 \mu\text{m}$ et 3 mm [82] pour des épaisseurs de couche variant entre 50

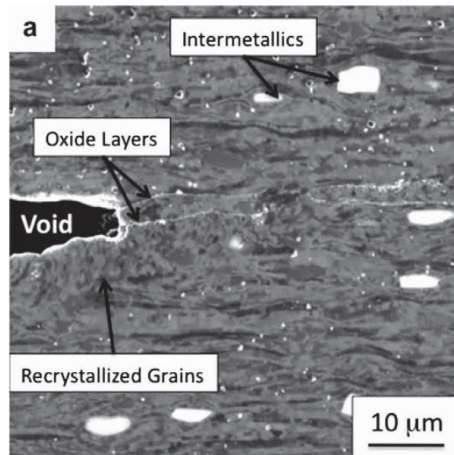


FIGURE 1.6 – Image par faisceau d’ions à l’interface entre deux feuilards [9]

μm et 1 mm [83]. En conséquence de ces paramètres et de la granulométrie utilisée la précision linéaire de cette technique ne peut descendre en dessous de quelques dixièmes de millimètres pour des rugosités d’environ 50 μm (sur les faces parallèles à la direction d’édification) [84]. La plupart des équipements électroniques sont de petites pièces (< 500 cm³) nécessitant un tolérancement linéaire (+/- 0.1 mm) et géométrique fin. Pour les procédés de projection de poudres tels que le DED-L, la plupart des côtes même non-fonctionnelles doivent être reprises en post-traitement.

Pour dissocier les procédés de fabrication additifs, plusieurs critères doivent être pris en compte. Tout d’abord la productivité qui est un facteur important dans le domaine de l’aéronautique. Le coût des machines est encore élevé et près de 70 à 80 % du coût des pièces est à imputer à l’amortissement machine. Plus le temps de fabrication est long et plus le coût de la pièce est impacté. Ensuite la précision du procédé et la rugosité des pièces sont des critères d’ordre 1. Plus la précision de fabrication sera fine, et l’état de surface proche des rugosités spécifiées (généralement Ra < 3.2 μm), et moins les coûts de post-traitements seront élevés. Enfin la processabilité des matériaux est un facteur prépondérant tant en terme de performance mécanique que de microstructure souhaitée. On peut prendre en exemple les alliages de Nickel pur, du type Ni201, où la taille de grains sera un facteur important pour la tenue mécanique par l’effet de Hall-Petch mais aussi pour la tenue à la corrosion.

1.2.3.1 Electron Beam melting

L’EBM fonctionne sur le même principe que le SLM, c’est à dire construire un volume discrétisé en plusieurs couches à partir de lits de poudre étalés successivement sur un plateau de fabrication. Couches qui sont fusionnées sélectivement par un faisceau d’électron et non pas un laser. Les volumes de fabrication sont également très proches de ceux du SLM [77]. Ce procédé a été développé par la société ARCAM AB basée en Suède, dont le premier brevet a été déposé par Ralf Larson en 1998 [85]. L’unité d’apport d’énergie est constituée du générateur du faisceau d’électron et de lentilles magnétiques qui permettent de le colmater et le dévier. Un filament chauffé, la cathode, émet des électrons dans la zone supérieure de l’unité. Le potentiel entre l’anode et la cathode est

d'environ 60 kV [86]. Les électrons sont accélérés à une vitesse comprise en 0.1 et 0.4 fois la vitesse de la lumière [87]. La forme du faisceau d'électrons incident est modifiée par un premier jeu de lentilles astigmatiques puis sa taille par des lentilles de focalisation. Le dernier jeu de lentilles pilote la position du faisceau sur le plateau de fabrication [88]. La chambre d'édification est placée sous vide pour éviter que les molécules de gaz ne perturbent le faisceau (environ 10^{-3} Pa [89]). Pendant la fabrication, un faible taux d'hélium est injecté dans la chambre pour empêcher que la poudre ne se charge électriquement. Lorsque la séquence de production est terminée, la pression d'hélium est augmentée pour refroidir l'enceinte [90].

Le cycle d'édification est divisé en 5 étapes successives, la première consiste à mettre en couche la poudre puis de la préchauffer, en défocalisant le faisceau, à la température souhaitée (environ 300 °C pour les alliages d'aluminium [91]). La puissance et la vitesse du faisceau sont ensuite réduites et le faisceau focalisé pour l'étape de fusion sélective. Le plateau de fabrication descend ensuite de la hauteur de couche souhaitée soit 50 μm à 200 μm . La granulométrie des poudres utilisées est généralement plus grossière que celle du SLM, la taille des grains est souvent comprise entre 45 et 100 μm [88]. A la fin du process la poudre non fusionnée est désolidarisée du volume par sablage, en utilisant comme matériau d'apport la même poudre que celle utilisée pour l'édification.

La productivité d'une machine ARCAM A1 (200 x 200 x 350 mm), pour la mise en oeuvre du Ti-6Al-4V, est de 55 cm^3/h lorsque l'état de surface est optimisé et de 80 cm^3/h dans des conditions dégradées [92]. La rugosité obtenue varie entre 25 et 35 μm de Ra en fonction des matériaux et des paramètres utilisés. La précision linéaire atteignable est de +/-0.30 à 0.40 mm [93].

Concernant la mise en oeuvre des matériaux métalliques, plusieurs études ont été réalisées sur le Ti-6Al-4V, les bases Nickel, le Cuivre mais beaucoup moins sur les alliages d'aluminium [83] [89] [93]. L'EBM a pour avantage, contrairement au procédé utilisant une source laser, d'engendrer de très faibles contraintes résiduelles du fait des conditions de solidification favorable générées par le préchauffage du lit de poudre. Le gradient thermique et les vitesses de solidification sont réduites par rapport au SLM. De plus contrairement au SLM, l'EBM n'est pas assujéti aux problématiques d'oxydation et de réflectivité optique [91]. En contrepartie l'étude de Sun et al. [91] met en évidence une forte sublimation de l'aluminium d'environ 1 wt% pour un alliage d'aluminium d'Al-8.5Fe-1.3V-1.7Si (wt%). De plus, malgré une optimisation paramétrique la densité obtenue ne dépasse pas 98.2 % (figure 1.7.a). Enfin le faible gradient thermique génère des particules grossières fragilisantes Al_mFe ($m=4.0-4.4$) d'environ 100-400 nm (figure 1.7.b). Les propriétés mécaniques en fatigue sont probablement impactées négativement par la présence de ces particules.

1.2.3.2 Selective Laser Melting

Le SLM est le procédé de fusion de lit de poudre le plus largement utilisé dans l'industrie [77]. La poudre est apportée sur le plateau de fabrication par un distributeur ou par une raclette/rouleau qui dispose la couche à partir d'un réservoir [94]. En fonction de la granulométrie utilisée et des limitations de coulabilité les épaisseurs de couche possibles varient entre 20 et 100 μm [95]. Le système optique est composé d'un "beam expander" ou d'un colimateur qui permettent de modifier le diamètre du faisceau en sortie de fibre. Ce faisceau est ensuite dirigé sur le plateau de fabrication par deux

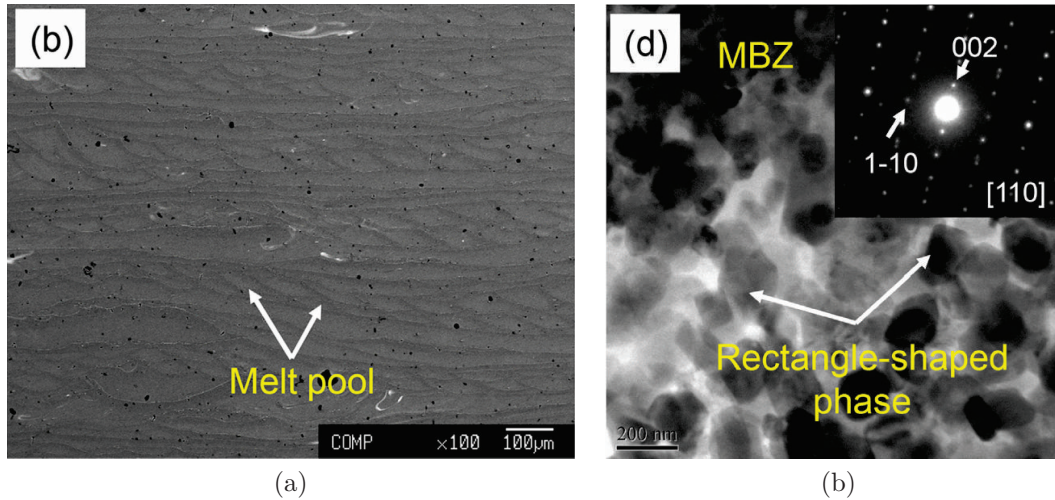


FIGURE 1.7 – a) Section longitudinale d'un échantillon d'Al-8.5Fe-1.3V-1.7Si (wt%) édifié par EBM ; b) Images en champ clair de particules grossières Al_mFe dans la zone de jonction entre deux cordons et le cliché de diffraction correspondant

miroirs galvanométriques, pour des vitesses maximales de déplacement de 15 m/s. Le faisceau est ensuite focalisé par une lentille de focalisation de longueur focale d'environ 420 mm [96]. La puissance de la source laser varie en fonction des machines entre 20 W et 1 KW. La plupart des sources laser utilisées sont monochromatiques continues dont les longueurs d'ondes sont proches infrarouge comprises entre 1060 nm et 1080 nm. Le diamètre de spot au plan focal varie entre 30 μm et 250 μm en fonction des systèmes optiques utilisés [77] et de la puissance laser. La séquence de fabrication est identique à celle de l'EBM sans la séquence de préchauffage du plateau. Des sources d'énergie externes sont également utilisées en SLM pour notamment réduire les contraintes résiduelles. Les premières machines PM-100 développées par Phenix-Systems, société rachetée aujourd'hui par 3DSYSTEMS, étaient équipées d'une enceinte chauffante. De nombreuses machines modernes (FormUp350, EOS M290, etc) proposent aujourd'hui des plateaux chauffants [15]. La poudre est entièrement fusionnée par le faisceau laser à des températures supérieures aux températures de liquidus des alliages utilisés.

Contrairement à l'EBM la poudre non fusionnée n'est pas préfrittée, elle est plus facilement désolidarisable de la pièce. En contrepartie les surfaces en contre dépouille, c'est à dire inclinées à moins de 20° à 40° par rapport au plateau de fabrication, doivent être supportées par de la matière sous frittée ou complètement fusionnée. Sans ce supportage, la tenue des cordons lasés n'est pas assurée.

Les conditions de solidification extrême induites par ce procédé (environ 10^6 K/s) [38], l'expansion thermique et la rétractation de la matière rapide et inhomogène dans le bain [7] engendrent des contraintes résiduelles importantes. Ces contraintes peuvent être la source de déformation, d'arrachement des pièces du substrat ou de fissurations. Des mesures réalisées par Salmi et al. [97] par méthode de "Hole drilling", c'est à dire par perçage d'un trou en surface et mesures des déformations locales induites par la relaxation des contraintes (norme ASTM E837-13a), ont montré que les contraintes

Ref	Matériaux	Puissance (W)	Epaisseur de couches Ec (μm)	Vitesse de balayage laser (mm/s)	Ecart vecteur Ev (μm)	Vitesse de construction laser (cm^3/h)
[99]	AlSi10Mg	250	50	500	150	13,5
[100]	AlSi10Mg	900	50	1700	250	76,5
[101]	Ti6Al4V	250	30	1600	60	10,4

Tableau 1.1 – Valeurs de productivité du procédé SLM en fonction du matériau édifié et des paramètres de fabrication

résiduelles dans un alliage d'aluminium AlSi10Mg atteignent à l'état brut 250 Mpa (volume fabriqué $30 \times 20 \times 10 \text{ mm}^3$). Ces contraintes sont plus faibles d'environ 50 Mpa lorsque la pièce édifiée n'est pas en contact direct avec le substrat mais avec des supports [97]. D'autres études de caractérisation aux rayons X ont montré que ces contraintes résiduelles pouvaient atteindre près de 400 Mpa à la surface d'échantillons en acier 316L à l'état brut [98]. Il est donc établi que la fabrication de pièces par procédés SLM, de surcroît de formes complexes pour la plupart, nécessite des post-traitements de relaxations des contraintes avant de désolidariser les volumes fabriqués du substrat. Ces traitements peuvent être de type revenu ou de remise en solution.

La productivité de cette technique est directement fonction des conditions de lasage (Puissance (W), Vitesse de balayage du laser (mm/s), Ecart vecteur (μm)), de l'épaisseur des couches, du nombre de lasers disponibles et des conditions de dépôt de la poudre sur le plateau de fabrication. Ainsi les choix technologiques des fabriquant et les différences de processabilité des matériaux agissent directement sur les coûts de production. Ainsi pour l'alliage d'aluminium AlSi10Mg, la productivité d'édification peut varier de $13.5 \text{ cm}^3/\text{h}$ [99] à près de $77 \text{ cm}^3/\text{h}$ [100]. L'élément différenciant entre ces deux extrêmes est la puissance laser disponible (qui varie entre 250 W et 900 W), qui agit directement sur la vitesse de lasage et donc la productivité. De plus pour deux matériaux différents édifiés sur une machine de même puissance, la vitesse de lasage, l'épaisseur de couche et l'écart vecteur sont impactés pour adapter la paramétrie de fabrication à l'alliage. Ainsi la productivité d'édification du Ti6Al4V est de $10.4 \text{ cm}^3/\text{h}$ pour une puissance utilisée de 250 W [101](tableau 1.1).

L'état de surface obtenue caractérisé notamment par le Ra (rugosité moyenne) est également fonction du matériau et des paramètres de fabrication mais surtout de l'angle d'inclinaison de la surface par rapport au plateau de fabrication. Plus l'angle d'inclinaison est faible et plus la rugosité sera impactée négativement. Pour un alliage d'aluminium le Ra se situe entre 10 et 15 μm lorsque la surface est perpendiculaire au plateau de fabrication et atteint 25 μm pour une surface inclinée à 45° [102]. L'agrégation de particules infondues à la surface génère une valeur de Rt (distance maximale pic à pic) d'environ 50 μm .

La précision linéaire du procédé SLM est de $\pm 0.1 \text{ mm}$ et peut respecter des tolérancements de forme à $\pm 0.05 \text{ mm}$. Plus la longueur ou la surface cotée est importante et plus le tolérancement accessible augmentera. L'erreur trouvée sur le diamètre d'un trou débouchant vertical est de $\pm 0.05 \text{ mm}$ pour un diamètre inférieur

à 1 mm et de +/-0.08 mm pour un diamètre de 5 mm [103].

La mise en oeuvre de la plupart des matériaux métalliques est possible par SLM à condition notamment que l'absorbance du métal de base soit suffisamment importante et que la puissance du laser apportée permette d'atteindre la température de liquidus. De nombreuses études ont été menées sur les aciers inoxydables (316L, 17-4PH), les bases titane et notamment le TA6V, les alliages chrome-cobalt, les bases nickel (Inco718, Inco725, etc) et les alliages d'aluminium de fonderie (AS12, AS10, AS7) [104] [105], [106], [107]. Il a d'ailleurs été démontré que pour des alliages à structures cristallographiques Cubiques (CFC ou CC), une double texturation est observée en termes de morphologie et d'orientation. Les grains sont colonnaires et d'orientation $\langle 1\ 0\ 0 \rangle$ suivant la direction d'édification [108] [21] [56].

1.2.3.3 Metal Binder Jetting

Même si le MBJ commence à se répandre dans l'industrie, avec du retard par rapport aux SLM et à l'EBM, il n'existe à ce jour que très peu de publications scientifiques [109]. Comme décrit dans le paragraphe 1.2.2 ce procédé est dit indirect, des étapes de post-traitements sont nécessaires pour atteindre le niveau de densité matière et l'état métallurgique requis. La durée de mise en forme 3D est plus rapide que les autres procédés mais le cycle complet peut s'avérer parfois plus long. En effet après l'étape de construction 3D, la pièce "verte" constituée de liant et du matériau de base doit être déliantée puis densifiée. Le liant utilisé pour les matériaux métalliques, et notamment l'alliage d'inconel 718, est généralement une base de diéthyl glycol aqueuse [110] dont la température de transformation gazeuse se situe à environ 200 °C et celle de brulure entre 600 et 650 °C. Le liant peut être également une base acide ou de l'eau pour la mise en oeuvre de matériaux bio-compatibles tels que les base de phosphate de Calcium où le POP (Plaster Of Paris) [111]. Il est établi que pour chaque alliage, il est parfois nécessaire d'adapter la composition chimique du liant pour optimiser le process de mise en oeuvre. Le volume de liant utilisé est déterminé en fonction de la densité du lit de poudre et il est exprimé par le paramètre S dit de saturation du liant :

$$S = \frac{V_{Liant}}{V_{Air}} \quad (1.1)$$

V_{Liant} correspond au volume de liant et V_{Air} à celui des porosités dans le lit de poudres. Post-fabrication, la pièce verte a une densité d'environ 60 % [10] (figure 1.8). Pour la densifier deux méthodes sont envisageables, la première par infiltration, la seconde par frittage. L'infiltration consiste à injecter un matériau, dont la température de fusion est inférieure à celle de la température de frittage de l'alliage de base, dans la pièce 3D obtenue par MBJ [110]. Cette technique est avantageuse pour la fabrication de produit bi-matériaux ou pour des applications médicales. Notamment pour la fabrication de cellules osseuses synthétiques dans lesquelles il est ainsi possible d'injecter des produits médicamenteux. Cela a pour bénéfice d'améliorer la greffe ou favoriser la croissance cellulaire [111]. Pour des applications impliquant d'importantes sollicitations mécaniques le frittage est plus adapté, il assure une homogénéité microstructurale et une meilleure densité [112].

L'étape de construction 3D ainsi que les étapes de frittage ou d'infiltration ne génèrent pas d'importants gradients thermiques ou vitesses de solidification, ce procédé a donc

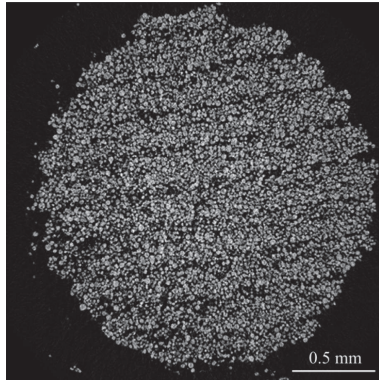


FIGURE 1.8 – Micrographie d'un échantillon en Inconel 635 "as-built" édifié par metal binder jetting [10]

pour avantage de ne pas induire des contraintes résiduelles [113]. De plus du fait de la pré-consolidation de la matière à froid, la microstructure obtenue est homogène et non texturée. Ainsi à l'opposée du SLM ou l'EBM, la consolidation à froid de la matière et la répartition spatiale homogène du gradient thermique ne génèrent pas d'anisotropie. Cependant le traitement de frittage limite la taille des pièces (environ 100 mm maximum dans la plus grande des dimensions [11]) ainsi que leur complexité. En effet lors du maintien à la température de frittage, la matière perd ses propriétés mécaniques. Les surfaces qui supportent un volume important d'alliage doivent donc être maintenues dans le four afin d'éviter que la pièce ne subisse trop de déformation [6]. Le retrait lors de l'infiltration est d'environ 0.8 à 2 % pour un élément dont les dimensions sont comprises entre 25 et 75 mm et peut être de l'ordre de 3 % pour des pièces plus imposantes. Le frittage entraîne un retrait plus important d'environ 20 % [112]. Les dimensions de la pièce peuvent être compensées par le pré-processing du fichier 3D de la pièce mais il arrive parfois que le retrait ne soit pas équiaxe et donc difficile à prédire. Enfin le niveau de densité maximale accessible par cette technique est plus faible que les procédés conventionnels. Il est de l'ordre de 97 % [6] [114] après frittage et de 90 % après infiltration. Sans un traitement de CIC (Compression Isostatique à Chaud) ce niveau de porosité est insuffisant pour la tenue mécanique des éléments et notamment en fatigue puisque les porosités agissent comme des points d'initiation à la rupture.

L'un des avantages majeurs de cette méthode par rapport au SLM/EBM est l'état de surface obtenue en fin de process. En effet dans le cas du SLM, la rugosité est impactée par les projections non fondues qui adhèrent à la surface et la taille intrinsèque de la poudre. Pour l'EBM, aussi la granulométrie des poudres utilisées et la taille du spot sont des paramètres qui influent négativement sur l'état de surface. En ce qui concerne le MBJ, aucun de ces phénomènes n'est observé ce qui permet en fin de process d'obtenir un niveau de Ra entre 3 μm et 12 μm [11] (figure 1.9.b).

Pour les raisons citées précédemment, la précision dimensionnelle du procédé de MBJ est plus faible que pour les autres procédés étudiés. Les post-traitements de frittage ou d'infiltration engendrent un retrait non homogène et important qui agit négativement sur la précision géométrique. L'épaisseur de couche est l'un des facteurs prédominants sur la discrétisation du procédé. Au plus l'épaisseur est faible au plus la discrétisation

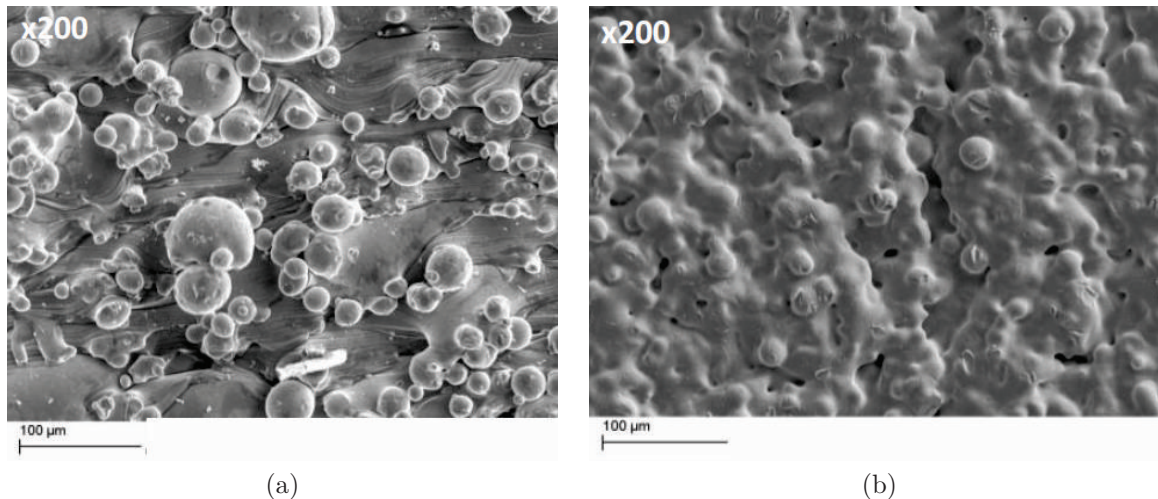


FIGURE 1.9 – a) Image par microscopie électronique à balayage (SEI) de la surface d'un échantillon en 17-4PH obtenu : a) par procédé SLM, b) par MBJ [11]

spatiale est élevée. Cependant une épaisseur de couche trop faible engendre aussi une pénétration excessive du liant qui impacte la résolution du procédé [111]. Globalement la précision linéaire est de $\pm 0,2$ mm pour des dimensions de plusieurs dizaines de millimètres et peut descendre à $\pm 0,05$ mm pour des distances de l'ordre de quelques millimètres [109] [6].

En MBJ le liant est projeté par des têtes d'impression pouvant comporter chacune plusieurs centaines de buses qui couvrent donc rapidement le lit de poudre, ce qui confère au procédé sa productivité élevée. Elle est de l'ordre de $100 \text{ cm}^3/h$ pour une machine constituée de deux têtes d'impression de 300 buses chacune [115]. Cette solution technique permet également d'envisager de fortes montées en productivité du procédé, puisqu'il n'y a pas de verrou technique pour multiplier le nombre de têtes par machine (jusqu'à couvrir l'ensemble du plateau de fabrication en une seule passe).

Enfin concernant la mise en œuvre des matériaux métalliques, il n'existe à ce jour que très peu d'alliages pour lesquels les paramètres de fabrication, du choix du liant aux conditions de post-traitements, ont été définis ou même étudiés. Les travaux du CETIM font état de la maîtrise des aciers inoxydables 316L et 17-4PH et d'études en cours sur les alliages de cuivre et de nickel [115]. Plusieurs publications sur les Inconel 625, 718 sont référencées dans la littérature mais actuellement aucune sur les alliages d'Aluminium [10] [110].

Pour conclure, le SLM semble être le procédé le plus adapté à la fabrication d'équipements électroniques dédiés à l'aéronautique de par sa maturité industrielle et sa précision dimensionnelle (voir tableau comparatif 1.2). Le MBJ est un procédé d'avenir qui pourrait être un véritable vecteur de croissance pour la fabrication additive métallique et pour son ouverture vers des secteurs d'activité très compétitifs tels que l'automobile. Enfin l'EBM est un procédé qui peut s'avérer particulièrement adapté à la mise en œuvre de pièces de grande taille assujetties aux problématiques de fissuration

	Metal Binder Jetting	Selective Laser Melting	Electron Beam Melting
Taille Chambre	Max 800x500x400 mm	Max 600x400x500 mm	∅ 350-380 mm
Précision Linéaire	+/- 0,05 - 0,2 mm	+/- 0,05 - 0,1 mm	+/- 0,3 - 0,4 mm
Rugosité	Ra 3 - 12 µm	Ra 10 - 25 µm	Ra 25 - 35 µm
Productivité	100 cm ³ /h	10 - 70 cm ³ /h	50 - 80 cm ³ /h
Coût Machine	300 k€ - 600 k€	300 k€ - 1000 k€	600 k€ - 1000 k€
Maturité Industrielle	Faible	Elevée	Moyenne
Matériaux	316L - 174PH - Inconel 625-718	Titane, Alu, Nickel, Maragin, Inox, ...	Titane, CoCr, Inconel, Cuivre
Références	[11] [111] [109] [6] [115] [10] [110]	[102] [103] [104] [105], [106], [107] [115]	[92] [93] [83] [89] [115] [91]

Tableau 1.2 – Comparatif des procédés de fabrication additive métallique les plus adaptés à la mise en oeuvre d'équipements électroniques dédiés à l'aéronautique

ou de déformation. Enfin les coûts et la productivité des machines SLM restent encore un frein au développement de cette technique dans le secteur de l'aéronautique.

1.3 Le procédé SLM

1.3.1 Introduction

Le procédé SLM est un procédé complexe dont le nombre de paramètres influant sur les caractéristiques de sorties des éléments édifiés est important. L'arbre d'Ishikawa défini dans le cadre du projet AMANDE illustre cette diversité (figure 1.10) [12]. Il est établi que parmi les variables d'entrées l'impact des poudres et des paramètres de fabrication sont d'ordre 1 vis à vis de la santé métallurgique des pièces produites. En effet, le choix de la granulométrie ou de la morphologie de la poudre agissent sur l'interaction laser matière et donc sur la microstructure des matériaux mis au point par SLM. Il en va

de même pour les paramètres de fabrication comme la puissance, la vitesse laser ou la défocalisation. De plus, ces deux grands types de données d'entrées sont ceux dont le nombre de facteurs ou caractéristiques modifiables sont les plus élevées.

D'autres données intrinsèques aux machines telles que la longueur d'onde du laser, le bloc optique (collimateur, miroirs galvanométriques, lentille de focalisation) ou même le niveau d'inertage maximal sont des données d'entrées influentes sur l'interaction laser/matière mais peu ou non modifiables par l'opérateur.

Ainsi on se consacrera dans cette partie à analyser plus finement l'impact des paramètres de fabrication et des poudres sur la santé métallurgique des matériaux obtenus par SLM. L'objectif de cette étude est de comprendre et répondre aux problématiques de fissuration à chaud et de vieillissement des poudres. Il est donc indispensable pour cela d'identifier par le biais de cette recherche bibliographique les leviers d'actions prépondérants lors de la fabrication par SLM. Pour finir une analyse de l'interaction laser/matière sera faite afin d'appréhender le rôle des paramètres étudiés sur le lit de poudre.

1.3.2 Influence des paramètres de la poudre sur la santé matière

Les propriétés physiques, chimiques et morphologiques des poudres agissent de façon significative sur le procédé de selective laser melting [15]. Une liste non-exhaustive de ces paramètres est proposée par Klocke et la. [59] (tableau 1.3). Elles agissent sur le comportement rhéologique de la poudre et donc sur sa capacité à être mise en couche puis sur l'interaction laser/matière. Pour un même matériau les conditions de stockage et d'atomisation jouent un rôle prépondérant sur les propriétés particulières des poudres mais aussi sur le niveau d'oxydation des particules, le taux d'humidité rémanent et

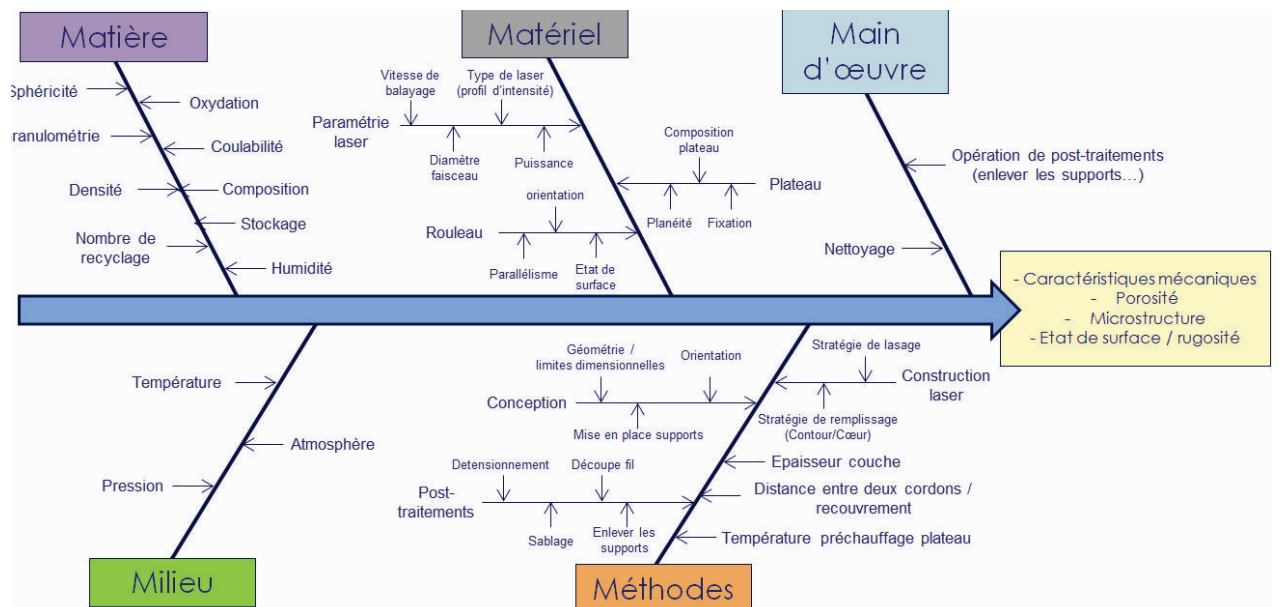


FIGURE 1.10 – Arbre d'Ishikawa du procédé SLM mise au point dans le cadre du projet AMANDE [12]

leur microstructure (fonction des conditions de solidification lors de l'atomisation). Ces conditions vont donc impacter la capacité de mise en oeuvre de la poudre sous forme de fines couches mais également lors de l'interaction avec le faisceau laser.

1.3.2.1 Granulométrie et répartition granulaire

Ces deux caractéristiques particulières sont utilisées le plus souvent pour spécifier un lot de poudre. La rugosité, la microstructure et les propriétés mécaniques des éléments édifiées sont influencées par ces deux données d'entrées [116]. L'étude de Spierings et al. [117], sur la mise en oeuvre de poudre d'acier 316L atomisée au gaz, met ainsi en évidence que plus la granulométrie choisie est faible et plus la densité d'énergie nécessaire pour la construction l'est aussi. Outre la granulométrie, la répartition granulaire joue également un rôle sur la paramétrie d'édification. Ainsi une répartition bi-modale semble préférable pour augmenter la densité du lit de poudre et potentiellement augmenter l'absorption de l'émission laser. Les réflexions au sein du lit de poudre sont ainsi maximisées. Les particules les plus fines comblent les zones interstitielles laissées vacantes par les particules grossières [117] [13] [75].

Le choix de la répartition granulaire est également prépondérant pour l'optimisation des propriétés mécaniques et plus particulièrement pour la limite élastique et la résistance mécanique. Lorsque le D_{v90} (diamètre pour lequel 90% des particules du volume considéré ont un diamètre inférieur à cette limite) est supérieure à 50 % de

Propriétés optiques	Réflexion/Absorption Pénétration Optique
Propriétés particulières	Granulométrie Distribution granulaire Morphologie Rugosité Humidité rémanente
Propriétés thermiques	Conductivité thermique Chaleur Spécifique Chaleur latente Température de fusion Expansion thermique
Propriétés chimiques	Enthalpie de réaction Solvabilité chimique
Propriétés métallurgiques	Oxydation Composition chimique Coefficient de diffusion Plage de transition solide/Liquide
Propriétés mécaniques	Module d'élasticité Limite d'élasticité Résistance mécanique

Tableau 1.3 – Facteurs primaires des poudres métalliques dédiées au procédé SLM [59]

l'épaisseur de couche attendue, ces deux caractéristiques sont impactées négativement. En effet lors de la mise en couche, des particules sont parfois dissociées de la couche, ce qui impacte défavorablement la densité matière.

Concernant l'influence sur la rugosité des pièces édifiées, il a été mis en évidence par Badrosamay et al. [118] que plus la granulométrie est fine et plus l'état de surface obtenu est optimal. Spireings a également démontré que lorsque les épaisseurs de couche mises en œuvre sont importantes et que la limite haute de la taille des grains est inférieure à cette épaisseur, alors la répartition granulaire joue un rôle prépondérant. Du fait de l'effet de "container Wall" [119] [120], le choix de la granulométrie mais surtout de la répartition granulaire est essentiel pour combler les défauts de surface et ainsi maximiser la densité du lit de poudre.

Enfin les travaux de Irrinki et al. [13] montrent également que lorsque la poudre est irrégulière (acier inoxydable 17-4PH atomisée à l'eau), la granulométrie particulaire agit directement sur la densité matière et la résistance mécanique. Pour une densité d'énergie de 80 J/mm^3 , une poudre fine ($D_{50} = 17 \text{ }\mu\text{m}$) génère une densité matière de l'ordre de $97,1 \text{ \% } \pm 0,6$. Celle-ci est seulement de $91,4 \text{ \% } \pm 0,6$ pour une poudre plus grossière ($D_{50} = 24 \text{ }\mu\text{m}$). L'écart sur la résistance maximale est de l'ordre de 50 MPa. On constate également que plus la densité d'énergie utilisée est élevée et plus l'écart de densité se réduit et celui sur du Rm augmente. Pour une densité d'énergie de 104 J/mm^3 l'écart de densité entre ces deux lots de poudre est de seulement 0,2 % mais celui du Rm de 170 MPa.

On observe donc que plus la granulométrie est fine et plus les propriétés mécaniques et de qualité de surface des pièces édifiées sont élevées. Cependant il existe une limite fonctionnelle à la réduction de cette granulométrie, la coulabilité, et ce surtout pour des alliages dont la masse volumique est faible. En effet, la coulabilité des poudres est un facteur prépondérant pour leur processabilité puisqu'elles sont apportées généralement par glissement entre la zone de stockage et le plateau de fabrication et parfois même par gravité. Si la poudre ne s'écoule pas suffisamment alors elle est incompatible avec le procédé. Les forces inter-particulaires telles que les forces d'attraction de van der waals (v.d.W) F_i et les forces gravitationnelles F_g influent sur le comportement rhéologique des poudres [121]. Krantz [122] montre ainsi que les forces de van der waals peuvent représenter près de 80-90 % des forces inter-particulaires. En effet plus les particules sont fines et leur masse volumique faible et plus les forces de V.d.W sont prépondérantes.

Castellanos [123] définit l'indice de cohésion granulaire $BN = F_i / F_g$. Ainsi plus les poudres sont fines et plus elles sont cohésives car elles sont plus sensibles aux forces de V.D.W et moins à celles gravitationnelles. Enfin cette cohésion n'est pas seulement liée aux forces d'attraction mais aussi à l'humidité rémanente. Plus les particules sont fines et plus leur surface spécifique est élevée, leur sensibilité à la prise d'humidité est donc plus importante. Les ponts capillaires établis entre les particules vont agir comme des forces de cohésion et réduire sensiblement leur coulabilité.

Le choix de la granulométrie et de la répartition granulaire est donc un compromis entre l'optimisation de la densité du lit de poudre et les contraintes rhéologiques.

1.3.2.2 Morphologie et état de surface particulaire

La morphologie des particules est également un facteur qui impacte la coulabilité des poudres mais pas seulement [124]. Les travaux comparatif de Irrinki et al. [13] et Pasebani [125] effectués entre deux lots de poudres de même granulométrie (acier inoxydable 17-4PH), l'un atomisé à l'azote (figure 1.11.a) et l'autre à l'eau (figure 1.11.b), montrent que la différence de morphologie influe sur le taux de porosité mais aussi la microstructure et donc les propriétés mécaniques. La poudre atomisée à l'eau est plus granuleuse et moins sphérique que celle atomisée à l'azote.

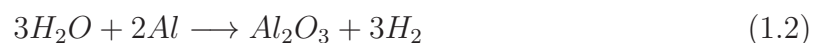
Pour des faibles densités d'énergie entre $64 J/mm^3$ et $80 J/mm^3$, l'écart de densité matière est de l'ordre de 0,7 %. Pour des densités plus élevées entre $84 J/mm^3$ et $104 J/mm^3$ il est de 0,5 %. Cependant l'écart au niveau de la résistance mécanique est beaucoup plus important. Pour les densités d'énergie faibles la valeur de R_m obtenue, avec une poudre atomisée au gaz, est d'environ 1050 MPa alors que celle obtenue à partir de poudre atomisée à l'eau est de seulement 500 MPa. Cet écart se réduit lorsque la densité d'énergie augmente jusqu'à s'inverser. Ce n'est pas la variation du taux de porosité qui influe sur cette caractéristique mais plutôt la répartition des phases austénitique et martensitique et la taille des grains. En effet pour toutes les densités d'énergie, seule la phase martensitique est identifiée lorsque la poudre est atomisée au gaz. Avec la poudre atomisée à l'eau, les deux phases sont mises en évidence. Enfin plus la densité d'énergie augmente et plus la taille de grains diminue pour les deux types de morphologie (excepté à haute énergie et à partir de la poudre atomisée au gaz).

Cette variation microstructurale est imputable aux conditions d'atomisation qui agissent sur la microstructure initiale des particules. Mais aussi potentiellement aux conditions de solidification qui sont impactées par l'interaction laser/matière, elle même influencée par la variation morphologique des grains.

1.3.2.3 Humidité rémanente et oxydation de surface

Dans le cycle de vie des poudres (hors alliages de titane), les étapes de stockage, de transfert ou de tamisage se font parfois sans atmosphère protectrice et sans hygrométrie contrôlée. Les particules peuvent s'enrichir en humidité et le taux d'oxydation peut éventuellement varier. Comme cité précédemment ces deux facteurs influencent la coulabilité des particules mais pas uniquement.

En effet, les porosités formées par fabrication additive SLM sont de deux types morphologiques : irrégulières, formées par un manque de fusion ou bien sphériques [126]. Kempen et al. [127] ont montré que les porosités sphériques sont la conséquence de gaz emprisonné lors de la solidification rapide. Le gaz contenu dans ces porosités est du dihydrogène à environ 96 % [128]. Hors, deux sources potentielles de dihydrogène ont été identifiées par Waingarten et al. [128], elles proviennent des poudres et plus particulièrement du taux d'humidité rémanent et des porosités internes aux particules. En effet la particule d'eau au contact de l'aluminium se dissocie en oxyde et en dihydrogène comme indiqué par l'équation suivante [14] :



Pour une poudre vierge, le taux d'hydrogène provenant de l'humidité rémanente est d'environ 18.8 ml/100g et celui provenant des cavités internes de 14.8 ml/100g, soit

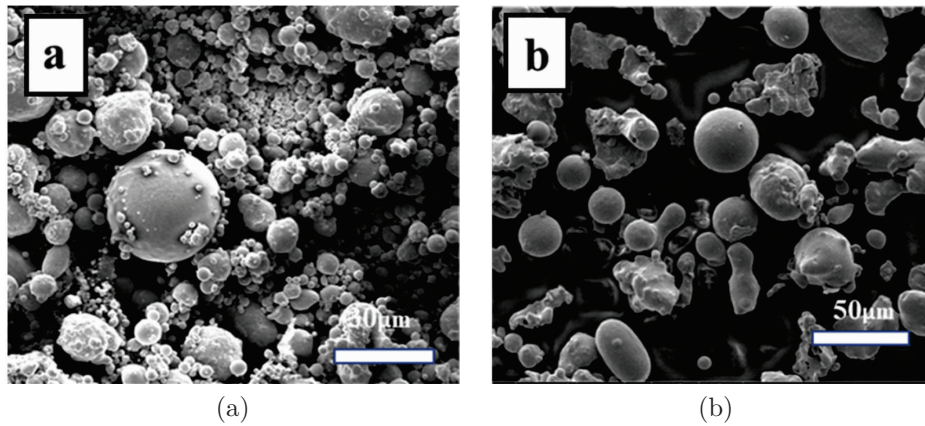


FIGURE 1.11 – a) Image par microscopie électronique à balayage (SEI) de poudres de 17-4 PH : a) atomisée au gaz ($D_{50} = 13 \mu\text{m}$) et b) atomisée à l'eau ($D_{50} = 17 \mu\text{m}$) [13]

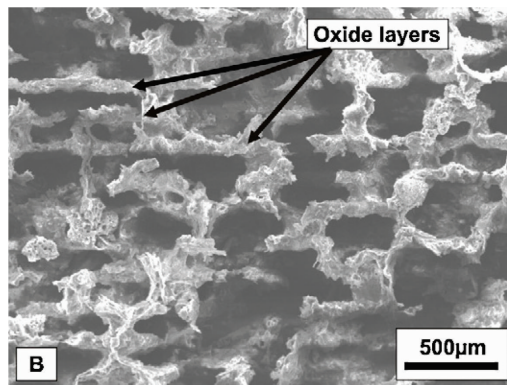


FIGURE 1.12 – Voile d'oxyde inter melt-pool observé par micrographie électronique à balayage (SEI) et identifié à partir d'une attaque à l'hydroxyde de sodium d'un échantillon d'aluminium 6061

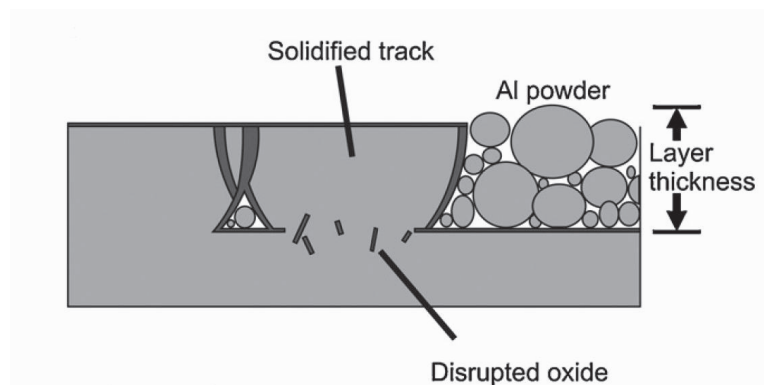


FIGURE 1.13 – Répartition schématique des oxydes après solidification du bain de fusion [14]

au total 33.6 ml/100g. Hors la solubilité du taux d'hydrogène dans l'aluminium à la température de fusion est de seulement 0.7 ml/100g. La nucléation et la croissance des porosités de H_2 est donc inéluctable puisque le taux disponible est 50 fois supérieure à la solubilité maximale, et ce même si une quantité de ce gaz est vaporisée. Du fait de la très haute vitesse de solidification une partie du H_2 vaporisé est emprisonnée dans le bain de fusion.

Olakanmi et al. [129] ont mis en évidence que le taux d'oxydation de particules d'alliage Aluminium/Silicium (de 2,8 wt% à 15,9 wt%) n'a pas d'influence importante sur le domaine de viabilité des paramètres de lasage. En outre le domaine optimale pour optimiser la densité matière est le même.

Cependant cette oxydation peut avoir une influence sur la microstructure des alliages d'aluminium et sur leur densité. En effet l'oxygène présent dans les oxydes surfaciques des particules se retrouve dans les fumées [128] mais aussi sous forme de voile d'oxyde entre les cordons de lasage d'une même couche [14] (figure 1.12.a). Dans le cas de densité d'énergie faible, la température surfacique du bain de fusion est suffisante pour vaporiser l'oxyde en surface mais pas celui au fond et aux bords du bain. Cependant, grâce aux forces de Marangoni l'oxyde en fond de bain est cisailé et réparti dans la matrice. Seul l'oxyde aux zones "d'inter-melt-pool" est conservé (figure 1.13). Celui-ci pourrait affecter fortement l'anisotropie du matériau et ses caractéristiques mécaniques.

Enfin comme l'ont indiqué Li et al. [130] et Wintergerst [131], l'oxyde peut également s'hydrater sous la forme $Al_2O_3.xH_2O$ ou se transformer en hydroxyde de type $Al - CH_xO$. Ces nouvelles formes d'oxydes riches en hydrogène pourraient également être la source de porosités sphériques.

1.3.3 Choix de la paramétrie de mise en oeuvre

Le nombre de variables d'entrées liées aux machines SLM est très important, cf. l'arbre d'Ischikama AMANDE [1.10]. Hors, tous ces paramètres n'agissent pas de façon égale sur l'interaction laser/matière et *in fine* sur la métallurgie des alliages mis en oeuvre. Ces paramètres peuvent impacter à la fois la densité matière du volume construit mais aussi la microstructure locale et macro des matériaux étudiés, que ce soit en terme de taille et morphologie granulaire, de répartition de phases et/ou précipités et également en terme de texturation. Pour chaque matériau ou lot de poudres il convient donc de définir les paramètres machines nécessaires pour maximiser les propriétés physiques et mécaniques.

Les paramètres les plus fréquemment étudiés dans la littérature sont la puissance laser : P (W), la vitesse de balayage : V (mm/s), l'écart vecteur : Ev (μm) et l'épaisseur de couche : Ec (μm) (figure 1.14)

La notion de densité d'énergie volumique (J/mm^3) est très souvent utilisée pour exprimer l'interaction entre ces données. Elle exprime la densité d'énergie moyenne reçue par volume de matière de poudre. Deux variantes sont utilisées pour calculer ce ratio [33] [132] [133] :

$$Dev = \frac{P}{Ev * Ec * V} \quad (1.3)$$

$$Dev = \frac{P}{Ec * Dspot * V} \quad (1.4)$$

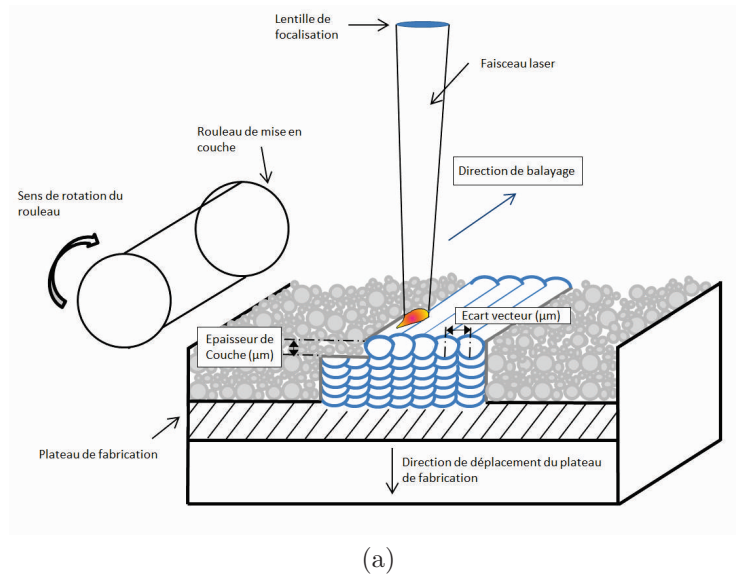


FIGURE 1.14 – Paramètres de lasage les plus fréquemment étudiés dans le cadre du procédé SLM

avec D_{spot} qui exprime le diamètre du spot laser incident en surface du lit de poudre. L'équation 1.3 exprime la densité d'énergie en fonction du ratio entre la puissance laser et le produit de la vitesse de balayage, de l'écart vecteur et l'épaisseur de couche. Dans l'équation 1.4 l'écart vecteur est remplacé par le diamètre de spot. Lorsque l'épaisseur de couche et le diamètre du spot sont constants, ce qui est le cas pour la plupart des études de densification, l'équation 1.4 revient à exprimer un simple ratio d'énergie linéique (J/mm) entre la puissance et la vitesse de balayage. Tandis que l'équation 1.3 prend en compte la triple interaction paramétrique.

D'autres paramètres de second ordre tels que la défocalisation, la stratégie de lasage, le choix du gaz neutre ou la température de chauffage du plateau sont étudiés afin de minimiser les contraintes résiduelles ou d'optimiser les caractéristiques mécaniques des matériaux édifiés.

1.3.3.1 Densification matière fonction des paramètres machines

La densification du volume de matière édifiée, caractérisée par le taux de porosité, est le premier critère suivi lors de la définition paramétrique du procédé SLM. Celui-ci a une influence significative sur les performances mécaniques voire physiques des produits fabriqués [134]. Il a été démontré que les porosités sont des lieux d'initiation de fissures qui se propagent radialement vers la surface [135]. Cet effet est le plus marqué lors de la tenue en fatigue. La variabilité des résultats en fatigue et le nombre de cycles minimum atteint en fonction du taux de porosité est mis en évidence par Leuders et al. [136]. Deux types d'échantillons sont étudiés, l'un poreux à 99.7 % à l'état brut, l'autre compacté isostatiquement à chaud, assimilé à une densité de 100 %. L'alliage considéré est le TA6V.

Pour les échantillons bruts le nombre de cycles atteint est de 27,000 à 290,000 alors qu'aucun des échantillons traités au CIC n'a atteint la rupture avant 2×10^6 cycles.

Les porosités jouent donc un rôle prépondérant sur la tenue en fatigue, ce n'est probablement pas le seul puisqu'ici les états microstructuraux étudiés sont différents.

Pour maximiser la densité matière le choix des paramètres de fabrication doit ainsi permettre de minimiser :

- Les porosités irrégulières typiques d'un manque de fusion intra-cordon ou inter-cordon [135] [15] [16]
- Les porosités globulaires liées au dégazage et/ou à l'emprisonnement gazeux [16] [128] [7]
- Les défauts de types fissuration à chaud ou à froid associés à la microstructure colonnaire ou aux contraintes résiduelles qui s'accumulent avec le nombre de couches [137] [21] (cf *chap.1.3.4* et *chap.1.5*)

Les porosités irrégulières provoquées par un manque de fusion sont corrélées directement à la densité d'énergie volumique ou linéaire mise en œuvre. Plus cette densité d'énergie est faible (soit en augmentant la vitesse de balayage ou en diminuant la puissance laser, à iso épaisseur de couches et écart vecteur) plus les forces de cohésion dans le bain exercées notamment par l'effet de Marangoni sont faibles [138]. Dans ce cas de figure le mode de transition de la chaleur prépondérant est conducteur [133]. Lorsque cette densité d'énergie apportée par l'émission laser diminue, la pénétration de l'énergie par conduction/convection/reflexion dans le lit de poudre est également réduite. Ainsi pour de faibles densités d'énergie, les forces de cohésion et la pénétration du bain dans le substrat ne sont plus suffisantes pour assurer la continuité du bain. Le ratio longueur de bain/largeur augmente, le cordon devient instable et se sépare en fines gouttelettes pour maintenir la pression capillaire uniforme dans le bain de fusion [7]. Ce phénomène est nommé l'effet de "balling" (figure 1.15).

A contrario quand la densité d'énergie volumique est importante le mode de "Key Hole" est activé [16] [7] [128]. Lorsque celle-ci est suffisamment élevée pour atteindre la température de vaporisation du matériau, toujours à E_c et E_v constants, des porosités sphériques d'une centaine de microns sont formées en fond de bain (figure 1.16). La pression de vaporisation exercée dépasse la tension de surface du bain et la pression hydrostatique du métal liquide. La fumée dégagée riche en dihydrogène et en élément tel que le magnésium forme ainsi une cheminée au cœur de bain. Un plasma est initié en fond de bain, celui-ci est à l'origine de la forme caractéristique du bain de fusion, profond et étroit, d'où l'expression du "Key Hole". Lors du refroidissement rapide, le gaz dégagé en fond de piscine est emprisonné.

Enfin, la dissociation du cordon en fines gouttelettes est également observée à très haute énergie il est nommé l'instabilité de Raleigh plateau.

En résumé, pour des densités d'énergie faibles les porosités sont plutôt de type irrégulières, créées par manque de fusion, alors que pour des densités d'énergies élevées elles sont plus petites et globulaires, créées par le phénomène de dégazage et d'emprisonnement pendant la solidification.

Plusieurs études montrent ainsi que le taux de porosité répond de façon mono-modal et proche d'une fonction gaussienne à la variation de densité d'énergie [135] [33] [18] [132]. Aux deux extrémités du domaine la densité matière est faible jusqu'à atteindre un optimum décalé vers la gauche de l'axe des abscisses (figure 1.17.a).

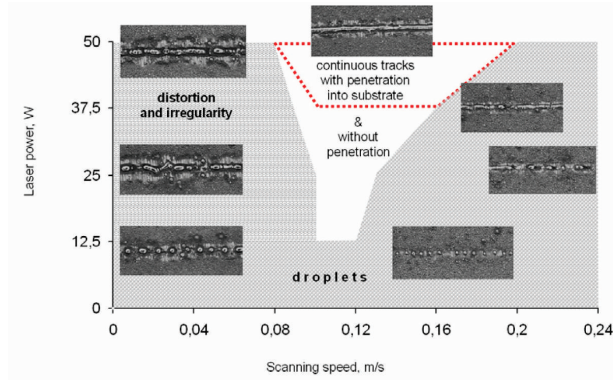


FIGURE 1.15 – Effet de "balling" observé en fabrication additive SLM [15] [7]

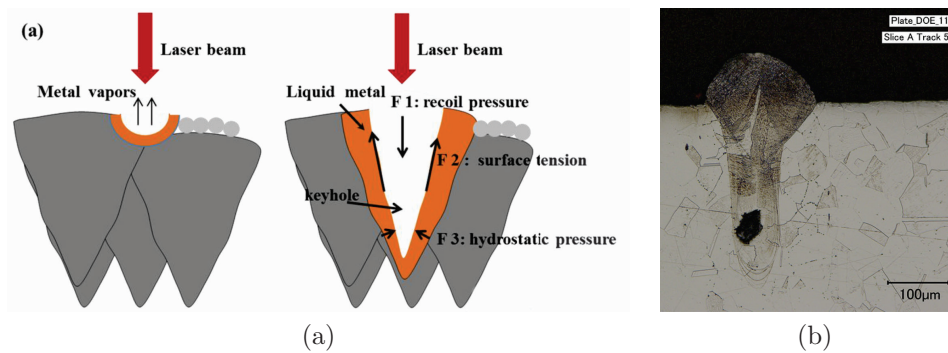


FIGURE 1.16 – a) Mode "Key Hole" observé en fabrication additive SLM [16] ; b) Coupe metallographique d'un cordon unitaire d'acier 316L à P : 150 W, V : 100 mm/S et E_c : 50 μm [17]

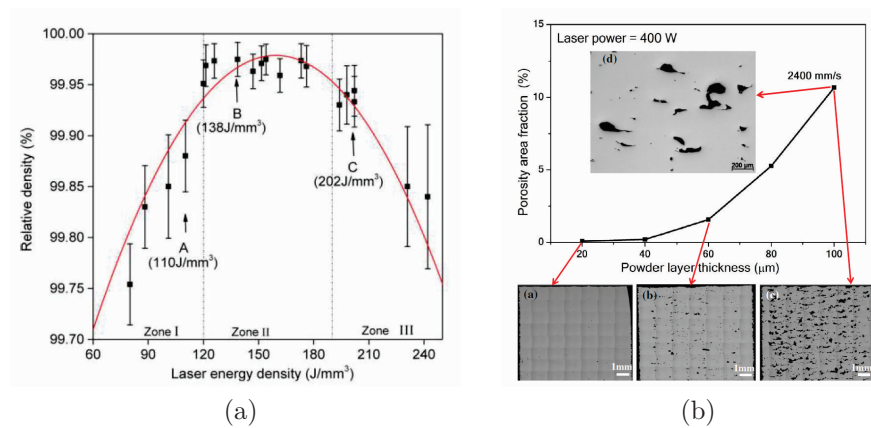


FIGURE 1.17 – a) Variation du taux de porosité en fonction de la densité d'énergie volumique [18] ; b) Evolution du taux de porosité en fonction de l'épaisseur de couche [19]

Pour les deux autres variables intervenant dans le calcul de la densité d'énergie, il a été démontré que l'écart vecteur n'est que très peu impactant sur la densité matière. Han et al. [18] ont ainsi mis en évidence que le taux de porosité ne varie que de 1 % pour une variation de 450 % à 42 % de l'écart vecteur. En raison de la surchauffe excessive du cordon juxtaposé précédemment, des porosités sphériques de quelques microns (voire quelques dizaines) sont formées lorsque l'Ev est inférieur à 60 μm . A chaque passage de cordons la matière solidifiée subit une contrainte thermique excessive. L'hydrogène emprisonné peut ainsi diffuser vers les pores déjà nucléés, généralement positionnés au front de solidification, et accroître la taille de ces porosités [128].

Concernant l'épaisseur de couches, il n'existe que très peu de publications sur son effet. En effet la plupart des machines sont commercialisées avec des épaisseurs de couches prédéfinies [135]. Il a cependant été démontré qu'à iso-paramétrie lorsque l'épaisseur de couche augmente à plus de 200 % de la référence, le taux de porosité augmente de façon abrupte. En deçà de cette valeur la diminution de la densité reste limitée à 1 à 2 % [19] (figure 1.17.b).

On peut enfin citer la défocalisation laser (non identifié dans la formule de Dev) comme un autre facteur prépondérant pour l'optimisation de la densification. La défocalisation modifie la densité d'énergie reçue par le lit de poudre puisque elle modifie le diamètre de spot laser, fonction gaussienne de l'onde émise des lasers fibrés Nd :Yag ou Yb [139]. Le diamètre de spot D_s évolue en effet de la façon suivante :

$$D_s(Z) = D_{s_0} \sqrt{1 + \frac{Z^2}{Z_r^2}} \quad (1.5)$$

avec D_{s_0} qui est le diamètre de spot au point focal, Z la distance de défocalisation par rapport au point focal et Z_r la longueur de Rayleigh. Cette dernière variable est définie comme la distance à laquelle le diamètre de spot est doublé par rapport à celui mesuré au point focal. Elle est calculée ainsi :

$$Z_r = \frac{\pi * D_{s_0}^2}{\lambda} \quad (1.6)$$

avec λ qui correspond à la longueur d'onde du laser.

Bean et al. [139] ont ainsi montré que pour un laser fibré Ytterbium ($\lambda = 1070 \text{ nm}$ et $Z_r = 1.835 \text{ mm}$) la variation de densité est de +/- 5 % pour une variation de défocalisation de +2 et -2 mm. Pour cette amplitude de défocalisation, le diamètre de spot varie de +/-26 μm pour un D_{s_0} de 50 μm . Pour des paramètres de fabrication optimisés à la distance focale, la défocalisation a donc pour effet de diminuer la densité d'énergie, des porosités irrégulières sont ainsi formées. Cependant pour certains alliages sensibles aux conditions de solidifications, modifier cette distance est bénéfique pour réduire la vitesse de refroidissement.

Dans cette sous-partie l'influence de l'ensemble de paramètres influant sur la densité d'énergie ont été étudiés, néanmoins d'autres variables peuvent être prises en compte pour optimiser et maîtriser la densité matière. Pour n'en citer qu'une, la gestion

du flux de gaz neutre a récemment été identifié comme un facteur prédominant [139] [7] [105] par les fabricants de machine SLM. Outre la gestion du taux d'oxygène, ce flux de gaz est primordial pour éviter la re-déposition des particules éjectées lors du lasage. Sa gestion est également importante pour éviter que la fumée dégagée ne perturbe le parcours d'un second laser.

1.3.3.2 Réponse microstructurale à la variation paramétrique

Au cours du processus d'édification, la matière solidifiée est soumise à un historique thermique complexe. Ce cycle comprend un échauffement et refroidissement extrêmement rapide de la poudre ($\sim 10^3 - 10^8 K/s$ [135]), après absorption de l'émission laser, et de nombreux traitements thermiques post-solidification suite aux lasages des cordons adjacents et des couches de poudres supérieures. Outre ce processus thermique, le nombre de paramètres de fabrication agissant sur chaque cycle d'échauffement du matériau édifié est important. Ainsi la microstructure de nombreux matériaux mis en oeuvre par SLM est méta-stable et les compositions de phases sont hors équilibre et hétérogènes entre les différentes zones du matériau [77]. Comparé aux états microstructuraux obtenus par mise en forme conventionnelle, la morphologie et la taille des grains est modifiée ainsi que l'orientation cristallographique préférentielle. Comme pour tout autre procédé d'obtention de la matière la structure de solidification est fonction du gradient thermique G , de la vitesse de solidification R et de la surfusion ΔT . Le rapport de G/R détermine le mode de solidification alors que le produit GR gouverne l'échelle de solidification [140] (figure 1.18.a). Le gradient de température est calculé à partir de la normale n à la surface du front de solidification donnée par la formule suivante :

$$G = \|n\| = \left\| \frac{\partial T}{\partial X}i + \frac{\partial T}{\partial Y}j + \frac{\partial T}{\partial Z}k \right\| \quad (1.7)$$

avec T qui est la température et i, j, k les vecteurs unitaires de l'espace dimensionnel orthonormé.

Quant à la vitesse d'avance du front de solidification R , notée ici V_n , elle est estimée à partir de l'angle Θ formé dans le plan ZX (figure 1.18.b) entre la normale au front de solidification et la direction d'avance du laser :

$$|\vec{V}_n| = |\vec{V}_a| * \cos(\Theta) = |\vec{V}_a| * \cos\left(\frac{\frac{\partial T}{\partial X}}{\sqrt{\frac{\partial T^2}{\partial X^2} + \frac{\partial T^2}{\partial Z^2}}}\right) \quad (1.8)$$

avec $|\vec{V}_a|$ qui est la vitesse d'avance du laser [141].

Le mode de solidification peut ainsi varier de planaire, cellulaire, colonnaire ou équiaxe lorsque le ratio G/R diminue. La morphologie microstructurale la plus répandue en fabrication additive SLM est colonnaire, du fait du déséquilibre entre le gradient thermique et la vitesse de solidification très élevée [7].

Ainsi plusieurs travaux dédiés à l'alliage de titane Ti-6Al-4V mettent en évidence une croissance colonnaire épitaxiale de la phase primaire β sur plusieurs centaines de microns, bien supérieure à l'épaisseur d'une couche, dans la direction de construction [135] [142] [134]. Lorsque la densité d'énergie d'édification est élevée, cette phase primaire β se transforme ensuite en martensite α' sous forme de lattes . Sun et al. [134] ont

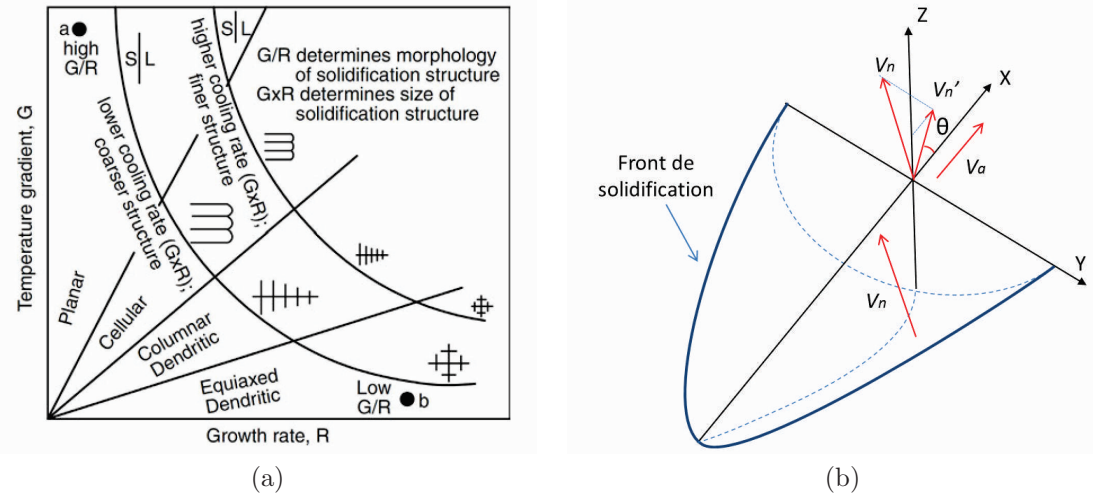


FIGURE 1.18 – a) Effet du gradient de solidification G et de la vitesse de solidification R sur la taille et la morphologie microstructurale [20]; b) Relation entre la direction de lasage et la normale au front de solidification

démontré que la largeur des grains colonnaires β se réduisait sensiblement, de 200 μm à 50 μm , lorsque la densité d'énergie est diminuée par deux. La martensite formée à coeur s'affine, devient aciculaire et l'espace entre les grains augmente [135].

On constate la même croissance colonnaire sur les alliages d'inconel 718, d'acier martensitique 17-4PH ou encore les alliages d'aluminium 7XXX, 2XXX ou 5XXX [7]. Comme l'indique le critère de Hunt [143], malgré le déséquilibre entre G et R, la vitesse de solidification n'est pas suffisamment élevée par rapport au gradient thermique pour atteindre la transition de croissance granulaire colonnaire à équiaxe [56]. Les conditions de solidification et la très forte orientation du flux de chaleur du haut vers le bas du solide édifié ne permet pas de favoriser la surfusion nécessaire à la nucléation d'une microstructure équiaxe. Cet effet est exacerbé pour des alliages à haute conductivité thermique et constitués d'éléments à haute diffusivité. Sans élément germinant ou favorable à la tenue de la taille de grains (effet de zener pinning), la structuration lors de la solidification est donc nécessairement colonnaire. Elle se propage sur quelques centaines de microns (image 1.19.a) dans la direction du flux de chaleur, c'est à dire orthogonalement au plateau de fabrication.

Il a cependant été démontré par Qi et al. [16] que cette croissance colonnaire pouvait être modifiée lorsque le mode de "Key Hole" est activé. En dépit des porosités formées en fond de bain, la très haute densité d'énergie apportée favorise la fluctuation du flux de chaleur. Des multiples cycles thermiques sont générés dans un volume de matière restreint. L'orientation des grains est ainsi irrégulière et leur taille réduite (image 1.19.b). Toutefois ce mode de lasage n'est pas applicable à l'échelle industrielle car très peu productif.

Pour des alliages d'aluminium de fonderie, la taille des grains et leur orientation est limitée à la taille d'un cordon et identique entre les différentes couches. La croissance granulaire est équiaxe au front de solidification et colonnaire au coeur du bain dirigé

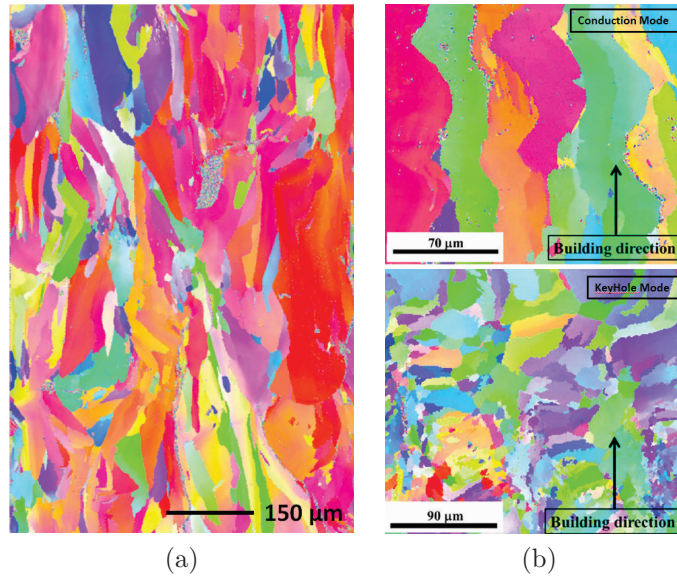


FIGURE 1.19 – a) Croissance colonnaire de la phase d'aluminium fcc α d'un alliage d'aluminium 7075 édifié par SLM [21]; b) Modification de l'orientation et de la taille d'un grain d'un alliage d'aluminium 7050 en fonction de la densité d'énergie [16]

Structure Cristallographique	Direction de croissance préférentielle	Matériaux
Cubique faces centrées	$\langle 100 \rangle$	Alliage d'aluminium, aciers inoxydable austénitique
Cubique centrée	$\langle 100 \rangle$	Aciers au carbone, aciers inoxydable ferritique
Hexagonal	$\langle 10\bar{1}1 \rangle$	Alliages de Titane

Tableau 1.4 – Direction de croissances préférentielles pour des matériaux polycristallins

vers le centre. Les conditions de solidification à l'échelle du cordon unitaire ont ici un impact sur la microstructure de solidification.

Pour les alliages à croissance colonnaire inter-couche, dont la structure est cubique face centrée ou cubique centrée, une forte texturation suivant $\langle 100 \rangle$ orientée parallèlement à la direction de construction est constatée [16] [134] [144] [136]. Lors de la solidification, les orientations de croissance sont en concurrence au sein des dendrites alignées avec la direction principale de refroidissement [7]. Hors les directions de croissance préférentielles pour des matériaux polycristallins sont $\langle 100 \rangle$ pour les alliages d'aluminium et les bases fer et $\langle 10\bar{1}1 \rangle$ pour les alliages de titane (tableau 1.4).

Le choix de la stratégie de lasage, c'est à dire la méthode de "remplissage" des zones à fusionner, peut néanmoins influencer sur la texturation. Thijs et al. [34] ont ainsi mis en évidence (pour un alliage d'aluminium AlSi10Mg) que l'orientation cristallographique préférentielle change suivant les directions de lasage et de construction en fonction du choix de stratégie. Comparée à une stratégie unidirectionnelle, l'alternance à 90° de la direction de lasage entre couches paires et impaires a permis de diminuer l'intensité de la

texturation suivant $\langle 100 \rangle$. Elle a également induit la formation d'une texture cubique $\langle 100 \rangle$ moins prononcée selon le sens de construction. L'indice de texture calculé comme l'intégrale des distributions d'orientation dans l'espace eulerien est réduit de 35 %. Thijs et al. ont également démontré que la variation du sens de lasage dans une même direction n'avait que très peu d'impact sur la texturation *a contrario* d'une stratégie en damier qui diminue sensiblement l'intensité de la texturation.

Enfin la paramétrie de lasage peut également avoir une influence plus fine sur la microstructure. Sun et al. [134] ont démontré que la densité d'énergie, impactée par la vitesse de lasage, modifie la composition de la phase martensitique α' . Plus la densité d'énergie est élevée et plus la solubilité de l'aluminium et du vanadium dans la martensite est importante. Les paramètres de maille de ces deux éléments étant plus petits que ceux du titane, cet enrichissement est illustré par le décalage des pics de diffraction aux rayons X de la phase α' .

1.3.4 Interaction laser/matière

Appréhender la phénoménologie liée à l'interaction laser/matière est essentiel pour comprendre au mieux l'influence des données d'entrées sur la matière. La fusion laser peut-être ainsi assimilée à une superposition de sous-phénomènes qui comprend de façon non exhaustive l'absorption, la réflexion, la radiation et le transfert de chaleur, les écoulements de fluide, résultats du transport de masse et de la tension de surface. Pour maîtriser la fusion sélective laser qui fait appel à des domaines scientifiques tels que l'optique, la métallurgie, la thermique, la mécanique des matériaux, il convient de commencer par une approche simple, qui reste toutefois fidèle aux caractéristiques principales des phénomènes mis en jeu. L'interaction laser matière peut ainsi être résumée en trois phases : échauffement du lit de poudre, fusion, retrait et enfin solidification.

1.3.4.1 Absorption, réflexion et radiation de l'émission laser

L'interaction entre le spot laser et le lit de poudre dépend de nombreux paramètres tous fonction du type de laser utilisé, des propriétés physicochimiques du matériau et du choix de la granulométrie particulaire.

Les électrons libres se déplaçant entre les ions (atomes ou molécules chargés électriquement) du réseau cristallin forment un "gaz électronique" qui agit sur les propriétés physiques des métaux mais aussi sur l'interaction laser/matière [15]. Lorsque l'onde électromagnétique monochromatique du laser interagit avec le réseau cristallin de la matière, les photons transmis fournissent de l'énergie aux électrons libres. Cette énergie est ensuite transmise à l'ensemble du volume de matière. Si la durée d'irradiation est plus courte que la durée de refroidissement des électrons, la vitesse de transmission de l'énergie reçue par les ions est suffisamment élevée pour casser les liaisons atomiques sans transfert de chaleur. Ce régime est décrit comme femtosenconde, il est utilisé et développé actuellement par le GIE (Groupement d'Intérêt Economique) Manutech-USD pour sublimer la matière localement et ainsi optimiser l'état de surface obtenue par SLM [145].

L'absorption de l'émission laser se faisant par les électrons libres, la pénétration de la radiation dans le solide est limitée à un voire deux diamètres atomique [133].

Element	A ($\lambda = 1.06 \mu\text{m}$)	A ($\lambda = 10.6 \mu\text{m}$)
Al	0.09	0.02
Cu	0.02	0.01
Fe	0.36	0.03
Mo	0.43	
Ni	0.26	0.03
Ti	0.30	0.08
Co	0.27	0.05

Tableau 1.5 – Caractéristiques de l’absorptivité de l’émission laser Nd :YAG ($\lambda = 1.06 \mu\text{m}$) et CO2 ($\lambda = 10.6 \mu\text{m}$)[60] [61]

L’absorbance A des métaux est donc très faible et variable entre les éléments. Elle est seulement de 9 % pour l’aluminium, dans le cas d’un laser Nd :Yag ($\lambda = 1.06 \mu\text{m}$), et de 36 % par exemple pour le fer [60] [61] (voir tableau 1.5).

Cette absorption est fonction de la résistivité électrique car elle dépend de l’absorption conductive des électrons libres. Ainsi elle est exprimée de façon simplifiée comme une fonction directe de la résistivité électrique ξ_r [146] :

$$A = 112.2\sqrt{\xi_r} \quad (1.9)$$

Elle varie de façon abrupte lorsque le matériau irradié atteint sa température de fusion. Cet effet est le plus accentué pour des longueurs d’onde proche infrarouge. L’absorbance de l’aluminium passe de 29 % à 35 % pour une longueur d’onde de 308 nm et de 2.8 % à 3.5 % pour un λ de 10.6 μm [147] [148].

Outre le phénomène d’absorbance, de multiples réflexions de l’émission laser sont observées dans le lit de poudre (figure 1.20). Lorsqu’une particule est irradiée par le faisceau, elle absorbe une partie de son énergie et réfléchit le reste jusqu’à ce que l’intensité de l’onde soit négligeable [22]. Ainsi l’angle d’incidence du laser n’a que très peu d’impact sur l’absorbance du lit de poudre contrairement à la surface d’un matériau massif [15]. Elle est le plus élevée lorsque le laser interagit avec les particules puis diminue lorsque le bain de fusion est formé. La granulométrie et la méthode de mise en couche ont donc un impact fort sur l’interaction laser/matière car elles agissent directement sur les réflexions et donc l’absorption du laser. Ainsi pour des répartitions granulaires qui favorisent la densité du lit de poudre, la pénétration du laser sera plus faible que pour un lot de poudre peu dense. De même que lorsque l’épaisseur de couche augmente, l’énergie absorbée diminue à contrario de la densité d’énergie [7]. Certains systèmes de mise en couche par rouleau favorisent la densité du lit de poudre et *in fine* celle de la matière mais limitent l’absorption.

Outre la longueur du laser mis en jeu, fonction du matériau amplificateur, la répartition de son énergie est un autre facteur qui agit fortement sur l’absorption de l’émission. La plupart des lasers utilisés sur machine SLM ont une répartition énergétique Gaussienne axisymétrique dont la fonction se décrit comme suit :

$$P_d = \frac{fP}{\pi r_{spot}^2} \exp\left(-f \frac{D^2}{D_{spot}^2}\right) \quad (1.10)$$

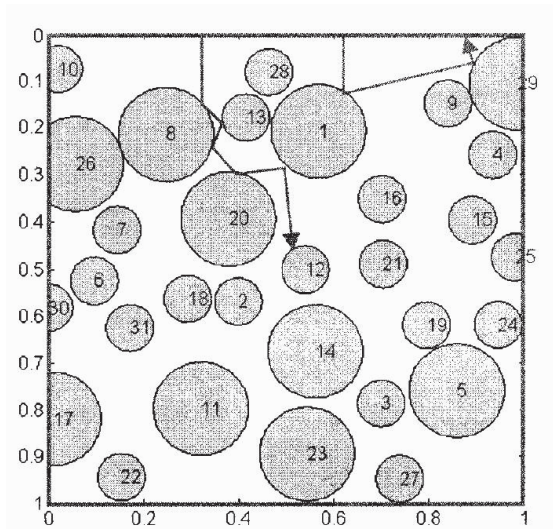


FIGURE 1.20 – Illustration 2D simplifiée des réflexions multiples du laser dans un lit de poudre [22]

avec f qui est le facteur de distribution, P la puissance de la source laser, r_{spot} le rayon en sortie de fibre laser et D la distance radiale de l'ensemble des points par rapport à l'axe du spot laser. Cette distribution est à l'origine de la forme caractéristique des bains fondus. En fonction du facteur de distribution la densité d'énergie apportée par le laser varie (figure 1.21). Enfin les réglages du système de collimation agissent aussi sur la distribution énergétique et sur l'interaction laser/matière

Afin d'éviter une hétérogénéité de l'absorbance en fonction de la position de la zone irradiée, l'onde électromagnétique du laser est polarisée circulairement [15].

1.3.4.2 Principe des transferts de masse et de chaleur

Les forces qui gouvernent le transport de liquide dans le bain de fusion sont de deux natures :

- Les forces volumétriques qui comprennent la capillarité, la flottabilité et l'électromagnétisme
- La tension de surface (TdS) $d\gamma/dT$ qui agit *in fine* sur la morphologie du bain liquide

Pour la fabrication additive, la tension de surface domine l'ensemble des autres phénomènes dans la zone en fusion. Les forces électromagnétiques apparaissent uniquement lors du soudage à l'arc, elles sont le fruit de l'interaction entre les directions divergentes du courant et le champ magnétique induit [15]. Les forces de gravité agissent à la fois sur le flux ascendant au centre du cordon et sur les forces capillaires [149]. Elles ont un effet négligeable par rapport à la tension de surface.

Les gradients de température et de composition chimique sont les facteurs les plus influents sur la TdS [7]. La variation spatiale de ces gradients est à l'origine des mouvements du liquide dans le bain, de la zone où $d\gamma/dT$ est la plus faible vers une région où elle est la plus élevée [15]. La concentration en élément actif tel que l'oxygène,

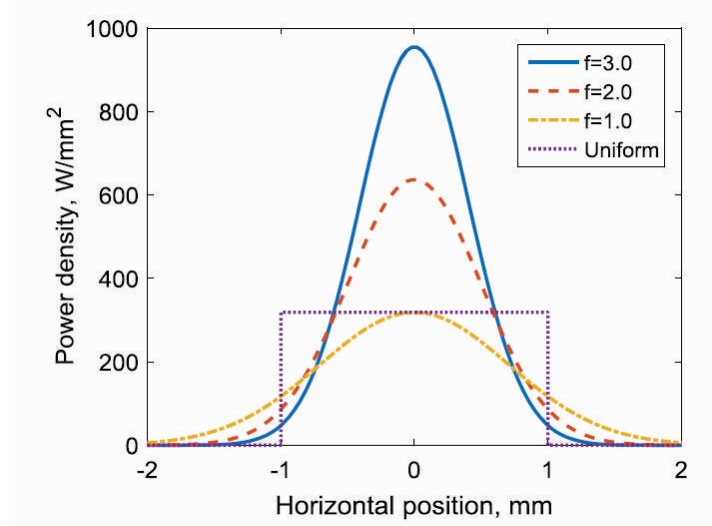


FIGURE 1.21 – Distribution d'énergie pour une soucre laser de 1000 W et d'un rayon de spot de 1 mm [7]

le soufre ou l'azote affecte significativement la tension de surface. Ces éléments ont en effet une propension forte à migrer à la surface du bain liquide [7]. Pour un métal pur la tension de surface est négative, elle tracte le métal liquide du centre du bain vers l'extérieur, là où la température est la plus faible. Le bain est ainsi étiré et peu profond. Pour des alliages riches en éléments actifs la tension de surface peut changer de signe excepté à des températures proche du point de vaporisation. La formation d'oxyde en surface modifie fortement les interactions entre le liquide et la zone solide. Li et al. [150] ont ainsi déterminé (pour un acier inoxydable) que la variation de la tension de surface, mesurée par la méthode de Rotenberg, varie de la façon suivante en fonction du taux de soufre et d'oxygène :

$$\gamma = 1820 - 304 \ln(1 + 383C_O) - 182 \ln(1 + 260C_S) \quad (1.11)$$

avec C_O et C_S les concentrations massiques d'oxygène et de soufre. La tension de surface change de signe pour une concentration en soufre de 30 ppm en masse. En fonction des conditions internes et externes à la zone fondue, la variation de $d\gamma/dT$ peut également produire des mouvements inverses du liquide [149] favorisant une forme concave du bain. L'effet de convection est la résultante de cette tension de surface, il est plus communément désigné comme l'effet de Marangoni. Il est exprimé de la façon suivante :

$$\tau_M = \frac{d\gamma}{dT} \frac{dT}{dr} = -\mu \frac{du_i}{dx_k} \quad (1.12)$$

avec T qui exprime la température, τ_M la contrainte de Marangoni, r la distance radiale par rapport au centre du spot laser, u_i la vitesse d'avance du laser, x_k la profondeur dans le bain et μ la viscosité dynamique du métal fondu.

L'augmentation de la densité d'énergie, en réduisant le diamètre de spot ou en augmentant la puissance laser, engendre un accroissement important de la convection de Marangoni. Cette augmentation de la vitesse de convection a pour impact d'étirer

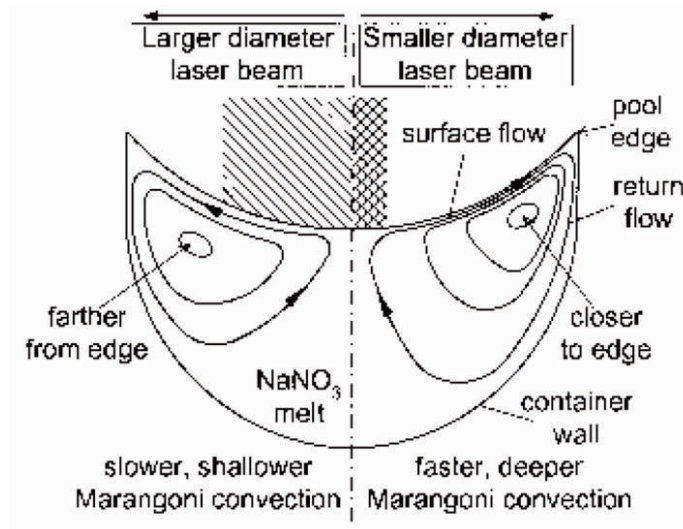


FIGURE 1.22 – Variation de l’effet de convection de Marangoni en fonction de la largeur du diamètre de spot laser [23]

le cordon formé. Cependant ces deux paramètres n’agissent pas de la même façon, l’augmentation de la puissance a tendance à accroître la profondeur de convection tandis que la réduction du diamètre de spot a l’effet inverse [23] (figure 1.22).

Pour comprendre l’impact des paramètres d’édification ou des matériaux sur les mécanismes prépondérants dans la formation et la stabilisation du bain de nombreux paramètres adimensionnés sont proposés. Ils permettent en effet d’exprimer en une seule variable l’impact de plusieurs phénomènes sur le bain de fusion. Les campagnes d’optimisation des paramètres de fabrication sont donc réduites. Parmi ces variables adimensionnées le caractère prépondérant de la conduction ou de la convection dans le bain de fusion est déterminable par l’indicateur de Peclet, Pe :

$$Pe = \frac{UL}{\alpha} \quad (1.13)$$

avec U qui est la vitesse d’avance de la source de chaleur, α la diffusivité thermique de l’alliage fondu et L la longueur du bain fondu. Une valeur élevée de cet indicateur ($Pe \gg 1$) signifie que la convection est le phénomène dominant pour le transfert de chaleur. La forme du bain représentative de ce mode de transfert est allongée et aplatie jusqu’à tendre vers une forme convexe (figure 1.23).

L’indicateur de Prandtl permet lui aussi de dissocier la prépondérance de la conduction ou de la tension de surface dans le bain de fusion en fonction des critères physiques du matériau :

$$Pr = \frac{C_p \mu}{\alpha} \quad (1.14)$$

avec C_p la capacité calorifique, et μ la viscosité dynamique du bain. Il exprime donc la propension pour chaque matériau à adopter un comportement conductif ou convectif lors de la formation du cordon. Pour l’aluminium, le transfert de chaleur serait plutôt conductif ($Pr = 0.02$) alors que pour un acier il serait plutôt convectif, ($Pr = 0.1$).

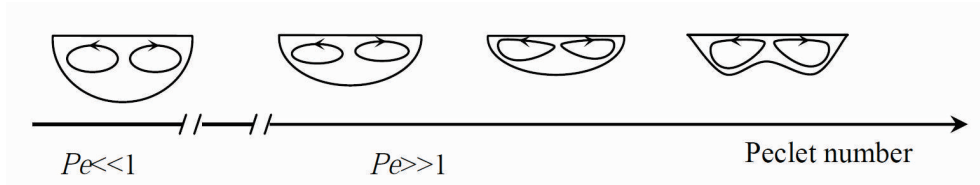


FIGURE 1.23 – Variation de la forme du bain fondu en fonction de l'indicateur de Peclet [7]

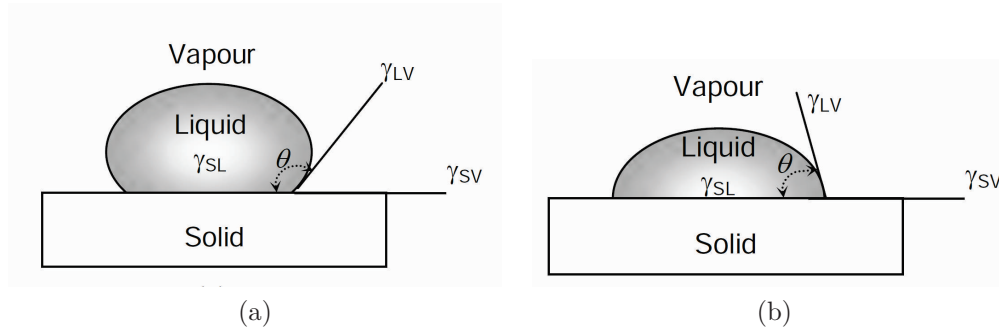


FIGURE 1.24 – Effet des tensions de surface interfaciales : a) $\theta > 90^\circ$ pas de mouillage, b) $\theta < 90^\circ$ mouillage entre le cordon et le substrat [24]

La viscosité dynamique du bain, que l'on retrouve dans l'expression de la contrainte de Marangoni et dans l'indicateur de Prandtl, joue un rôle essentiel quant à sa stabilité. Elle doit être réglée de sorte d'être assez basse pour que le bain de fusion "s'étale" sur la couche précédente et assez haute pour que la tension de surface interne au cordon empêche le phénomène de "balling". [149].

Deux phénomènes sont ainsi distingués pour exprimer ce compromis, la mouillabilité et la diffusion. Le premier implique que le métal se diffuse sur le substrat plutôt que de former des billes de particules discontinues (balling) [15]. Il est décrit par l'équation de Young-Dupre comme un rapport entre les tensions superficielles solide/gaz (γ_{SG}), solide/liquide (γ_{SL}) et liquide/gaz (γ_{LG})(figure 1.24)[24] :

$$\cos\theta = \frac{\gamma_{SG} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LG}} \quad (1.15)$$

La forme du front de solidification en contact avec le substrat en est donc fonction. Le coefficient de diffusion représente la mesure quantitative de la mouillabilité S_{sp} , qui est la différence entre la tension de surface solide/gaz et la somme des tensions de surface liquide/gaz et solide/liquide. Lorsque la mouillabilité est élevée, l'angle de contact est faible et le coefficient de diffusion élevé et a contrario lorsque la mouillabilité est faible, l'angle de contact est élevé et le coefficient de diffusion inférieur à 0.

$$S_{sp} = \gamma_{SG} - (\gamma_{SL} + \gamma_{LG}) \quad (1.16)$$

Pour conclure la somme des forces mises en jeu permettent d'expliquer notamment

l'écart important entre le diamètre de spot laser et la largeur du bain de fusion. Les forces de capillarités et le transport de chaleur engendrent une largeur de cordon 2 à 3 fois supérieure à celle du diamètre de spot.

1.3.4.3 Vaporisation, dénudation et éjection de matière

La densité d'énergie apportée par l'émission laser est très intense et suffisamment importante pour atteindre la température de vaporisation de certains éléments ou "polluants" qui constituent les alliages. Cette vaporisation a pour premier effet de modifier la composition chimique de l'alliage de référence et ainsi la microstructure et les propriétés mécaniques visées. Brice et al. [151] ont montré que l'Al se sublime à hauteur de 10 à 15 % dans un alliage de titane TA6V édifié par EBM. Les températures étant plus basse qu'en SLM on peut supposer que cette vaporisation serait plus importante sous l'effet d'un laser. Cette tendance est cependant à valider puisque la chambre de fabrication est sous-vide en EBM, ce qui n'est pas le cas du procédé SLM. L'équation de Langmuir définie, pour une pression atmosphérique nulle, le taux de vaporisation d'un élément i :

$$J_i = \frac{\lambda_c P_i}{\sqrt{2\pi M_i T}} \quad (1.17)$$

avec P_i et M_i la pression de vaporisation et la masse moléculaire de l'élément i , T la température et λ_c un coefficient représentatif de la fraction positive d'atomes condensés lors de la vaporisation. Cette estimation surévalue la vaporisation réelle et peut être recalibrée avec une valeur appropriée de λ_c [7]. Elle évolue également de façon proportionnelle à la pression de vaporisation fonction exponentielle de la température. Le calcul de ce dernier paramètre est donc crucial pour déterminer le taux de vaporisation. Enfin Lovis et al. [14] ont démontré que le magnésium est l'élément le plus sensible à la vaporisation dans les alliages d'aluminium, le taux contenu dans les fumées est bien supérieur à celui présent dans le matériau édifié.

Le flux de vapeur formé est à l'origine de la forte pression de recul ($> 10^4$ Pa) appliquée vers le bas du bain de fusion [152]. Des particules sont ainsi expulsées du bain de fusion et projetées sur le lit de poudre. Elles ont pour effet de dégrader l'état de surface, la densité matière et de polluer le lit de poudre recyclé (changement de granulométrie et oxydation). Les projections apparaissent lorsque les protubérances formées au front de solidification possèdent une énergie cinétique, résultante de la pression de recul, suffisamment importante pour dépasser la tension superficielle. En outre cette énergie doit être supérieure à la pression capillaire exercée dans le bain, fonction directe de la tension de surface [153] :

$$\rho_L u^2 > \frac{\alpha}{R} \quad (1.18)$$

avec ρ_L la masse volumique du liquide, u la vitesse d'expulsion, α la tension de surface et R le rayon du front de solidification. Il a été démontré par Kaplan et al. que pour $R = 200 \mu\text{m}$ et $\alpha = 1.5 \text{ N/m}$, la vitesse d'expulsion dans un acier 316L est de l'ordre de 1 m/s. Lorsque la densité d'énergie apportée par le laser augmente, la pression de recul augmente engendrant une augmentation des tailles de particules expulsées et une répartition granulométrique plus dispersée [25].

Cependant il a été démontré [152] [153] [26] que cette pression de recul n'est pas la source première de projection. Au fur et à mesure que le laser parcourt le lit de

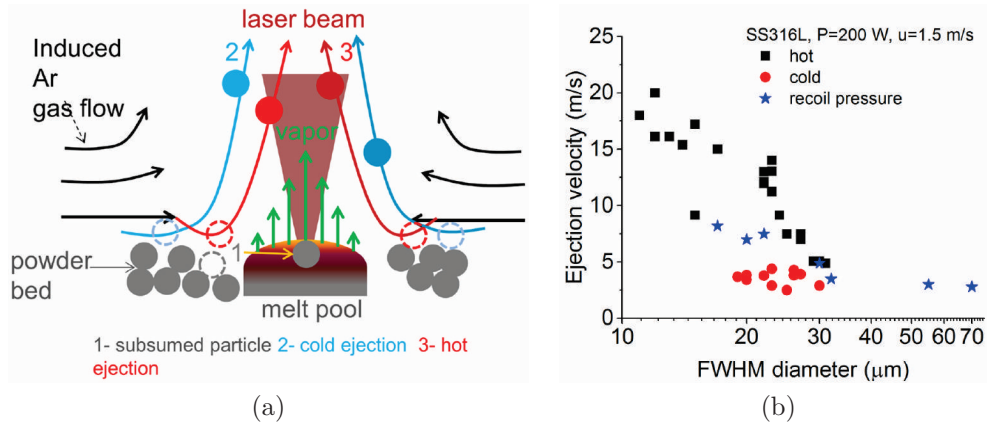


FIGURE 1.25 – a) Représentation schématique de la projection de particules sous l’effet de la dépression formée par le flux de vapeur métallique; b) Répartition granulaire des particules en fonction de leur vitesse d’éjection [25]

poudre, de nombreuses particules sont emportées vers le haut et vers l’arrière par rapport à la direction de lasage. La chute de pression à proximité du bain de fusion induit à travers l’effet de Bernoulli un flux de gaz vers l’intérieur, provoquant une perturbation qui entraîne les particules avoisinantes vers le bain liquide (figure 1.25.b). La force d’entraînement qui permet le détachement des particules et éventuellement leur entraînement est donnée par la formule de Stokes [25] :

$$\rho_p \frac{4}{3} \pi a^3 \frac{dv}{dt} = 6(v_g - v_p) \pi \eta a \quad (1.19)$$

avec v_p la vitesse de la particule, v_g la vitesse du flux de gaz, ρ_p la masse volumique de la particule d’un rayon a et η la viscosité du gaz.

La solution de cette équation à $v_p = 0$ et $t = 0$ est donnée par l’expression suivante :

$$v_p = v_g \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}}\right); \tau = \frac{2\rho_p a^2}{9\eta} \quad (1.20)$$

où τ est la durée d’entraînement. Pour une vitesse d’avance de 1 m/s et un diamètre équivalent du flux de vapeur de 50 μm , le temps d’exposition d’une particule dans le jet est de l’ordre de 50 μs . Hors la durée d’entraînement est estimée par Ly et al. à 2,5 ms pour une particule d’acier de diamètre 20 μm . Ainsi $t \ll \tau$ et l’équation 1.20 peut être assimilée à $v_p \approx \frac{v_g t}{\tau}$, la vitesse des particules évoluent donc proportionnellement avec le temps.

La vitesse d’entraînement du flux de gaz et la température diminuent lorsque la distance par rapport à la zone de fusion augmente. La vitesse d’entraînement maximale d’une particule d’acier ($a = 10 \mu\text{m}$) est de l’ordre de $0.06 v_g$ à proximité de la zone d’interaction. Les vitesses de projection peuvent donc atteindre la dizaine de mètres par seconde.

Les particules entraînées dans le flux de gaz ascendant sont ainsi potentiellement soumises à trois types de parcours :

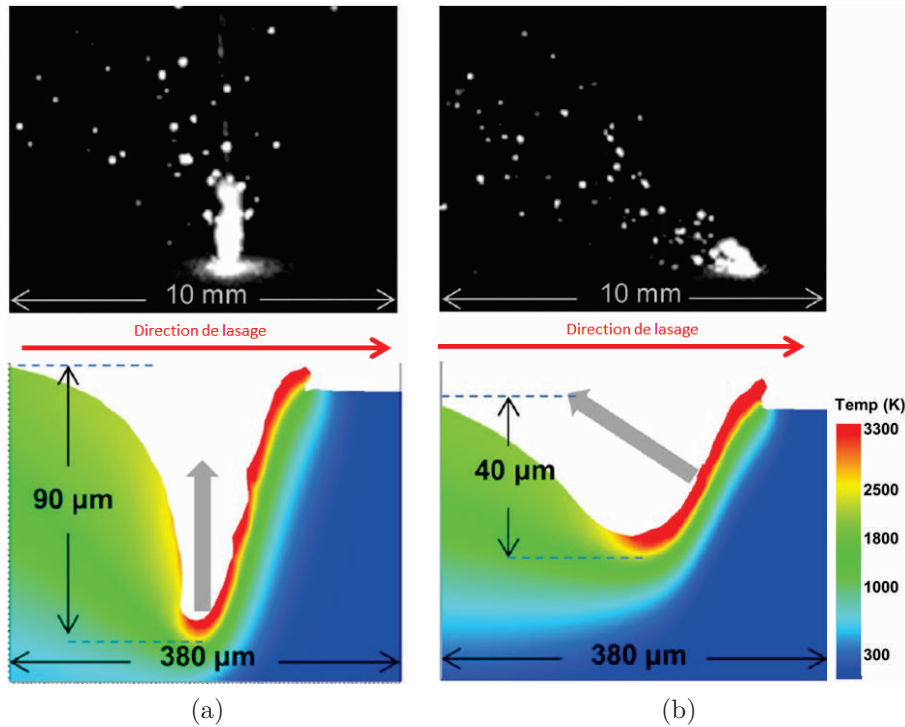


FIGURE 1.26 – a) Projections de particules lors de la mise en oeuvre par SLM d'un acier 316L : a) $P = 150 \text{ W}$, $V = 0.5 \text{ m/s}$, b) $P = 200 \text{ W}$, $V = 1.5 \text{ m/s}$ [25]

- Elles sont entraînées et incorporées dans le bain de fusion.
- Elles suivent le flux de gaz mais ne sont pas irradiées par le laser et sont ainsi éjectées sous forme de particules froides.
- Le flux de gaz les emportent dans la zone d'irradiation du laser et elles sont ensuite projetées sous forme de particules chaudes reconnaissables à leur brillance.

60 % des particules projetées sont estimées être des particules "chaudes", 25 % des particules froides et 15 % dues à la pression de recul. Il est possible de les dissocier par leur parcours et donc leur vitesse de projection. Les particules entraînées par la dépression sous l'effet de Bernoulli sont celles dont la vitesse d'éjection est la plus forte (20 m/s pour les projections chaudes, 4 m/s pour les particules froides) (figure 1.25a). Concernant les particules soumises à la radiation du laser, le temps de passage d'environ $5 \mu\text{s}$ sous le faisceau est, pour les matériaux à faible conductivité thermique ($k < 100 \text{ W/m.K}$), plus court que le temps nécessaire pour qu'elles soient complètement fondues.

Ly et al. ont estimé que le temps de "vol" est plus long que le temps nécessaire aux particules chaudes pour solidifier. Le temps de refroidissement pour une particule d'acier de diamètre $20 \mu\text{m}$ est d'environ 15 ms alors que le temps de parcours est d'environ 200 ms pour une particule ayant une vitesse de projection de 1 m/s ($t=2v/g$). Les projections retombent donc à l'état solide sur le lit de poudre adjacent.

Certaines particules entraînées par la dépression rentrent en collision avec d'autres particules, ce qui génère un important transfert d'énergie cinétique qui modifie les trajectoires des particules impliquées. Lorsqu'une collision se produit entre deux

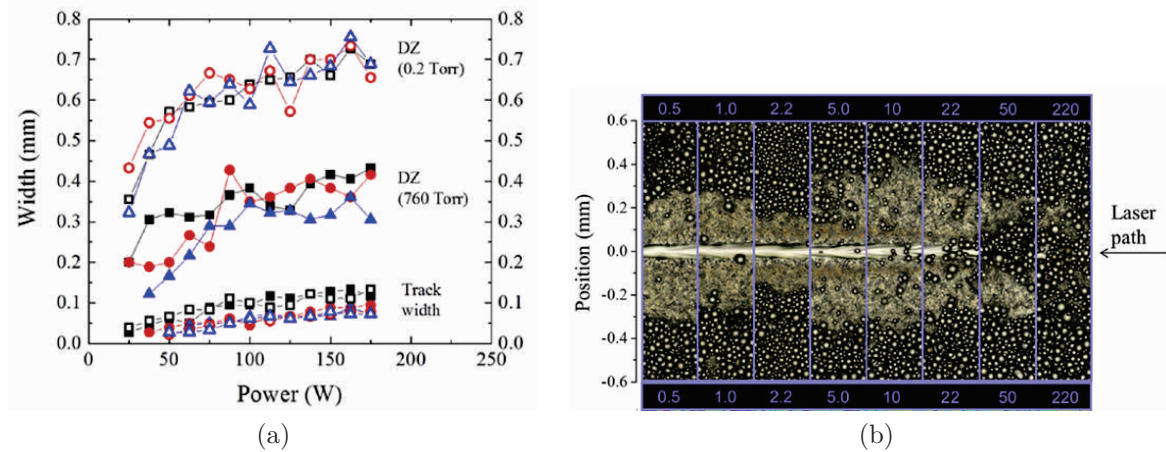


FIGURE 1.27 – a) Variation de la zone de dénudation (DZ) en fonction de la puissance laser et de la pression atmosphérique pour un alliage de titane TA6V ; b) Micrographie optique de la zone de dénudation après lasage en fonction de la pression atmosphérique (torr) ($P = 225 \text{ W}$, $V = 4.4 \text{ m/s}$) [26]

gouttelettes chaudes, la matière fondue fusionne pour former une grosse gouttelette qui se refroidit en une grosse particule et se redépose sur le lit de poudre. Ce phénomène est la source d'important manque de fusion et modifie également la granulométrie de la poudre recyclée.

Enfin les directions de projections changent en fonction de la paramétrie de lasage. Lorsque la densité d'énergie est élevée le mode "Key Hole" engendre une direction de projection verticale et lorsque la densité d'énergie diminue la direction de projection s'incline (figure 1.26). Bidare et al. [154] ont également démontré que la direction d'éjection change lorsque la puissance et la vitesse augmentent conjointement. A faible puissance et faible vitesse d'avance, la direction d'éjection est vers l'arrière du bain et lorsque ces paramètres augmentent les projections sont dans le sens d'avance du laser. Sous l'influence de la pression de recul et surtout du flux de gaz induit par la dépression une zone de vide est établie, entre le cordon et le lit de poudre, décrite comme la zone de dénudation [155] [26]. Cette zone peut s'étendre sur plusieurs centaines de microns et influence fortement le choix de la paramétrie de lasage et plus spécifiquement l'écart vecteur. Elle augmente de façon conjointe à l'élévation de puissance et à la diminution de la pression atmosphérique. Lorsque la pression de l'enceinte diminue la résistance de la pression ambiante est plus faible, ainsi la vitesse du flux de vapeur augmente favorisant l'effet de Bernoulli. On constate cependant que lorsque le niveau de vide descend en deçà de 10 torr ($\approx 0.013 \text{ atm}$) la dénudation chute fortement. En dessous de cette pression, les molécules d'argon se sont raréfiées et ne sont plus suffisamment nombreuses pour transmettre de l'énergie aux particules de poudres (figure 1.27). Par conséquent la dénudation fonction principale de l'effet de dépression varie en fonction de la quantité de gaz ambiant pour transmettre de l'énergie, de la pression atmosphérique résistive et du flux convectif dans le bain [25]. Le choix du gaz neutre dans l'enceinte a donc un effet important sur la vaporisation et la zone libre [154].

Enfin outre les phénomènes cités précédemment, la première source de dénudation

	Rm (MPa)	Rp0,2 (MPa)	A %	E (GPa)	W(W/m.K)
6061 T6 (Laminé)	290 (mini)	240	6 à 10	70	167

Tableau 1.6 – Caractéristiques mécaniques et physiques de l’alliage 6061 T6 laminé (0,4 à 12,5 mm)[62]

est l’effet de tension de surface, les particules à proximité du cordon sont attirées et incorporées dans le bain. Cet effet est cependant limité à une distance égale au diamètre des particules considérées.

1.4 Métallurgie de l’alliage d’aluminium 6061

1.4.1 Généralités

L’alliage 6061 est un alliage d’aluminium d’origine Américaine (1925) de la famille 6XXX dont les éléments d’addition sont le magnésium et le silicium. On le retrouve généralement sous la forme de produits filés (barres, profilés, tubes) étirés, laminés et forgés. Il est peu soudable (soudage à l’arc, soudage laser, etc) mais possède une bonne résistance à la corrosion, et peut subir un durcissement structural par précipitation de phases durcissantes. Lorsqu’il est traité thermiquement, la résistance mécanique et la dureté du 6061 augmentent grâce à l’apparition de précipités composés de magnésium et de silicium. La composition des précipités dépend de leur type, ils sont stables sous la forme Mg_2Si [27]. Le cuivre peut également participer à la formation de phases durcissantes. L’Al6061 est ainsi fréquemment utilisé à l’état T6, ce qui induit de nombreux traitements thermomécaniques : homogénéisation, mise en forme à chaud par forgeage, mise en solution, trempe, détensionnement, revenu T6. C’est l’un des alliages de la série 6XXX le plus répandu dans le domaine de l’aéronautique et de l’industrie (transports, pipelines, pièces chaudronnées soudées) pour ses aptitudes à la mise en forme à froid à l’état T0 et à la transformation à chaud par laminage, filage et forgeage [156]. Ses propriétés physiques et mécaniques sont également très adaptées aux contraintes des équipements électroniques embarqués dans l’aéronautique :

- Bonne résistance à la corrosion
- Bon niveau de caractéristiques mécaniques
- Aptitude au traitement d’oxydation anodique dur
- Haute conductivité thermique

Il est par ailleurs utilisé dans le domaine de l’énergie pour sa forte transparence neutronique et a été retenu pour la fabrication du caisson-cœur du RJH sur le site du CEA de Cadarache [157].

L’intervalle de solidification de l’alliage est compris entre $530^{\circ}C$ et $650^{\circ}C$ lors d’un refroidissement rapide [31]. Il est essentiellement composé d’une matrice d’aluminium de structure α , cubique à faces centrées dont le paramètre de maille est $a = 4,05 \text{ \AA}$.

1.4.2 Traitements thermomécaniques et précipités

Afin d’optimiser les propriétés mécaniques de l’alliage 6061 un ensemble de traitements thermomécaniques a été établi pour favoriser le potentiel durcissant des

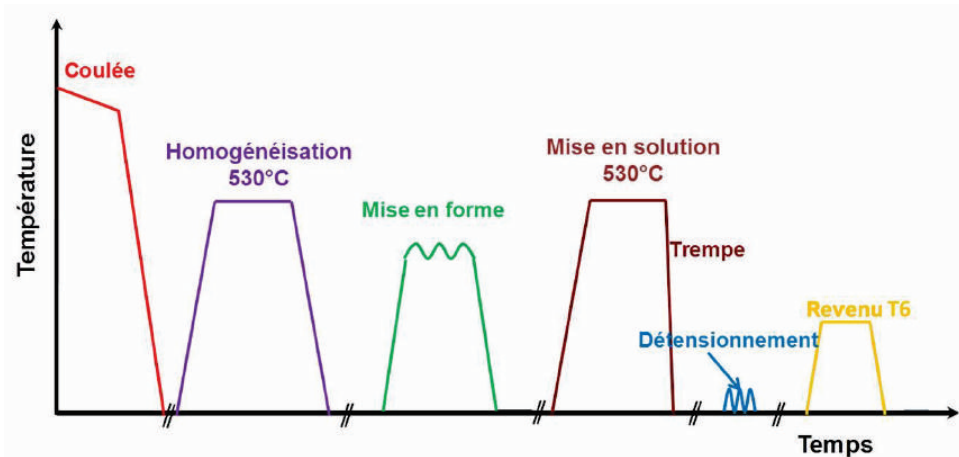


FIGURE 1.28 – Cycle de traitements thermomécaniques appliqués à l'alliage 6061 standard

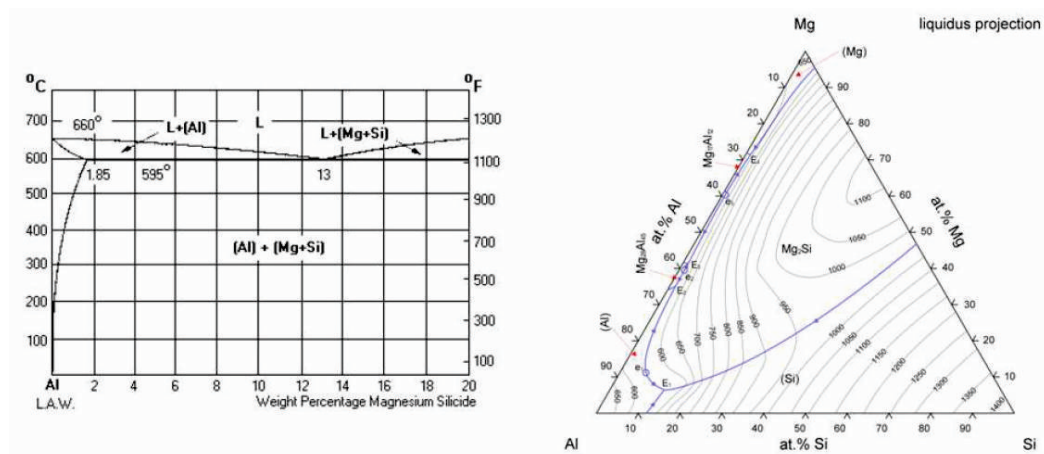


FIGURE 1.29 – Diagramme de phase $Al-Mg_2Si$ et ternaire Al-Mg-Si [27]

précipités $Mg-Si$ et réduire la fragilisation liée à la formation d'intermétallique de type Al-Fe-Si (figure 1.28).

Brut de coulée, le front de solidification de type dendritique établit une hétérogénéité dans la répartition des éléments d'addition. Le solide en croissance rejette du soluté dans le liquide en accord avec son diagramme d'équilibre (figure 1.29). Les compositions en soluté sont donc déséquilibrées entre les fractions de solide et de liquide. De plus la vitesse de diffusion des espèces chimiques est considérablement plus lente dans la phase solide que dans la phase liquide. Ceci est donc à l'origine des hétérogénéités des compositions chimiques [27]. La faible vitesse de refroidissement engendre également la formation de précipités Mg_2Si grossiers et d'intermétalliques au fer, nuisibles pour les propriétés mécaniques de l'alliage. L'objectif du traitement d'homogénéisation est donc d'homogénéiser la concentration en solutés, de dissoudre les précipités grossiers $Mg-Si$ et de transformer les intermétalliques au fer insolubles.

La limite de solubilité du fer dans la matrice d'aluminium à température ambiante est très faible (0,002 %). Brut de coulée une phase β monoclinique (Al_5FeSi) se présente sous forme de plaquettes de 20 μm de longueur, elle est néfaste pour le travail à chaud, l'état de surface et elle favorise l'initiation de fissures sous contraintes. L'homogénéisation entraîne une modification de ces précipités en phase cubique α de morphologie sphérique et micrométrique qui favorise la ductilité du matériau. Cette phase peut également se former directement après la coulée sous forme ellipsoïdale avec une large variation de longueur et une épaisseur de l'ordre de 5 μm ou de sphères de l'ordre de la centaine de nanomètres. Pour ces derniers il s'agit alors de dispersoïdes très stables thermiquement qui ont pour effet d'encrever les joints de grains (effet zener pinning). La température d'homogénéisation est élevée (environ 530 °C) et pour des durées prolongées (environ 9 h).

Une mise en forme à chaud est ensuite effectuée afin de refermer les porosités créées lors de la coulée et de fragmenter les intermétalliques. D'après Maire et Grenier [158] cette étape conditionne en partie la distribution spatiale et la taille des précipités.

A la suite des étapes de mise en forme, un traitement thermique de mise en solution est effectué. Cette étape consiste à remettre en solution une partie des phases grossières et nanométriques Mg_2Si formées lors des étapes précédentes. Pour cela, l'alliage est chauffé à une température au-dessus du solvus et en dessous du solidus, pour ne pas brûler l'alliage. Plus la température de mise en solution est élevée, plus le nombre de phases Mg_2Si dissoutes est important. On estime la température à appliquer entre 550 et 600 °C pour l'alliage 6061-T6. Cela permet d'optimiser le durcissement de l'alliage dû à une plus grande quantité de solutés présents dans la solution solide pour former les nano-phases durcissantes type β'' . La limite d'élasticité est optimisée ainsi que sa ductilité (par réglage du sur ou sous vieillissement). Après cette mise en solution, il subsiste quelques phases grossières Mg_2Si et des intermétalliques au fer. Une durée excessive de cette mise en solution peut avoir des conséquences néfastes sur les propriétés mécaniques de l'alliage du fait de la croissance de la taille de grains. La cinétique de mise en solution des Mg_2Si est rapide elle est estimée à 2 h au palier de température.

A la fin du processus de mise en solution, la pièce subit une trempe afin de préserver le matériau de la précipitation des phases hétérogènes Mg_2Si , de taille intermédiaire, aux joints de grains. Ce refroidissement rapide permet de figer la solution solide sursaturée disponible pour le durcissement structural. La présence de ces précipités est également néfaste pour la ductilité et la ténacité du matériau car ils agissent comme des zones de concentration de contraintes. La vitesse minimale de refroidissement est de l'ordre de 10 °C/s. A posteriori, les zones à proximité des joints de grains seront dénuées de phases durcissantes. Enfin les vitesses de trempe hétérogènes dans la pièce traitée engendrent de fortes contraintes résiduelles. Pour les éliminer, un détensionnement de traction ou de compression est appliqué ($\simeq 2-3\%$), les contraintes sont ainsi libérées par déformation plastique.

Le cycle de traitement se termine par un revenu qui a pour objectif de durcir le matériau via les séquences de précipitation des phases nanométriques. La séquence de

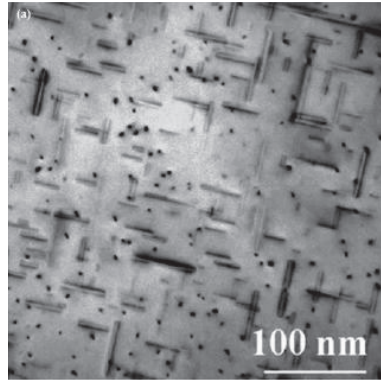


FIGURE 1.30 – Phase β'' suivant les directions $\langle 100 \rangle$ de l'aluminium [28]

précipitation suit le processus suivant :

- Amas de solutés et/ou zones de Guinier-Preston, cohérents avec la matrice
- Précipités métastables β'' , en forme d'aiguille, cohérents avec la matrice
- Précipités métastables β' en forme de bâtonnets, semi-cohérents avec la matrice
- Précipités stables $\beta - Mg_2Si$, sous forme de plaquettes, incohérentes avec la matrice

Le durcissement maximal est atteint lors de la formation des phases β'' , la séquence de précipitation ne doit donc pas être totale [29]. La formation de ces phases dépend de manière complexe des étapes de traitement thermique entre la trempe et le revenu autour de 170-180 °C. On les retrouve en forte densité ($\simeq 10^{22}/m^3$) et sont généralement dirigées suivant les axes $\langle 100 \rangle$ de la matrice d'aluminium [28] (figure 1.30). Elles sont cohérentes avec la matrice le long de l'aiguille et possèdent une relation d'orientation s'écrivant :

$$(001)_{Al} // (010)_{\beta''}; [310]_{Al} // [001]_{\beta''}; [-230]_{Al} // [100]_{\beta''} \quad (1.21)$$

Il n'existe pas de stoechiométrie type des phases β'' , elle est fortement dépendante de la composition chimique de l'alliage. Pour un alliage stoechimétrique les phases contiennent de l'aluminium et un ratio $Mg : Si$ d'environ 1,7. Lorsque le taux de silicium est plus élevé, les précipités β'' sont uniquement constitués de Mg-Si de type Mg_5Si_6 . La substitution du Si par l'Al semble être la conséquence de la faible enthalpie de formation des phases Mg-Al-Si.

Ces phases métastables cohérentes avec la matrice introduisent une distorsion élastique du réseau et des contraintes associées, elles agissent comme des obstacles aux mouvements des dislocations. Cependant elles s'inscrivent dans une séquence de précipitation et lorsque la température de revenu ou de maintien sont excessives elles sont déstabilisées et disparaissent au profit de la phase β' . Cette phase est également métastable, elle est caractérisée par une forme en bâtonnet de 5 à 15 nm de diamètre et de structure hexagonale de type P63/m. Ses paramètres de maille lui assurent une semi-cohérence avec la matrice mais elle participe moins au durcissement structural de l'alliage que les phases β'' . D'après Tsao et al [159] la température de transformation se situerait à 260 °C pour un début de cohabitation à 235 °C.

Si le vieillissement thermique se prolonge suffisamment longtemps, les solutés Mg et Si se retrouvent in fine dans des précipités $\beta - Mg_2Si$. Cette phase a une structure

cristallographique cubique à faces centrées de paramètre de maille $a = 0.639$ nm. Cette phase n'est donc pas cohérente avec la matrice. Les précipités β se trouvent dans l'alliage sous forme de plaquettes fines de quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur et de quelques centaines de nanomètres de longueur de côté.

Ainsi l'évolution des propriétés mécaniques de l'alliage suit l'évolution de cette séquence de précipitation fonction des conditions de revenus. L'état maximal de durcissement est atteint lorsque les phases β'' sont réparties de façon la plus fine et la plus dense possible, cette condition est atteinte au pic de revenu défini comme l'état T6. Les conditions de revenu sont de 170 °C pendant moins de 10 h. Pour une température de traitement plus élevée ou un temps de traitement plus long, des phases plus grossières et moins durcissantes apparaissent. En fonction de l'application visée, les conditions de traitement peuvent être modulées [30] (figure 1.31).

1.4.3 Fissuration à chaud de l'alliage

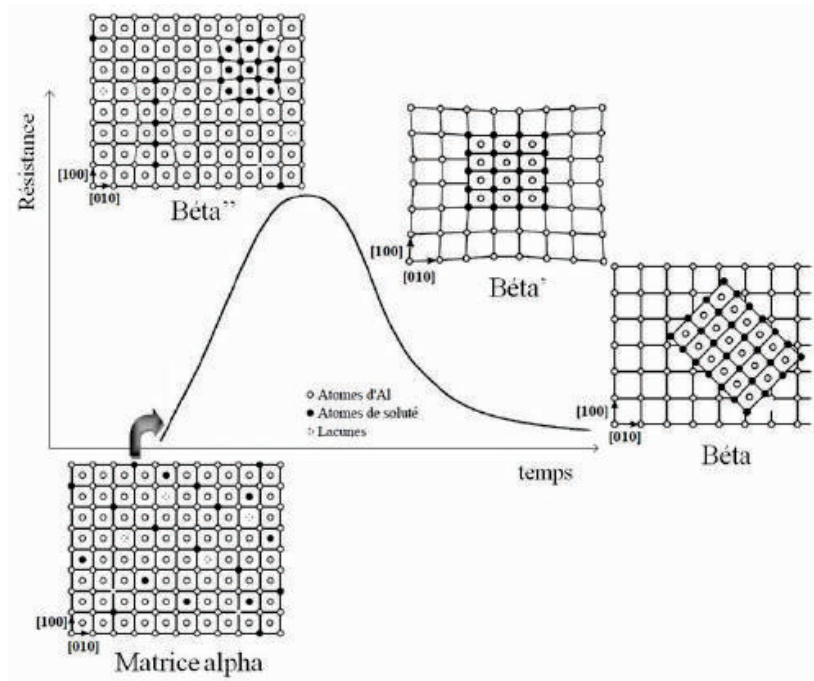
1.4.3.1 Évolution de la fraction de solide et intervalle de fragilité

Pour les procédés d'assemblage conventionnels dont les conditions de solidification sont identifiées comme rapide (ex : Soudage à l'arc) les alliages d'aluminium de la famille 6XXX sont confrontés à la problématique de fissuration à chaud [160].

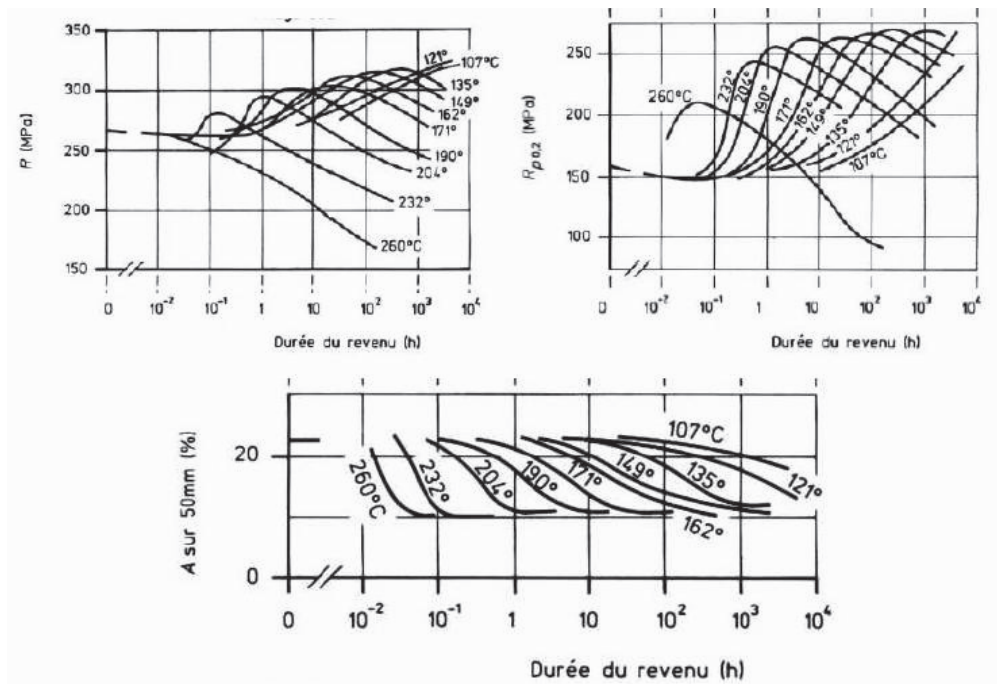
Lorsque le processus de solidification débute, les germes de fraction solide sont présents dans le liquide en quantité restreinte, ils peuvent ainsi se déplacer librement, le matériau est peu visqueux. Plus tard, la fraction de solide de cohérence, notée f_{scoh} (entre 0,15 et 0,6 en fonction des alliages [27]), est atteinte; les dendrites rentrent en contact les unes avec les autres et forment un squelette cohérent. Lorsque ce réseau dendritique se densifie, il ne persiste plus que des fins films de liquide entre les grains, la ductilité du matériau décroît à contrario de sa résistance mécanique [161]. Cependant cette résistance reste peu élevée car les ponts formés entre les dendrites créent un état pâteux, ils n'apportent donc qu'une faible résistance aux déformations. Ces contraintes sont la résultante de la contraction volumique du matériau lors du changement de phase solide/liquide et des gradients thermiques in-homogènes. Les premières fissures peuvent ainsi s'expliquer par le manque de liquide pour colmater les zones de concentration de contraintes aux joints de grains. En fonction de la perméabilité du squelette solide, le liquide aura ainsi une moins forte propension à se déplacer et alimenter les zones de défauts. La fissuration à chaud se propage ainsi au niveau des joints de grains.

Ensuite lorsque la fraction de solide de coalescence f_{scoal} est atteinte, l'intervalle de fragilité est dépassé, les ponts solides entre les grains se renforcent. Une forte augmentation de la résistance mécanique est alors observée. Les valeurs de f_{scoal} se situent autour de 0,96-0,97 pour les alliages Al-Cu [162] (figure 1.32).

L'intervalle de fragilité ou de susceptibilité à la fissuration à chaud se situe entre la température de cohérence, où la fraction de solide est telle que le liquide ne peut plus circuler, et la température de coalescence pour laquelle les ponts solides sont suffisamment résistants pour faire face aux contraintes aux joints de grains. L'intervalle de fragilité est compris pour le 6061 entre 580°C et 596°C pour des vitesses de refroidissement rapide équivalentes au soudage à l'arc [31]. Dans sa thèse Niel [27] propose un comparatif de l'évolution de la fraction de solide avec l'évolution de température dans le bain de fusion, on constate que la zone de fragilité ne concerne

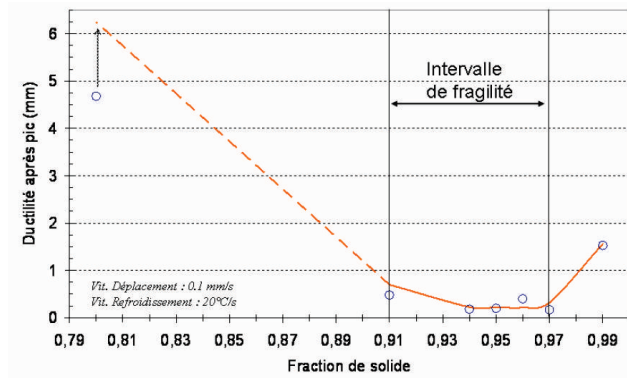


(a)

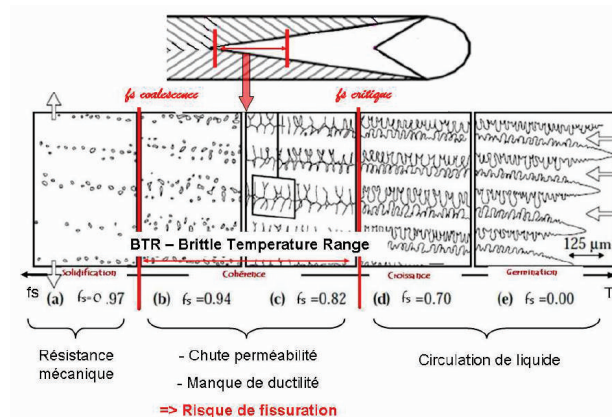


(b)

FIGURE 1.31 – a) Schéma représentant l'évolution de la résistance mécanique de l'alliage en fonction de la séquence de précipitation β [29]; b) Variation des propriétés mécaniques de l'alliage 6061 en fonction des conditions de revenu [30]



(a)



(b)

FIGURE 1.32 – a) Evolution de la ductilité de l’alliage 6061 en fonction de la fraction de solide [31] ; b) Variation de la fraction de solide dans le bain de fusion [27]

qu’un espace réduit du chemin de solidification (figure 1.32).

1.4.3.2 Origine des contraintes inter-granulaires

Les contraintes et déformation issues du processus de solidification résultent de phénomènes de contraction volumique et thermique. Elles se produisent lors du changement de phases solide/liquide mais aussi lors du refroidissement de la fraction de solide.

Lors de la transformation de phase liquide/solide, la densité volumique du matériau augmente, la matière se rétracte ce qui engendre une forte sollicitation en traction de la zone de jonction des dendrites. Pour l’aluminium pur, la contraction volumique est de 6.4 %. Dans les alliages Al-Si, elle dépend de la concentration en silicium, elle décroît linéairement pour atteindre 0 % à 25 wt% de Si [163].

En fin de solidification, lorsque les dendrites forment un squelette solide continu, les déformations engendrées par la contraction thermique du squelette peuvent être néfastes selon les conditions aux limites. Le coefficient de dilatation thermique α est à l’origine de cette contraction. Pour l’aluminium pur il vaut environ $27 \cdot 10^{-6} K^{-1}$. Pour les alliages Al-Mg-Si-Cu, ce coefficient devrait être sensiblement identique mais légèrement décroissant

avec l'augmentation de la concentration en silicium.

Enfin les déformations provenant de la réduction des degrés de libertés de l'ensemble soudé engendrent parfois des contraintes supplémentaires aux zones d'interface. Pour le soudage laser, le bridage des tôles limite les distorsions induites par le cyclage thermique. On peut alors ajouter une contribution aux déformations appliquées à la zone pâteuse. La dissemblance du champ de température augmente cette contribution.

1.4.3.3 Paramètres influant sur la fissuration à chaud

La propension à la fissuration à chaud d'un alliage dépend de plusieurs facteurs :

- La composition chimique
- La microstructure
- La teneur en gaz dissous
- La mouillabilité du solide par le liquide
- Le procédé utilisé

Composition chimique de l'alliage : Pour les alliages binaires Al-X, la susceptibilité maximale du milieu à la fissuration à chaud est atteinte pour une symptote proche de la solubilité maximum de l'élément ajouté à la température d'eutectique. Ces courbes sont dites en lambda [163] [27]. Leur forme a dans un premier temps été associée à l'intervalle de solidification, avec pour seule explication que plus cet intervalle est important et plus le laps de temps parcouru dans la zone de susceptibilité est long. Ainsi plus le delta de température en liquidus et le solidus est important et plus le matériau a de chances de fissurer.

Hors Fabregue [163] propose une autre explication. Pour lui ce pic correspond à l'état critique du matériau là où la déformation subie par la zone pâteuse est la plus importante et pour une ductilité de cet "amortisseur" la plus faible. Lorsque la composition de l'alliage correspond à la limite de solubilité, l'intervalle de solidification est le plus grand et donc les déformations d'origine thermique sont maximales. De plus, à la température eutectique cet alliage se présentera sous la forme de grains séparés par un film liquide continu, microstructure qui est propice à la fissuration à chaud. En revanche, pour des compositions inférieures, il y a moins de liquide restant à la température eutectique et donc plus de possibilités de formation de ponts solides interdendritiques qui renforcent la structure. De même, pour des compositions supérieures en éléments d'alliage, il y a plus de liquide à la température eutectique et donc plus de possibilités d'alimentation des fissures qui se forment.

Pour des alliages multi-constitués, le comportement de la fissuration à chaud est beaucoup plus complexe car il comprend de nombreux maxima de sensibilité. Cependant, l'ajout d'éléments qui ont une tendance à abaisser la température de fin de solidification a pour effet d'augmenter le risque de fissuration.

Microstructure : La taille et la morphologie granulaire jouent un rôle primordial sur la sensibilité à la fissuration à chaud. Pour une microstructure équiaxe le nombre de "chemins" de circulation du film liquide est plus important que pour une microstructure colonnaire. Ainsi le liquide aura une propension plus élevée à circuler facilement vers les zones de tension et ainsi combler les zones de vide. De plus, plus la taille de grains est faible et plus le nombre de joints de grains est important. Les contraintes appliquées

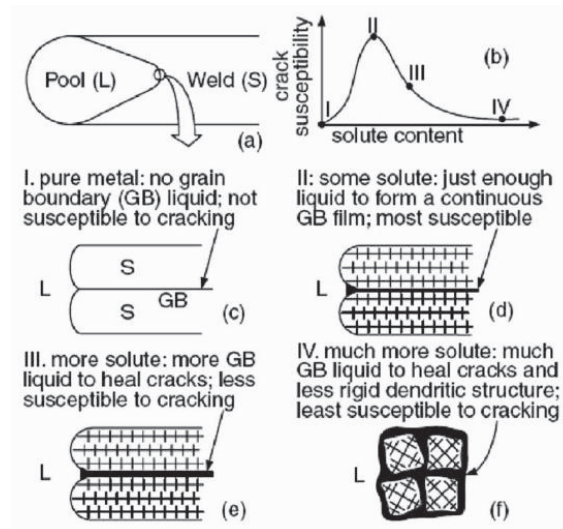


FIGURE 1.33 – Microstructure lors de la solidification fonction de la courbe en lambda de susceptibilité

aux zones d'interfaces sont donc moins élevées [164]. Enfin un grain plus fin permet une meilleure accommodation de la contraction volumique en fin de solidification par un plus grand nombre de films liquides.

Teneur en gaz dissous : La faible solubilité du dihydrogène dans l'aluminium engendre la formation de poches de gaz dans le matériau solidifié. Le dihydrogène qui se dissocie de l'humidité rémanente peut avoir un effet bénéfique sur la réduction de la fissuration à chaud. En début de solidification, la pression exercée par son dégazage permet au gaz de converger vers les zones de défauts [163]. En revanche la formation de porosités en fin de solidification, c'est à dire sur le haut de l'intervalle de fragilité, est néfaste car elles deviennent des sites d'initiation à la rupture.

Mouillabilité granulaire : La mouillabilité caractérise la capacité du liquide à s'étaler sur un substrat solide, elle varie en fonction de la température et de la composition chimique du liquide. Par exemple, l'ajout de silicium abaisse la température de fusion et améliore le mouillage.

La mouillabilité est caractérisée par l'angle formé entre la goutte de liquide et le substrat. Si celui-ci est faible, la tension de surface exercée par le substrat est suffisamment importante pour faciliter la mobilité du liquide. Par conséquent l'apport de liquide aux zones d'interfaces est favorisé en fin de solidification. A contrario lorsque la mouillabilité est faible, des poches de liquide vont se former, le matériau sera donc plus sensible à la fissuration à chaud.

Influence du procédé : Enfin le type de procédé d'assemblage utilisé ou les paramètres de mise en œuvre utilisés agissent également sur la sensibilité à la fissuration à chaud. Les conditions de solidification agissent directement sur la microstructure granulaire mais aussi sur le chargement thermique. Il est établi que

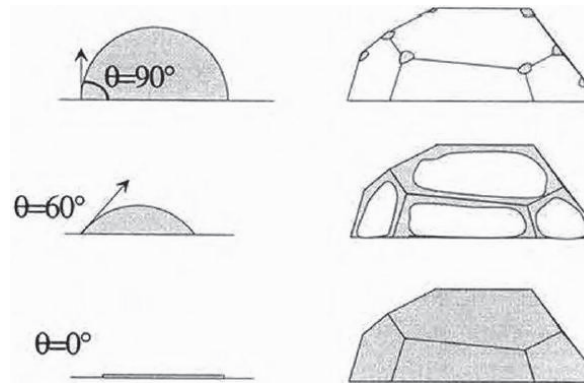


FIGURE 1.34 – Influence de la mouillabilité des grains sur la morphologie en fin de solidification

plus la vitesse de solidification est élevée et plus le risque de fissuration à chaud est important. Dans le cas du soudage laser, l'augmentation de la vitesse d'avance du laser agit de façon néfaste sur la fissuration inter-granulaire.

1.4.3.4 Critères de fissuration à chaud

Afin de prédire l'apparition de la fissuration à chaud plusieurs modèles sont proposés dans la littérature avec pour objectif de définir un critère d'apparition du phénomène. Deux types d'approches sont envisagées, l'une phénoménologique et l'autre mécanique. Seule la première approche privilégiée par de nombreux auteurs sera détaillée ici.

Modèle de Clyne et Davies

Le modèle de Clyne et Davies [165] ne considère que les stades de solidification critiques, c'est à dire lorsque la déformation ne peut être accommodée par l'apport en liquide. Il définit ainsi un indice de criquabilité HCS pour *Hot Cracking Sensitivity* :

$$HCS = \frac{t_v}{t_r} \quad (1.22)$$

avec t_v le temps de vulnérabilité et t_r le temps disponible pour relaxer les contraintes via le liquide en mouvement.

t_v décrit le laps de temps dans lequel le matériau transite de la fraction de solide de cohérence à celle de coalescence. Dans cet intervalle le liquide est faiblement mobile et les ponts inter-dendritiques ne sont pas suffisamment consolidés pour faire face aux contraintes formées lors du refroidissement. t_r décrit l'intervalle dans lequel le liquide est encore suffisamment mobile pour combler les zones de défauts. Ce modèle simplifié a néanmoins des limites, comme le choix arbitraire des intervalles de temps ou encore la non prise en compte des aspects microstructuraux ou des déformations subies par la zone pâteuse.

Modèle de Feurer

Le modèle de Feurer [166] considère de façon simplifiée que l'apparition des fissures est la résultante du manque de liquide dans la zone critique inter-granulaire. Il propose

ainsi de comparer la vitesse de changement en volume liée à l'alimentation en liquide (SPV) à celle fonction du retrait volumique lors de la solidification (SRG). Si SPV reste supérieure à SRG alors le phénomène de fissuration à chaud n'apparaîtra pas. Par ce biais une vitesse de refroidissement critique, en dessous de laquelle aucune crique ne peut se former, est définie.

Ce modèle a cependant lui aussi des limites et notamment dans la prise en compte des déformations liées aux bridages ou aux limitations de mobilités des procédés mis en œuvre. Guven et Hunt [167] ont par exemple démontré que pour un alliage d'aluminium-cuivre coulé la fissuration n'apparaît pas lorsqu'une partie du moule est mobile, avec pour effet de s'accommoder aux déformations de l'échantillon. Dans le cas d'un moule fixe des fissures à chaud se forment.

Modèle RDG

Le modèle de Rappaz, Drezet et Gremaud [32] s'appuie sur le même principe que celui de Freuer en y intégrant une déformation supplémentaire qui peut être d'origine thermique ou émaner du procédé. Lorsque la pression exercée par cette déformation cumulée à celle du retrait est équivalente à celle d'apparition d'une cavité, une fissure à chaud est initiée. Ce modèle prédit donc l'initiation des fissures plutôt que leur propagation. En d'autres termes la fissuration est fonction de la dépression nécessaire à son initiation afin de compenser le retrait et les déformations thermiques. Elle résulte de la résistance à l'écoulement du liquide dans les espaces inter-granulaires.

Le modèle RPG est proposé pour une sollicitation inter-dendritique unidirectionnelle et pour des conditions de solidification constantes (V et G csts) (figure 1.35). Le schéma représente deux grains qui se croissent avec des directions cristallographiques différentes. Il met en évidence la prise en compte des déformations subies par le squelette orientées perpendiculairement à la direction de croissance. Pour limiter la fissuration à chaud, le liquide doit pouvoir alimenter les zones en tensions. Hors le suivi de la pression dans le liquide permet de définir une valeur seuil de formation de cavité. La pression au delà de la fraction de solide de cohérence est notée P_m , pression métallostatique, elle décroît au voisinage des zones d'interfaces. Si celle-ci passe en deçà de P_c , pression de cavitation, une porosité peut ainsi se former et donner naissance à une fissure. On obtient par conséquent la formulation suivante :

$$\Delta P_{max} < \Delta P_c = P_m - P_c \quad (1.23)$$

Ainsi la dépression maximale admissible doit rester inférieure au delta de pression entre le liquide et la pression de cavitation. Comme expliqué précédemment, cette dépression a deux composantes, celle provenant du retrait lors de la solidification (ΔP_{sh}) et l'autre liée aux contraintes thermiques dues aux procédés (ΔP_{mec}) :

$$\Delta P_{max} = \Delta P_{sh} + \Delta P_{mec} \quad (1.24)$$

En supposant un taux de déformation homogène, on arrive à l'expression de ces deux termes :

$$\Delta P_{sh} = \frac{180\mu\nu\beta}{\lambda_2^2 G} \int_{T_{end}} \frac{f_s(T)^2}{(1 - f_s(T))^2} dT \quad (1.25)$$

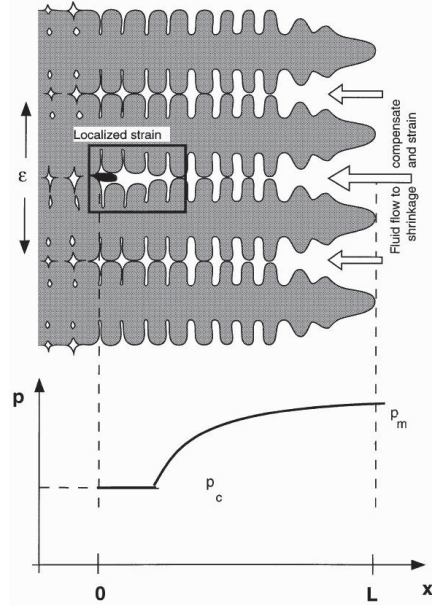


FIGURE 1.35 – Formation schématisée de la fissuration à chaud inter-dendritique à croissance unidirectionnelle fonction de la concentration de contraintes localisées et de la pression dans le liquide [32]

$$\Delta P_{mec} = \frac{180\mu(1 + \beta)}{\lambda_2^2 G^2} \int_{T_{end}}^{T_{mf}} \frac{E(t) f_s(T)^2}{(1 - f_s(T))^3} dT \quad (1.26)$$

- μ : la viscosité du liquide
- β : facteur de fraction solide par rapport au liquide
- λ_2 : espace interdendritique secondaire
- T_{end} : température de formation des ponts inter-granulaires
- T_{mf} : température au sommet des dendrites
- $E(T)$: taux de déformation cumulé du squelette solide
- $\dot{\epsilon}$: taux de déformation local

$$E(T) = \int_{T_{end}}^T \dot{\epsilon} f_s(T) dT \quad (1.27)$$

Cette formulation nous permet d'exprimer une vitesse de déformation maximale que peut supporter la zone pâteuse à la base des grains avant que la fissuration soit initiée. Un indice de criqualité peut ainsi être exprimé :

$$HCS = \frac{1}{\dot{\epsilon}_{max}} \quad (1.28)$$

Ce modèle a pour limite de fixer la pression de formation des cavités sans prendre en compte le phénomène de capillarité et la rhéologie de la zone pâteuse. La contraction du

squelette solide n'est pas non plus prise en compte. Ce modèle n'exprime que l'amorçage des fissures sans prendre en compte leur cinétique de propagation.

1.5 Édification des alliages d'aluminium par SLM

1.5.1 Généralités

Le nombre d'alliages d'aluminium disponibles en fabrication additive SLM est encore très faible malgré les nombreuses études. La première explication est la difficulté de mise en oeuvre par SLM des alliages d'aluminium à hautes performances mécaniques ou thermiques les plus répandus dans l'industrie. Pour les raisons citées précédemment les alliages à durcissement structural et faiblement alliés au silicium tels que les séries 7XXX, 5XXX et 2XXX ne sont pas processables à cause du phénomène de fissuration à chaud [16] [56]. De plus les éléments constitutifs de ces alliages tels que le zinc ou le magnésium sont fortement sensibles à la sublimation [77]. Les alliages les plus courants et les plus étudiés dans la littérature sont les nuances de fonderie dont la série des 4XXX et plus particulièrement les hypo-eutectique AlSi12, AlSi10 et de façon plus modeste l'AlSi7 [126] [63] [168]. Cette famille d'alliage doit sa très bonne processabilité à la teneur en silicium élevée qui a pour effet d'abaisser l'intervalle de solidification et de réduire la rétractation volumique lors du refroidissement [21]. Le silicium permet également de fluidifier le liquide fondu et donc de favoriser la mobilité du liquide vers les zones interdendritiques en tension [169]. Enfin comme l'a démontré Yadroitsv le silicium a une capacité d'absorption de l'émission laser plus importante que l'aluminium, il permet donc de diminuer la densité d'énergie nécessaire pour stabiliser le bain de fusion [133]. La seconde explication au faible déploiement de l'aluminium en fabrication additive est sa forte sensibilité à l'oxydation et à la prise en humidité. Les conditions d'atomisation, de stockage et d'utilisation doivent être particulièrement suivies pour éviter un vieillissement prématuré de la poudre, le dégazage du dihydrogène lors de sollicitations thermomécaniques, et la formation de voile d'oxyde fragilisant lors de l'édification. Enfin le dernier verrou est économique, dans l'aéronautique les produits mis au point en aluminium adressent souvent le domaine de l'avion civile pour lequel les coûts de production sont optimisés et relativement bas. Les pièces substitutives en fabrication additive doivent donc être extrêmement compétitives en termes de performance mais aussi en coût.

Dans ce cadre de nombreux efforts sont faits pour adapter les alliages à hautes performances à la fabrication additive ou proposer de nouvelles compositions. On peut ainsi prendre en exemple les projets nationaux et régionaux AMANDE (Additive Manufacturing for Advanced Design for aeronautics) et ALMEE (Additive Layer Manufacturing for Electronics Equipments) dans lesquels des sociétés comme Constellium sont engagées dans le développement de nouveaux alliages répondant aux besoins fonctionnels du monde de l'aéronautique. Plus généralement de nombreuses études portent également sur la modification d'alliage existant type Al-Mg-Cu ou sur la mise au point du Scalmalloy développé par Airbus APWorks [170] [38].

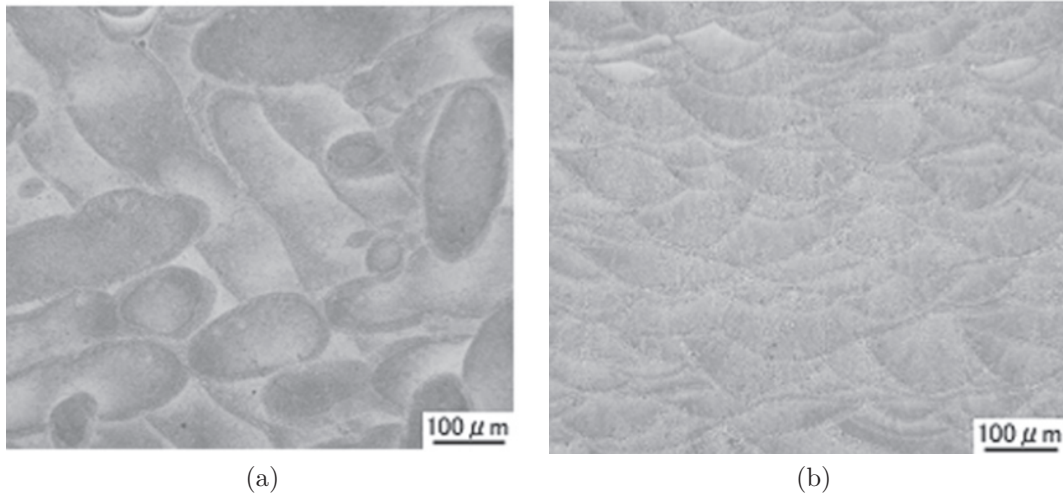


FIGURE 1.36 – Microscopie optique d'un échantillon d'AlSi7Mg0.3 tronçonné dans a) le plan parallèle et b) perpendiculaire au plateau de fabrication après attaque au réactif de Keller [33]

1.5.2 Aluminium de fonderie type 4XXX

La microstructure des alliages Aluminium/Silicium édifiés par SLM est composée d'une phase primaire d'aluminium α décorée d'une phase secondaire cubique de Silicium [77] [128]. A l'échelle macroscopique elle est ellipsoïdale dans le plan parallèle au plateau de fabrication et demi-cylindrique dans le plan vertical (figure 1.36). La variation morphologique de la phase α en fonction des conditions de solidification permet ainsi de révéler les cordons de lasage juxtaposés. Cette taille cellulaire est particulièrement fine, elle apporte des propriétés mécaniques élevées à l'alliage brut de fabrication. La dureté vickers d'un AlSi10Mg mesurée à l'état brut est de $127 \pm 3 HV_{0.55}$, elle est supérieure de 30 % à celle du matériau brut de fonderie et équivalent à celle obtenue après vieillissement.

Les conditions de solidification, R et G, distinctes à l'échelle du cordon sont mises en évidence par le gradient de morphologie et de taille cellulaire. Observée dans le plan horizontal (figure 1.37), la morphologie cellulaire est micronique mais varie à l'approche du front de solidification. A environ 5 μm du bord du cordon elle varie d'une forme "grossière" ($\simeq 1 \mu m$ pour l'AlSi10 et $\simeq 5 \mu m$ pour l'AlSi7) à plus fine ($\simeq 0.4 \mu m$ pour l'AlSi10 et $\simeq 2-3 \mu m$ pour l'AlSi7) lorsque la distance vers le centre du cordon diminue [34] [33]. La région de recouvrement entre les deux cordons est fortement affectée thermiquement, elle est fondue deux fois, lors de la formation du premier cordon puis du second. Le silicium présent aux zones interdendritiques diffuse et coalesce. *In fine* la marbrure microstructurale formée par le silicium n'est plus visible, des agrégats de silicium sont formés et dispersés dans la matrice d'aluminium. Pour une stratégie en aller/retour unidirectionnelle, la même évolution dimensionnelle des cellules d'aluminium est mise en évidence dans les plans XZ et YZ. La différence par rapport au plan horizontal est morphologique. Les cellules sont colonnaires et dirigées

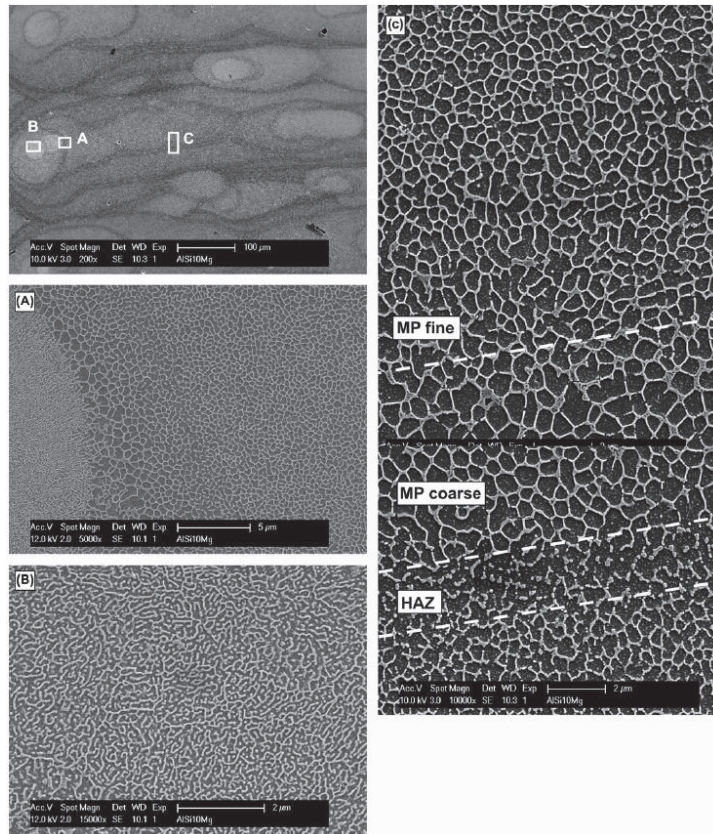


FIGURE 1.37 – Microscopie optique révélée au réactif de Keller d'un échantillon d'AlSi10Mg édifié par SLM et découpé dans le plan parallèle au plateau de fabrication ; les zones d'analyses A-B-C sont indiquées sur l'image mesoscopique [34]

parallèlement à la direction de refroidissement primaire [171] [99].

Dans le plan orthogonal à la direction d'avance du laser, la diffusion de chaleur est orientée radialement : du centre vers le bord du cordon. Cette orientation est révélée lors de la diffraction de la phase d'aluminium (figure 1.38). Enfin, la dernière couche édifiée révèle la formation de grains équiaxes au centre du cordon et en extrême surface. Or cette partie est refondue lors de la superposition des couches, les grains équiaxes ne sont donc plus observables à posteriori [34].

Contrairement aux alliages d'aluminium sensibles à la fissuration à chaud, la croissance granulaire n'est pas complètement épitaxiale. Vue de dessus, seuls les grains situés sur l'axe central d'avance du laser sont orientés préférentiellement suivant $\langle 001 \rangle$. Les conditions de solidification au centre du cordon sont ainsi favorables à la croissance "concurrentielle" de la phase α . La taille de grains est plus grossière ($\simeq 10 \mu\text{m}$) au centre du cordon et s'affine en se rapprochant du bord (jusqu'à $\simeq 1-2 \mu\text{m}$). Cette évolution de taille varie donc de façon inverse à la structuration cellulaire observée précédemment (figure 1.38).

A une échelle plus petite, plusieurs études sur les alliages d'aluminium AlSi7 et AlSi10 [35] [172] ont démontré (par diffraction aux rayons X) la présence de précipités Mg_2Si à l'état brut de fabrication. Cette phase non détectable par EDX est très probablement

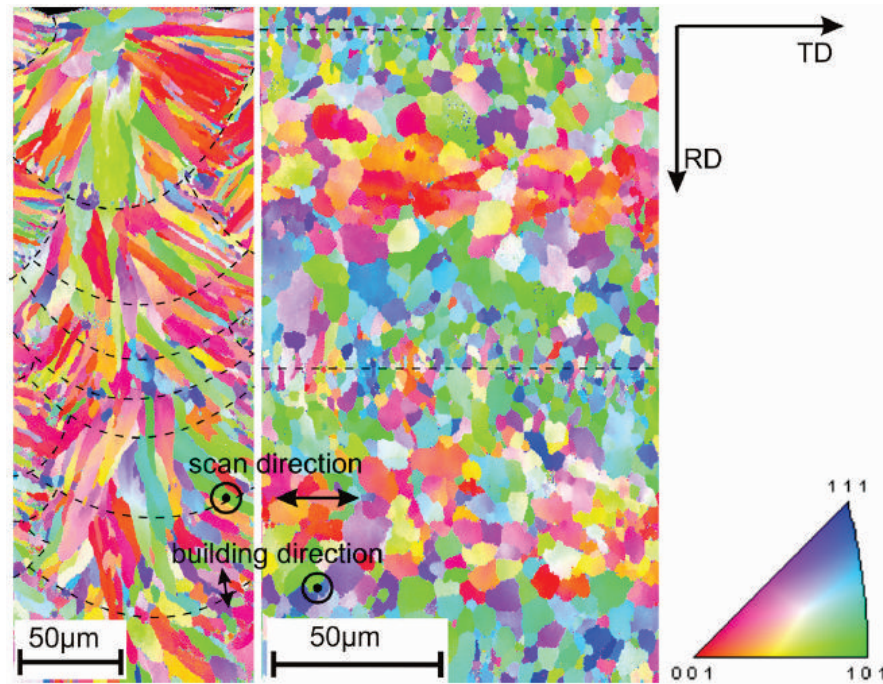


FIGURE 1.38 – Cartographies EBSD d’un échantillon d’aluminium AlSi10Mg édifié par SLM et tronçonné dans les plans parallèles et orthogonaux à la direction de construction [34] ; Les directions de lasage et d’édification sont indiquées sur les cartographies

nanométrique et faiblement répartie. Contrairement au matériau standard aucune phase au fer de type inter-métallique n’est identifiée.

Afin de réduire les contraintes résiduelles et optimiser les propriétés mécaniques des matériaux édifiés, plusieurs investigations ont été menées sur l’influence des post-traitements thermiques. Kimura et al. [33] ainsi que Yang et al. [35] ont démontré qu’en deçà de 300 °C (durées de traitement de 2 h à 5 h) le réseau de silicium reste stable. En revanche le silicium disponible dans la matrice précipite sous forme de fines particules nanométriques dès 150 °C (figure 1.40). Le Mg et le Si en solution solide dans la matrice précipitent pour former des nano-phases de Mg_2Si . Le durcissement par précipitation s’intensifie très nettement par rapport à l’état brut. Pour un revenu de 180 °C pendant 8 h, la limite élastique et la résistance mécanique à la rupture augmentent par rapport à l’état brut (figure 1.39.b). Pour des températures supérieures à 200 °C, ces caractéristiques baissent (figure 1.39.a). A partir de la température de détensionnement conventionnelle des alliages de fonderie (300 °C) le réseau de silicium disparaît, il diffuse et coalesce pour former des particules irrégulières de quelques microns (figure 1.40). Le $R_{p0.2}$ et le R_m chutent fortement car le déplacement des dislocations n’est plus entravé par les liserés de silicium qui décoorent les cellules d’aluminium. En revanche l’allongement à la rupture croît, pour des éprouvettes d’AlSi7Mg0.6 orientées verticalement il atteint 15.5 % (figure 1.39). Le réseau cristallin reste stable, la taille de grains et la morphologie sont inchangées même si probablement le réseau de dislocations intragranulaires est homogénéisé par les traitements de relaxation. Enfin une remise en solution puis un revenu T6 des échantillons obtenu par SLM ne permet pas d’optimiser

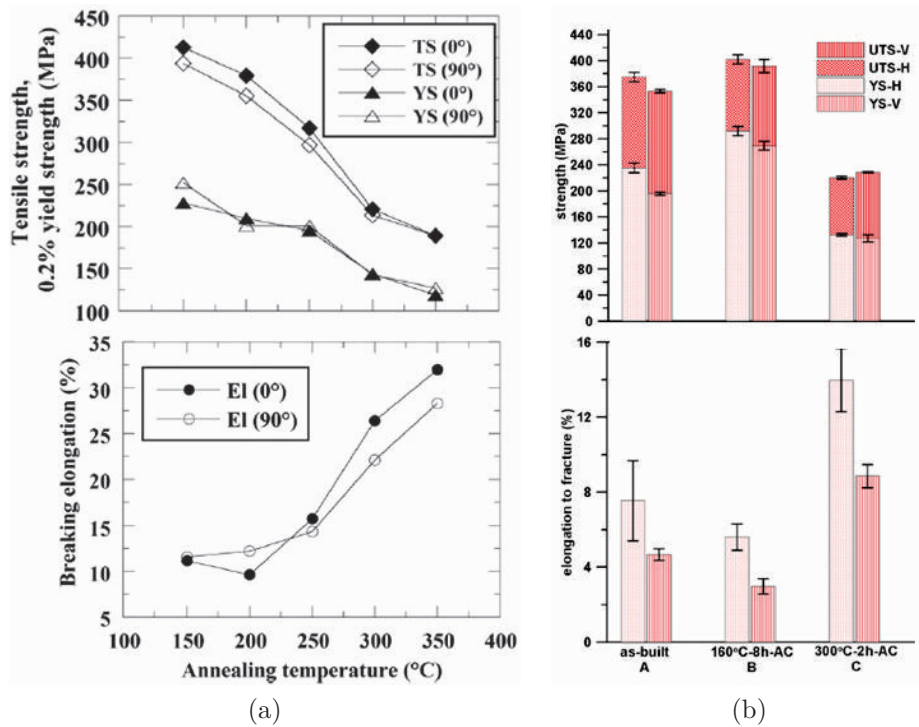


FIGURE 1.39 – a) Evolution de la résistance mécanique et de la limite d'élasticité d'un alliage d'aluminium AlSi7Mg0.3 édifié par SLM en fonction de l'orientation de fabrication et de la température de revenu appliquée pendant 5h [33]; Orientation horizontale 90°; Orientation verticale parallèle à la direction de construction 0° b) Evolution de la résistance mécanique et de la limite d'élasticité d'un alliage d'aluminium AlSi7Mg0.6 édifié par SLM en fonction de l'orientation de fabrication et des conditions de traitements thermiques; Orientation horizontale H; Orientation verticale parallèle à la direction de construction V; Refroidissement à l'air AC [35]

les propriétés mécaniques. La microstructure obtenue après le cycle de traitement semble d'un point de vue microscopique équivalente à celle du matériau standard corroyé. Cependant la remise en solution est préjudiciable pour la tenue dimensionnelle, la ductilité et la résistance à la fatigue. Lors du passage à la température de mise en solution, le gaz emprisonné s'expand pour former des porosités de l'ordre de la dizaine de microns. Ces porosités sont à terme des sites d'initiation à la rupture.

Les températures et durées des post-traitements thermiques optimales pour durcir le matériau sont influencées par les paramètres d'édification. Biffi et al. [36] ont en effet démontré que les températures d'activation de la diffusion ou de la précipitation sont impactés par les conditions de solidification initiales du matériau (image 1.41). Plus la vitesse de refroidissement est faible et plus l'énergie nécessaire pour dissoudre le réseau de silicium ou induire la précipitation du Mg_2Si est importante. En effet, une forte vitesse de solidification induit la formation de nombreux défauts de types lacunes et dislocations [173] qui sont des voies préférentielles de diffusion. Ainsi plus la densité d'énergie apportée est importante ou la température de préchauffage du plateau faible

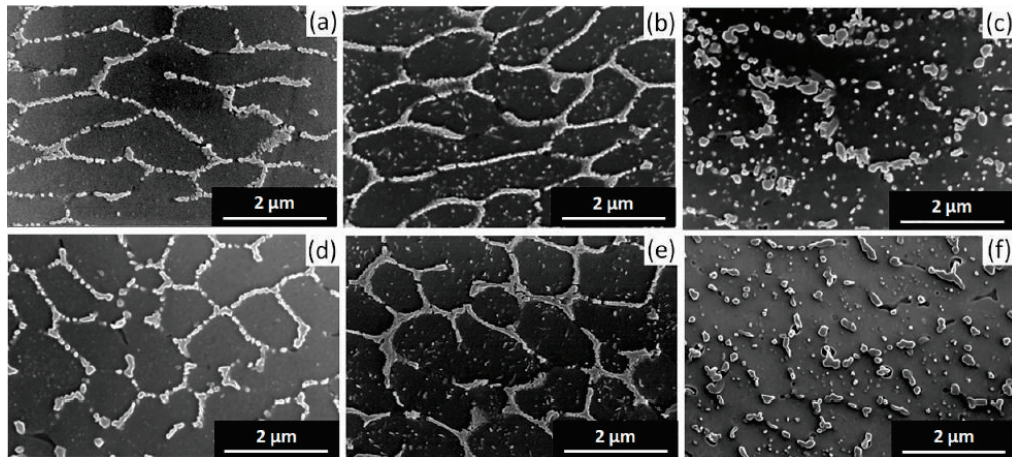


FIGURE 1.40 – Imagerie MEB par détection des électrons secondaires d'un échantillon d'AlSi7Mg0.6 tronçonné dans les plans parallèles et orthogonaux à la direction de construction; La ligne supérieure des images correspond à la vue verticale et celle inférieure à la vue horizontale; Images a) et d) échantillon brut; Images b) et e) échantillon ayant subi un revenu à 160°C pendant 8h; Images c) et f) échantillon détensionné 2h à 300°C [35]

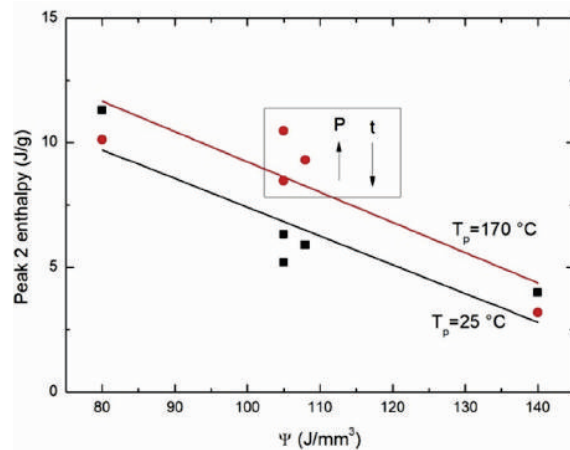


FIGURE 1.41 – Enthalpie de rupture du réseau de silicium en fonction de la densité d'énergie apportée par le laser (ψ) et de la température de préchauffage du plateau [36]

et plus les enthalpies de diffusion sont réduites. Les températures de post-traitements thermiques ou les durées pourraient ainsi être réduites.

Enfin les alliages de fonderie édifiés par SLM présentent une anisotropie mécanique en résistance et en allongement à l'état brut mais aussi après traitement thermique [172] [174] [33]. A l'état brut ce phénomène est le plus prononcé, les éprouvettes horizontales ont des propriétés mécaniques supérieures à celles verticales. Pour Yang et al. [35] cette anisotropie n'est pas la résultante de la texturation ni de la répartition du silicium mais plutôt des zones dénuées de précipités autrement appelées "Precipitates Free Zones" (PFZ) [27]. Lors du refroidissement rapide, le soluté est rejeté aux zones d'interfaces,

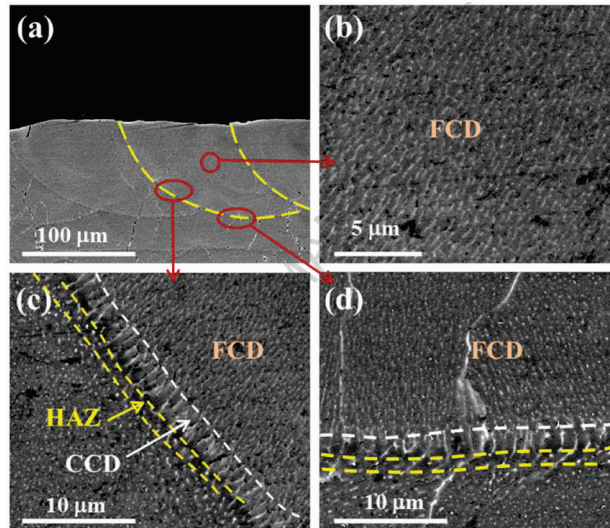


FIGURE 1.42 – Images par électrons secondaires de la microstructure cellulaire d'un alliage d'aluminium 7050 édifié par SLM en fonction des différentes conditions de solidifications dans le cordon formé [16]

il y a donc localement proche des joints de grains une zone sans éléments en solution solide disponible pour la formation de précipités durcissants. La microstructure étant globalement colonnaire orientée verticalement, la densité de PFZ est beaucoup plus importante dans la section horizontale des échantillons édifiés. Les échantillons verticaux pour lesquels la section horizontale est sollicitée ont donc une résistance mécanique plus faible. Cette anisotropie est vérifiée pour l'ensemble des traitements thermiques étudiés à l'exception du détensionnement. La contribution du durcissement structural à la tenue mécanique est fortement réduite du fait de la diffusion et de la coalescence du silicium.

1.5.3 Alliages d'aluminium corroyés et à durcissement structural

Les alliages d'aluminium corroyés sont très sensibles à la fissuration à chaud lorsqu'ils sont soumis à des vitesses de refroidissement induites élevées. Tout comme le soudage à l'arc ou au laser, des fissures se forment le long des zones d'interface des grains colonnaires [175].

Les alliages Al7075 et Al6061 sont les plus répandus dans l'industrie pour leur haute résistance mécanique ou pour leur qualité de mise en forme et pour leur conductivité thermique. Malgré tout le nombre de publications sur ces familles d'alliages en fabrication additive SLM reste en fort déséquilibre par rapport aux alliages de fonderie.

1.5.3.1 Alliages d'aluminium 7XXX

Tout comme les alliages d'aluminium de fonderie, la macrostructure est ellipsoïdale dans le plan horizontal et demi-cylindrique dans le plan vertical de construction. La variation de taille cellulaire permet ainsi de révéler les fronts de solidification des cordons solidifiés. Pour un alliage d'aluminium 7050 de fines dendrites microniques (0.5 - 1 μm) sont observées au cœur du cordon et s'élargissent vers le bord [16] (figure 1.42). La zone d'accroissement est de l'ordre de 5 μm et la zone affectée thermiquement de 1

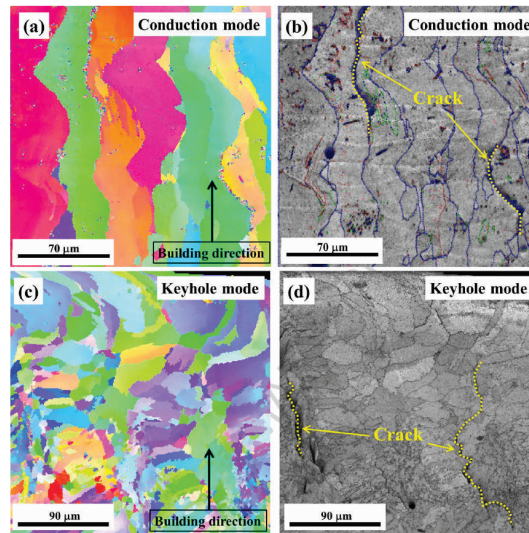


FIGURE 1.43 – Cartographie EBSD d'un alliage 7050 en fonction des deux modes de transfert de chaleur : a) Conductif, c) Keyhole; Cartographie des desorientations granulaires en fonction des deux modes de transfert de chaleur : b) Conductif; d) Keyhole [16]

à 2 μm . Les dendrites croissent perpendiculairement au front de solidification vers le centre du bain. La stabilité du transfert de chaleur par conduction engendre une faible variation du ratio G/R dans le bain, la morphologie cellulaire est ainsi uniforme. Qi et al ont démontré que lorsque le régime de keyhole est atteint la microstructure varie fortement du bas vers le haut du cordon influencée par les variations de G/R élevées [16]. Des stries en forme de V apparaissent en fond de bain sous l'effet de la convection. La forme du cordon génère de fortes fluctuations qui permettent de maintenir la taille des grains et d'initier la croissance de dendrites le long des multiples fronts de solidification. Enfin la profondeur de cordon de 350 μm montre que les grains sont refondus et affectés thermiquement à de multiples reprises.

D'un point de vue de l'orientation cristallographique, la croissance de grains dans le régime conductif stationnaire est épitaxiale et parallèle à la direction de construction suivant $\langle 100 \rangle$ [21]. La taille de grains est de l'ordre de 300 μm pour une largeur de 50-100 μm , elle est réduite lorsque la densité d'énergie augmente pour atteindre le mode de "key hole" (figure 1.43). Cependant Kaufmann et al. [176] ont établi que pour une large plage de variation paramétrique la fissuration à chaud apparaît systématiquement. Malgré la réduction de la taille de grains, les fissures se forment et se propagent aux joints de grains [177]. Dans le régime conductif elles sont équivalentes à la longueur des grains formés (figure 1.43). Le préchauffage du plateau d'édification jusqu'à 200 $^{\circ}\text{C}$ ne permet pas de réduire suffisamment les contraintes intra-granulaires et donc l'apparition des fissures. Les propriétés mécaniques résultantes sont très éloignées de celles du matériau standard et ce d'autant plus lorsque la direction de sollicitation est perpendiculaire aux fissures [177].

Sistiaga et al. [21] ont en revanche mis en évidence que pour l'ajout de 3 wt% de silicium dans un alliage d'aluminium 7075 la santé matière est exempte de fissures (figure

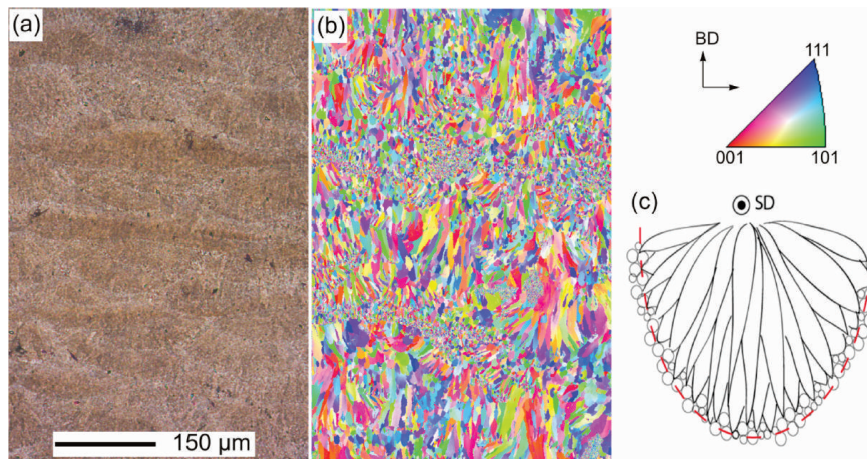


FIGURE 1.44 – Microstructure d’un alliage d’aluminium 7075 enrichi avec 4 wt% de silicium analysé par : a) microscopie optique, b) EBSD ; c) Représentation schématique de la morphologie granulaire radiale obtenue après ajout de silicium [21]

1.44). La microstructure se rapproche de celle obtenue lors de l’édification d’alliages de fonderie. Le réseau cellulaire s’enrichit de liserés intercellulaires au silicium mais surtout la taille de grains est fortement réduite. Au front de solidification la taille de grains est la plus fine, elle est de l’ordre de quelques microns et la morphologie est équiaxe. D’un point de vue des orientations cristallographiques, la densité de croissance préférentielle suivant $\langle 100 \rangle$ décroît fortement à l’inverse de l’intensité du pic $\langle 111 \rangle$ qui augmente. Le silicium permet d’annihiler la fissuration à chaud en réduisant l’intervalle de solidification et la contraction volumique lors du changement d’état mais les propriétés mécaniques obtenues brut de fabrication restent inférieures à celles du 7075 T6 standard. Un traitement de revenu tel que ceux développés pour les alliages de fonderie permettrait probablement d’augmenter les propriétés obtenues après édification SLM par la diffusion et précipitation du silicium avec le magnésium. La dureté obtenue est de 170 HV avec 4 wt% de silicium, elle est comparable à celle du matériau standard traité T6.

La modification de la composition chimique d’alliages d’aluminium à forte susceptibilité à la fissuration à chaud est une voie prometteuse pour élargir la palette d’alliages processables, cependant les choix des éléments d’addition doit être fait avec précaution. Dans le cas de la série 7XXX l’ajout du silicium est bénéfique pour résoudre la problématique de fissuration à chaud en revanche la tenue mécanique en température est probablement très réduite.

1.5.3.2 Alliages d’aluminium 2XXX

L’étude de la mise en oeuvre des alliages d’aluminium Al-Cu-Mg dans la littérature est très limitée. Leur microstructure obtenue brut de fabrication se rapproche de celle des alliages de la famille 7XXX. A l’échelle macroscopique elle est également ellipsoïdale dans le plan vertical et demi-cylindrique dans le plan horizontal. Cette morphologie est représentative de la distribution d’énergie gaussienne de la plupart des lasers fibrés utilisés en fabrication additive SLM. Microscopiquement la croissance de grains est aussi colonnaire et épitaxiale, orientée parallèlement à la direction d’édification (figure

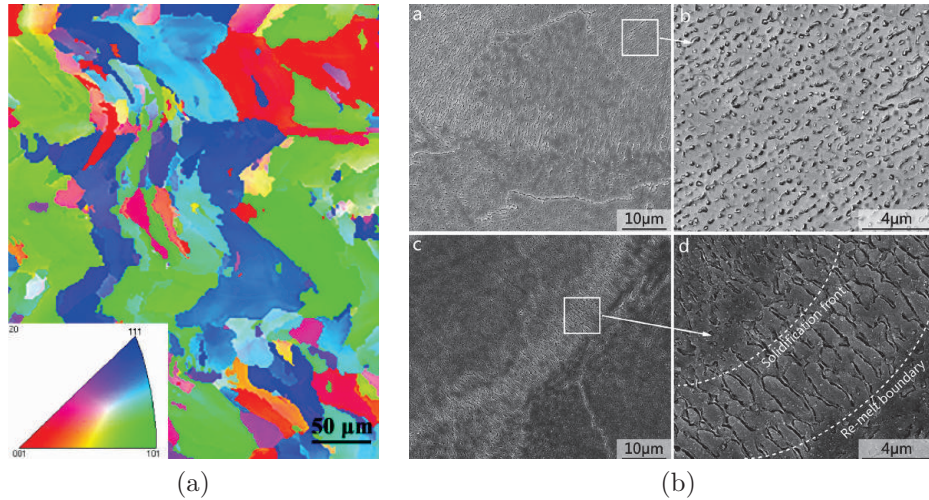


FIGURE 1.45 – a) Microscopie EBSD d’un alliage d’aluminium 2000 édifié par SLM et observé dans le plan vertical [37] ; b) Microscopie par électrons secondaires d’échantillons d’Al-Cu-Mg observés dans les plan verticaux (images c et d) et horizontaux (images a et b) [38]

1.45.a). Une forte texturation d’orientation cristallographique suivant $\langle 100 \rangle$ est mise en évidence. Tout comme les autres alliages d’aluminium la taille des cellules varie à l’approche des zones de recouvrement. Au cœur des cordons les cellules sont fines et orientées radialement. Dans les zones de recouvrement les dendrites sont plus grossières et décorées de fins films d’Al-Cu-Mg (figure 1.45.b) [37].

Les phases durcissantes de type Al_2CuMg ou Al_2Cu ne sont pas détectées par diffraction aux rayons X, elles sont donc soit très fines ou leur fraction volumique trop faible. D’autre part la diffraction de la phase d’aluminium α est décalée par rapport au standard vers des angles plus faibles. Ce décalage est attribué au cuivre et au magnésium qui sont en solution solide et dont la concentration maximale hors équilibre est augmentée par la forte vitesse de refroidissement.

Contrairement aux autres alliages à durcissement structural, la fissuration à chaud peut être limitée par une optimisation des paramètres de construction. Zhang et al. [39] ont démontré que l’apparition de fissures intragranulaires est fonction de la densité d’énergie apportée. En deçà de 340 J/mm^3 , la fissuration à chaud apparait, au-dessus elle est annihilée. Comme pour le processus de densification, la variation de l’écart vecteur est beaucoup moins impactante que la variation de la vitesse de lasage à iso puissance laser (figure 1.46). En effet, la fissuration à chaud est fonction des conditions de solidification au coeur de cordon et moins voire pas du tout fonction des zones de recouvrement. L’augmentation de la densité d’énergie permet d’accroître la température dans le bain et d’améliorer ainsi la mouillabilité du liquide et de réduire la tension de surface. La viscosité du liquide est également réduite de même que la vitesse de refroidissement. Les contraintes intragranulaires sont réduites et le liquide est suffisamment mobile pour combler les zones de lacunes interdendritiques.

Grâce à l’affinement de la taille de grains et le durcissement par solution solide, la

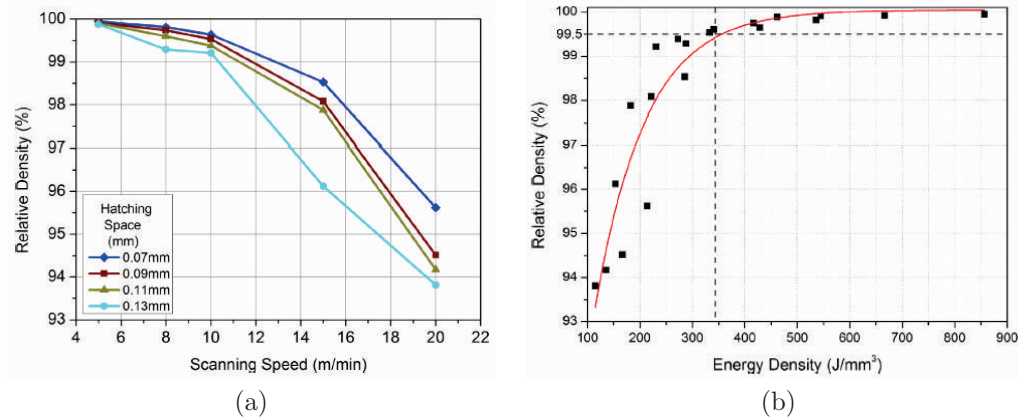


FIGURE 1.46 – a) Effet de la vitesse de lasage et de l'écart vecteur sur la densité matière à puissance constante de 200 W et épaisseur de couche de 40 μm ; b) Variation de la densité matière en fonction de la densité d'énergie calculée en intégrant l'écart vecteur [39]

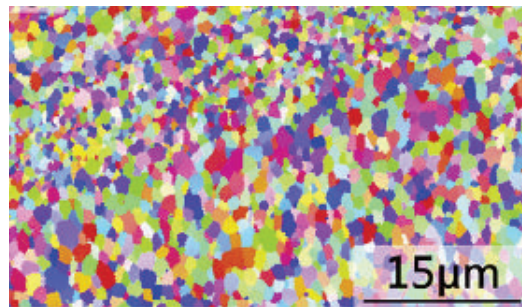


FIGURE 1.47 – Cartographie EBSD d'un échantillon d'Al-Cu-Mg enrichi avec 2 wt% en zirconium édifié par SLM à vitesse constante de 5 m/min[38]

dureté et la résistance mécanique du matériau brut de fabrication SLM sont supérieures aux alliages standards à l'état revenu [39]. En revanche la plage de paramètres viable pour obtenir ces propriétés est très restreinte et très peu productive. Afin d'augmenter cette productivité et de réduire la sensibilité à la fissuration à chaud, Zhang et Nie [37] [38] ont étudié l'effet de l'ajout de zirconium sur la microstructure d'alliage d'aluminium 2XXX. Le zirconium est connu pour affiner la taille de grains et avoir un effet d'ancrage ("pinning") au niveau des joints de grains. A travers ces deux études il a été démontré que cette modification à hauteur de 2 wt% en masse permet effectivement de réduire sensiblement la taille de grains et de réduire la densité d'énergie nécessaire pour obtenir une densité matière proche de 100 % (figure 1.47). Comparativement la vitesse de lasage a été multipliée par 7 grâce à l'ajout de cet élément.

1.5.3.3 Alliages d'aluminium 6XXX

Tout comme les autres alliages à durcissement structural, la série d'alliage 6XXX est très peu soudable en raison de sa forte sensibilité à la fissuration à chaud. Dans

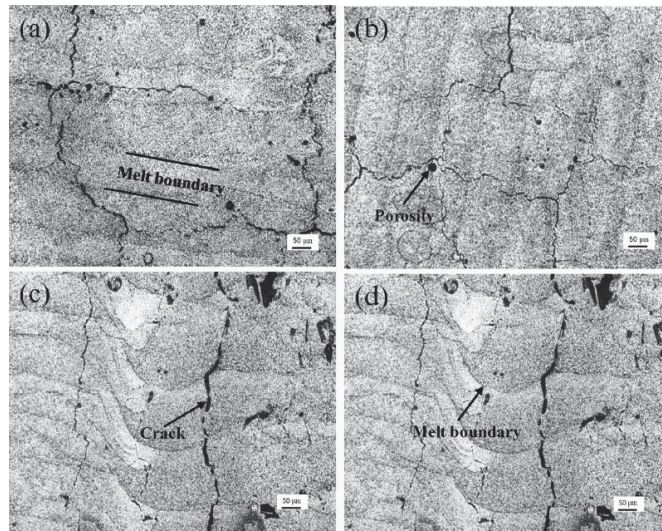


FIGURE 1.48 – Microstructure d'échantillons d'Al-6061 édifiés par SLM observés par microscope optique : a) et b) dans le plan horizontale, c) et d) dans le plan vertical [40]

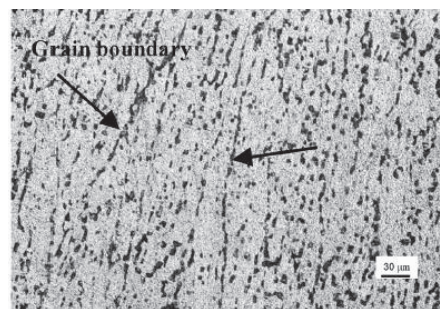


FIGURE 1.49 – Microstructure d'échantillons d'Al-6061 édifiés par SLM avec préchauffage du plateau à 500 °C (observés par microscope optique dans le plan vertical) [40]

le cadre des procédés de mise en forme conventionnels, les solutions utilisées pour réduire cette sensibilité sont par exemple l'utilisation d'apport de fils constitués de base 4XXX ou 5XXX. L'enrichissement en silicium ou magnésium permet ainsi de réduire l'intervalle de solidification ou le gradient thermique. D'autres techniques telles que le préchauffage du substrat ou l'utilisation de bandes de supports ont également été étudiées. Bergmann et al. [178] ont ainsi démontré que, pour la soudure autogène par laser pulsé, l'utilisation d'un second laser de préchauffe permet de réduire sensiblement la fissuration à chaud. L'utilisation de bandes de supports pour réduire le gradient thermique est très efficace pour la soudure autogène d'alliage 5XXX mais ne permet pas d'annihiler complètement la fissuration à chaud dans le cas des 6XXX. Pour Uddin et al. [40] les facteurs prépondérants à la fissuration à chaud des alliages 6XXX sont la vitesse de refroidissement et l'intervalle de solidification.

Parmi l'ensemble des études disponibles sur les alliages d'aluminium, l'élaboration de la série 6XXX par procédé SLM semble la moins étudiée. La première étude recensée

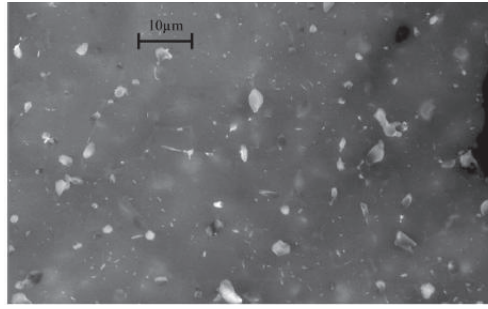


FIGURE 1.50 – Image par électrons secondaires des dispersoïdes grossiers d’Al-Si-O non cohérents avec la matrice [40]

de Wong et al [179] concerne l’analyse de l’efficacité thermique et fluïdique de radiateur complexe édiée par SLM en 6061. Par la suite Louvis et al. [14] ont analysé pour la première fois la santé matière obtenue via fabrication additive SLM. Comme vu précédemment, ils ont mis en évidence la formation de voiles d’oxydes entre bain de fusion et une densité matière relativement basse de 89,5 %. L’oxyde formé en surface s’évapore sous l’effet de l’échauffement apporté par le laser, mais celui en bord de bain reste intact. Les forces de Marangoni semble suffisamment fortes pour casser l’oxyde formé entre le bain et la couche inférieure mais celui en bord n’est pas affecté.

La formation et la propagation de fissures à chaud à travers de multiples couches a été démontrée par Loh et al. ainsi que Uddin et al. [180] [40] (figure 1.48). Vue de dessus la surface est faïencée, la fissuration à chaud suit également les joints de grains. Tout comme les alliages de la série 7XXX les paramètres de lasage primaires étudiés n’ont pas permis d’annihiler la fissuration. La croissance des grains d’aluminium alpha est également orientée préférentiellement suivant $\langle 100 \rangle$ dans la direction d’édification.

Afin de réduire le gradient thermique Loh et al. ont étudié l’impact du préchauffage du plateau à haute température (500 °C). Ce préchauffage a pour effet d’annihiler complètement la formation de fissures interdendritiques (figure 1.49). En revanche, la densité maximale obtenue reste relativement faible (98,7 %), la longueur et la largeur des grains ne sont pas réduites (respectivement d’environ 400 μm et 40 μm). Les joints de grains sont décorés de dispersoïdes grossiers d’Al-Si-O de quelques microns non-cohérents avec la matrice (figure 1.50). La dureté et les propriétés mécaniques brut de fabrication sont plus faibles que l’alliage standard à l’état T6. En moyenne, le Rm est de 137 Mpa, le Rp0,2 de 70,5 Mpa et l’allongement de 13 %. Après traitement thermique de type trempe et revenu T6 ces propriétés sont ré-haussées, elles s’approchent du matériau standard T6 à l’exception de l’allongement qui reste relativement bas ($\simeq 4,5$ %) (figure 1.51). En termes de texturation le traitement de mise en solution ne semble pas casser la forte orientation préférentielle observée à l’état brut.

Au vu du niveau de porosités et des particules grossières constatées, des mesures de tenue en fatigue sembleraient nécessaires pour confirmer l’intérêt d’un tel préchauffage. De plus, la haute température de préchauffage pourrait exacerber la croissance de l’oxyde et expliquer la formation de dispersoïdes riches en oxygène.

Une étude récente de Martin et al. [56] a également mis en avant l’intérêt de l’apport de zirconium sous forme de nano-particules dans des alliages de 6061 et 7075. Ces travaux

		YS (MPa)	UTS (MPa)	Percent Elongation at Breakpoint
Heated Powder Bed-LPBF Fabricated AA6061	Specimen 1	66	133	11
	Specimen 2	75	141	15
Heated Powder Bed-LPBF Fabricated AA6061 after T6 Treatment	Specimen 1	282	308	3.5
	Specimen 2	290	318	5.4
Wrought AA6061-O		55	124	30
Wrought T6 treated AA-6061		276	310	12

FIGURE 1.51 – Propriétés mécaniques d’Al6061 obtenu par procédé SLM avec et sans préchauffage du plateau à 500 °C comparées à l’aluminium 6061 corroyé à l’état 0 et T6 [40]

seront détaillés dans le chapitre 3.

1.6 Conclusion

La mise en oeuvre par procédé SLM d’alliage d’aluminium de la série 4XXX est très renseignée dans la littérature. Les types de microstructures obtenues, les performances mécaniques de ces alliages et l’influence des traitements thermiques sur ces caractéristiques sont particulièrement détaillés.

En revanche, le nombre d’études qui portent sur les alliages d’aluminium corroyés et à durcissement structural est plus disparate. La cause principale à ce déséquilibre est la sensibilité de ces derniers à la fissuration à chaud. Ils sont peu ou pas "processables" via des procédés dont les conditions de solidification sont très rapides, c’est le cas du SLM. Comme détaillé dans la littérature, le large intervalle de solidification, la microstructure colonnaire et grossière de ces alliages favorisent la formation de fissures intragranulaires à chaud. Ce qui est moins détaillé est l’influence des paramètres de fabrication ou de la composition chimique sur ce phénomène. C’est pourquoi il est proposé ici d’en évaluer les impacts. Les publications de références apparues au cours de cette thèse, nous ont permis de valider les hypothèses formulées.

D’un point de vue industriel, la résolution de ce verrou est dimensionnant pour la conception de produit à fortes valeurs ajoutées nécessitant souvent l’utilisation d’alliages à hautes performances thermiques et/ou mécaniques.

Parmi les alliages de corroyage, le choix de l’Al6061 est imposé par Thales AVS, société à l’origine de cette thèse.

D’un point de vu plus applicatif, des cartes de solidification sont définies afin de corrélérer les conditions de solidification au modes microstructuraux associés. En corrélant les paramètres de fabrication aux conditions de solidification, il est ainsi possible de spécifier les domaines de viabilité paramétriques. Ces cartes sont relativement bien détaillées pour les procédés de fonderie ou de soudage laser. Très peu pour le procédé SLM voire pas du tout lorsque celles-ci sont appliquées aux alliages d’aluminium. Cette

thèse propose par simulation analytique et observation microstructurale de définir ce type de cartographie pour l'Al6061 enrichi en éléments germinants.

Enfin concernant l'utilisation des poudres, l'influence de leur granulométrie et de leur morphologie sur les matériaux édifiés est détaillée dans la littérature. Il est établi que la limitation principale pour l'utilisation de poudres fines d'aluminium est leur coulabilité. En revanche, les forces prépondérantes sur la coulabilité des particules ne sont pas spécifiées. Y parvenir permettrait par exemple d'utiliser des poudres plus fines, que celles déjà utilisées, et donc d'améliorer les propriétés de surface des pièces produites.

Il est également décrit que les porosités influent fortement sur les caractéristiques mécaniques des matériaux obtenus par SLM. Les porosités dites sphériques, qui représentent la majorité des porosités formées, sont principalement constituées de dihydrogène. La source principale de ce dihydrogène n'est par contre pas spécifiée. Par conséquent, il est difficile de définir le cycle de stockage et de pré-utilisation permettant de limiter la formation de ce type de défauts.

Ces travaux de thèse proposent d'identifier la source principale de dihydrogène ainsi que les facteurs les plus influents sur la coulabilité. L'influence du stockage et de l'étuvage sur les propriétés particulières est également investiguée.

CHAPITRE 2

Matériaux et méthodes expérimentales

Sommaire

2.1	Caractérisation des poudres	70
2.1.1	Etat de référence particulaire	70
2.1.2	Analyse rhéologique	75
2.1.3	Mesure des épaisseurs de couches d'oxydes	85
2.1.4	Analyse thermogravimétrique couplée à une analyse calorimétrique différentielle à balayage	94
2.1.5	Caractérisation des éléments dégazés ou sublimés lors de l'interaction laser/matière	95
2.1.6	Conditionnement des poudres	95
2.2	Caractérisation des composants édifiés	97
2.2.1	Edification SLM	97
2.2.2	Recherche paramétrique	98
2.2.3	Mesure de la densité matière	104
2.2.4	Caractérisations microstructurales	106

2.1 Caractérisation des poudres

Afin de répondre aux objectifs décrits précédemment, la première étape de ces travaux consiste à caractériser la poudre d'aluminium 6061 standard approvisionnée par la société Poudres Hermillon.

A partir de ces données d'entrée, une veille bibliographique des moyens de mesure de la coulabilité des poudres est menée. Elle a permis d'aboutir à l'identification de la méthode de Jenike [181] mise en œuvre via un rhéomètre FT4. Cette technique d'analyse a pour avantage de dissocier l'impact des forces de friction de celles de cohésion sur la coulabilité des poudres. De plus, comme cela est décrit dans les paragraphes suivant, elle est compatible avec tout type de poudre sans limite de coulabilité. Elle est également la plus représentative du mode d'étalement des particules en fabrication additive SLM. La caractérisation de différentes granulométries et conditions de pré-traitement des poudres a permis d'identifier les phénomènes les plus influents sur les mécanismes d'écoulement des poudres. Des mesures de l'épaisseur des couches d'oxydes par spectroscopie photoélectronique X (XPS) ont permis d'affiner l'identification des forces prépondérantes sur la coulabilité. Pour cette caractérisation, les poudres ont été conditionnées dans une enceinte climatique à différentes températures, durées et taux d'humidité relatif. La source principale de formation des porosités sphériques riches en dihydrogène a été définie par le calcul des épaisseurs d'oxydes en utilisant la méthode de Shard [182]. Les hypothèses formulées ont été validées par thermogravimétrie couplée à de la calorimétrie différentielle à balayage et à des mesures par spectrométrie infrarouge. La constitution en dihydrogène des porosités sphériques formulée par Louvis et al. [14] a également été validée par une approche expérimentale, qui consiste à mesurer qualitativement la fumée dégagée lors de l'interaction laser/matière.

2.1.1 Etat de référence particulaire

Pour cette étude, une seule nuance provenant d'un même lot de poudre et fournisseur sont analysés. Cependant, les conclusions tirées de cette étude pourront être élargies à une grande partie des poudres d'alliage d'aluminium vendues sur le marché dont les caractéristiques sont assez proches.

La poudre de référence choisie pour cette étude est une poudre commerciale fournie par la société Poudres Hermillon. Elle est livrée dans un sachet plastique contenu dans un fût de 20 litres scellé sans atmosphère protectrice. Après réception, la poudre a été reconditionnée en 16 pots plastiques de 100ml et un pot de 50mL. La poudre a ensuite été stockée dans une pièce ventilée, régulée en température et en humidité. Cette séparation en plus petit contenant est nécessaire pour le chargement de la poudre dans la machine d'impression 3D utilisée dans le cadre de cette thèse.

Pour l'obtention de la poudre, l'alliage est préalablement obtenu dans un four à induction de type "OTTO JUNKER" dont la capacité est de 950 Kg et avec une température maximale de travail de 1000°C. L'atomisation est effectuée par désintégration d'un flux de métal liquide (provenant d'un four de maintien en température intermédiaire) en micro gouttelettes sous la pression d'un gaz, ici l'azote. La tour d'atomisation utilisée est "horizontale" et possède un débit de 150 à 450 kg/h. La granulométrie brut d'atomisation n'étant pas celle de la spécification, la poudre est ensuite triée à l'aide d'une roue à

Produit	D10 10%<d10	D50 diamètre moyen	D90 90%<d90
Grade F30125-2 "6061"	>5µm	23-34µm	<70µm

Tableau 2.1 – Granulométrie de la poudre de référence d'aluminium 6061, d'après Hermillon, caractérisée par granulomètre laser MALVERN

Produit	Fe wt%	Si wt%	Cu wt%	Mg wt%	Cr wt%
Grade F30125-2 6061	<=0.2	0.4-0.8	0.15-0.4	0.8-1.2	0.04-0.35

Tableau 2.2 – Composition chimique de la poudre d'Al6061 d'après *Hermillon* caractérisée par spectrométrie à plasma à couplage inductif

grande vitesse par effet centrifuge. La plage de séparation est de 1 à 50 µm pour une précision de +/-10 % de la valeur de coupe. La granulométrie volumique ou en nombre, est définie par une courbe de gauss, elle est caractérisée par 3 valeurs qui sont le D10, D50, D90 :

- Le D10 Vol et D10 nb : 10% du volume ou du nombre de particules possèdent une taille inférieure à cette valeur.
- Le D50 Vol ou D50 nb : 50% du volume ou du nombre de particules possèdent une taille inférieure à cette valeur.
- Le D90 Vol ou nb : 90% du volume ou du nombre de particules possèdent une taille inférieure à cette valeur.

Les caractéristiques de la poudre fournies par la société Hermillon sont décrites dans les tableaux 2.1 et 2.2.

2.1.1.1 Granulométrie et morphologie

Pour la caractérisation de la granulométrie des poudres et de leur morphologie, la technique de morphogranulométrie est retenue. Contrairement à la diffraction laser elle a pour avantage de caractériser morphologiquement les particules tout en analysant leur taille. La diffraction laser est basée sur la théorie de Mie, qui exprime une taille de particule en fonction de l'intensité lumineuse diffusée [183]. Plus les particules sont grandes et plus les angles de diffusion sont petits. A partir de ces mesures d'intensité, un diamètre de sphère équivalent au volume de la particule exposée est calculé. Ainsi les informations morphologiques ne peuvent être obtenues via cette technique, les particules sphériques et irrégulières ne sont pas dissociées. En contre partie la statistique est plus importante que dans le cas de la morphogranulométrie.

La morphogranulométrie est basée sur la technique d'analyse d'image statique. Une première étape consiste à disposer sur une paroi transparente un échantillon de poudre de quelques millilitres. Initialement, la poudre est déposée sur un film plastique qui ensuite par effet de dépression se rompt. Les particules sont dissociées et projetées sur la zone d'analyse (figure 2.1.a). La surface de poudre est ensuite déplacée sous l'objectif d'un microscope optique rétro-éclairé, chaque particule est ainsi analysée individuellement. Cette technique permet ensuite par analyse d'image de calculer la taille des particules mais aussi d'exprimer entre autre, un indice de sphéricité.

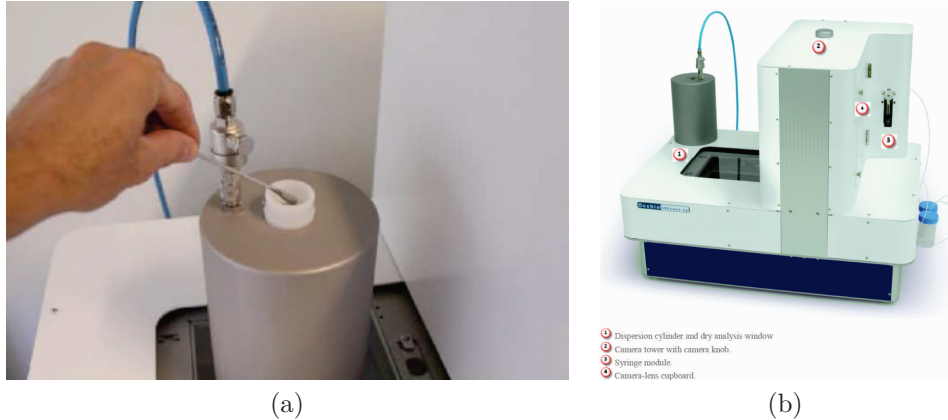


FIGURE 2.1 – a) Dépôts d'échantillons de poudre sur le module de dissociation et de projection; b) Morphogranulomètre Occhio nano 500XY

Dans le cadre de cette étude les mesures sont réalisées sur un morphogranulomètre Occhio nano 500XY (figure 2.1.b). La plage de particules analysable est de $0.2 \mu\text{m}$ à $3000 \mu\text{m}$. La taille d'un pixel est de $1.67 \mu\text{m}$ et la résolution de la lentille du microscope de $0.19 \mu\text{m}/\text{pixel}$. La résolution de la caméra de vision est de 10 millions de pixels (3840×2748 pixels). Pour chaque mesure 200 000 à 1 million de particules sont analysées. Au vu du nombre de particules analysées par cycle, une seule mesure est réalisée par échantillon de poudre. Chaque analyse dure entre 5 et 6 heures.

Pour le calcul des diamètres équivalents un cercle de surface égale à la particule analysée est calculé. Concernant la caractérisation morphologique, l'indice de sphéricité d'Occhio Bluntness (OB) est retenu. Cet indice développé par Pirard [41] était utilisé pour calculer la durée d'érosion d'une particule de sable à partir de sa forme extérieure. Il est basé sur le calcul de la moyenne des rayons inscrits dans la particule et tangents à la surface extérieure moyennée par le rayon inscrit le plus grand (figure 2.2) :

$$OB = \frac{\sum_{i=0}^{i=N} r_i}{N} * \frac{1}{r_{Max}} \quad (2.1)$$

Plus l'indice se rapproche de 1 et plus la particule est jugée sphérique. Cette méthode permet de représenter au mieux la topographie des particules. D'autres approches comme le calcul du rapport entre cercle inscrit tangentiel et normal, ou encore de l'indice de concavité n'ont pas été retenues car jugées moins pertinentes.

2.1.1.2 Densité apparente

La mesure de la masse volumique apparente est effectuée conformément à la norme ASTM B212-13 [184] [185]. Un cylindrique métallique calibré d'une capacité de $25 \pm 0.03 \text{ cm}^3$ est rempli. Pour éviter la chute trop rapide de la poudre et donc son compactage, il est prévu dans la norme que le remplissage s'effectue via un cône de Hall ayant un orifice de 2.5mm. Malheureusement la trop faible coulabilité de la poudre d'aluminium ne permet pas l'utilisation de cet entonnoir. Il a été décidé de compléter le cylindre via une spatule de prélèvement. Le remplissage est effectué de façon à minimiser l'effet

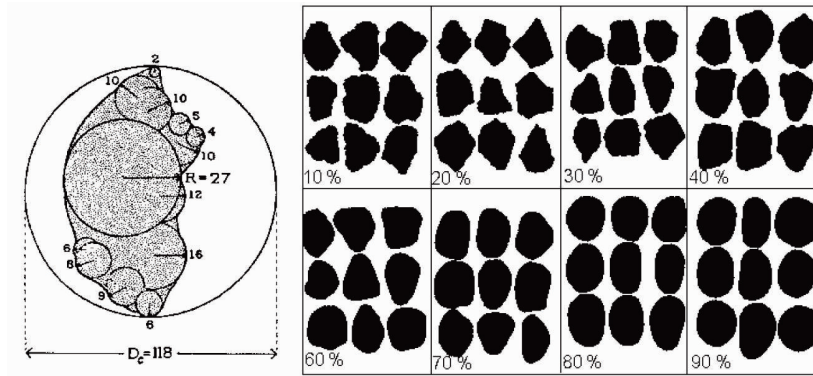


FIGURE 2.2 – Schéma explicatif pour le calcul de l'indice de sphéricité d'Occhio Bluntness et représentations des différentes valeurs de l'indice [41]

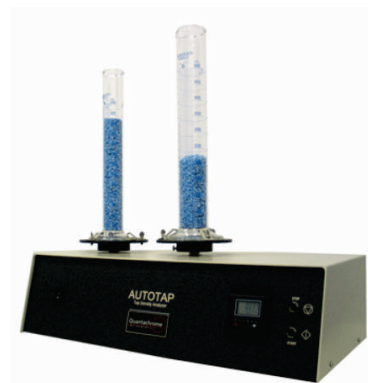


FIGURE 2.3 – Compacteur Autotap de la société Quatachrome Technology

de compactage, c'est à dire en prélevant un minimum de poudre à chaque étape de remplissage. L'arasage du surplus de poudre est effectué en une seule passe à l'aide d'un rasoir aimanté sans appliquer de compression sur la surface. La mesure de masse est alors réalisée trois fois avec une balance Metler AB104-S/FACT précise à ± 0.1 mg. La masse volumique apparente ρ_{ap} est définie par :

$$\rho_{ap} = \frac{m_{mesurée}}{V_{calibré}} \quad (2.2)$$

2.1.1.3 Densité tassée

La mesure de densité tassée est effectuée conformément à la norme ASTM B527. Elle est réalisée via un compacteur Autotap de la société Quatachrome Technology (figure 2.3). Un certain volume de poudre, pesé préalablement sur la balance Metler AB104-S/FACT, est déversé dans un cylindre gradué de 250 mL rempli aux trois quarts. La poudre est ensuite tassée par chute successive de 0.122 inch à une fréquence de 250 chocs/min. La première mesure itérative a pour objectif de définir le nombre de cycles minimal à réaliser pour que le volume de poudre mesuré ne varie plus. A partir de ce nombre de cycle 3 mesures sont réalisées par lot de poudre. La masse volumique tassée

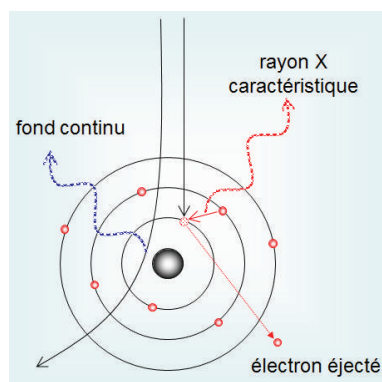


FIGURE 2.4 – Principe de l'émission de rayon X lors de l'interaction entre un atome et un faisceau d'électron [42]

ρ_t est définie par le rapport entre la masse de poudre chargée dans le cylindre et le volume minimal atteint après les cycles de tassage :

$$\rho_t = \frac{m_{mesurée}}{V_{tassé}} \quad (2.3)$$

2.1.1.4 Imagerie MEB et analyse EDX

Pour la prise d'images à fort grossissement, l'analyse au microscope électronique à balayage (MEB) par détection des électrons secondaires (SE) est utilisée. Les électrons secondaires émis ayant une faible énergie (environ 50 eV), seuls les effets de la couche superficielle agissent sur leur émission (profondeur d'émission inférieure à 10 nanomètres). Cette faible énergie facilite également leur attraction, par la grille du détecteur, vers le scintillateur. Chaque variation topographique modifie la quantité d'électrons diffusée et permet ainsi d'obtenir une image précise des volumes observés. Pour la quantification chimique, l'analyse dispersive en énergie (EDX) est retenue. Suite à l'incidence du faisceau d'électrons le déséquilibre électronique des atomes entraîne le déplacement d'électrons de couches électroniques à hautes énergies de liaisons vers des couches moins chargées. Les électrons des couches à hautes énergies de liaison combleront les zones de "vide" des couches électroniques à plus faibles énergies. Le déplacement de ces électrons engendre l'émission de photon X (figure 2.34a). L'énergie de ces photons est caractéristique des différences énergétiques entre couches et de la structure atomique de l'élément émetteur. Ainsi il est possible par quantification de spectres d'émissions de remonter à la composition chimique des surfaces exposées. L'interaction de l'émission électronique sous forme de poire avec le substrat et la forte profondeur d'émission des rayons X, limite la discrétisation volumique à quelques μm^3 . La quantification d'éléments dont le numéro atomique est inférieur à 6 est impossible. Le seuil de détection est de 1 % atomique en moyenne par rapport au volume analysé et l'erreur relative maximum de quantification est de l'ordre de 10 % à 20 %.

Pour ces analyses un microscope électronique à balayage TESCAN VEGA équipé d'un détecteur EDX EDAX APOLLO X et d'un détecteur SE de type Everhart-Thornlay en

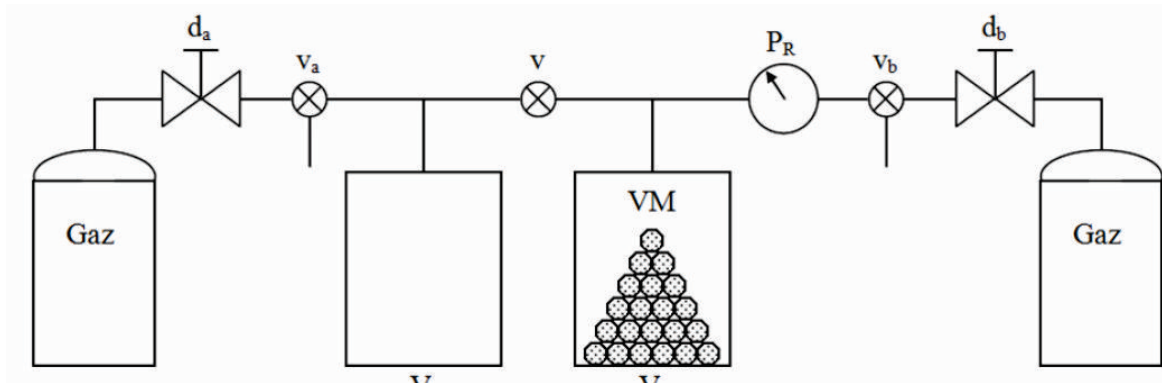


FIGURE 2.5 – Principe de fonctionnement de la mesure de densité par pycnométrie [43]

mode "TOPO" est utilisé. Pour l'imagerie, la tension d'accélération est de 10 KV pour une distance moyenne de travail de 15 mm. Des grossissements de X 200 à X 1500 sont effectués.

2.1.1.5 Pycnométrie He

Afin d'évaluer la densité des poudres atomisées, la pycnométrie à l'Helium est employée. Le principe de mesure suit la loi de Boyle-Mariotte qui estime le volume de l'échantillon par différence de pression d'un gaz entre deux enceintes calibrées. Le gaz est d'abord injecté à une pression donnée dans une enceinte de référence puis détendu dans l'enceinte contenant les échantillons à analyser (figure 2.5). La loi de Boyle-Mariotte s'écrit :

$$P_0 * V_0 = P_1 * (V_0 + V_1 - V_E) \quad (2.4)$$

avec P_0 la pression dans l'enceinte de référence, P_1 la pression après détente dans l'enceinte de mesure, V_0 le volume de l'enceinte de référence, V_1 le volume de l'enceinte de mesure et V_E le volume de l'échantillon.

L'Helium est utilisé pour sa forte pénétration dans les aspérités ouvertes car son diamètre atomique est faible.

Dans le cadre de cette étude un pycnomètre Ultrapyc 1200E est utilisé. Le plus petit contenant de 10 cm^3 est employé pour une précision de mesure volumétrique de $\pm 0.02 \%$ avec une répétabilité de $\pm 0.01 \%$.

2.1.2 Analyse rhéologique

2.1.2.1 Approche et identification de la méthodologie

Pour le choix de la technique de mesure de la coulabilité des poudres, les principaux critères sont :

- La compatibilité de la technique avec la poudre d'aluminium de référence, et plus globalement avec les poudres d'aluminium commerciales dédiées au procédé SLM.
- La répétabilité de la mesure.
- La représentativité de la méthode par rapport aux conditions de mise en couche des machines SLM.
- La possibilité de distinguer par l'interprétation des résultats l'influence des forces

de friction et de celles de cohésion.

On décrit la coulabilité comme l'aptitude d'une poudre à s'écouler de manière continue. Pour Carr [186], les moyens de caractérisation standards ne sont pas suffisants lorsqu'ils sont utilisés de façon unique pour évaluer cette caractéristique. Il a développé une méthode quantitative consistant à évaluer les propriétés de la poudre à partir de différents tests : la mesure des angles de repos, de spatules, de l'indice de compressibilité et la cohésion. Ces essais sont décrits ci-dessous et analysés par rapport au besoin de l'étude. D'autres techniques non proposées par Carr sont également évaluées.

Débitmètre de Hall et cône de Carney : Les premières des techniques proposées et recommandées par le *Nationale Institute of standards and Technology NIST* [187] sont le débitmètre de Hall et le cône de Carney spécifiés dans les normes ASTM B212-13 [185] et ASTM B964-16 [188]. La première méthode de type "statique" consiste à remplir le cône de Hall avec une masse de poudre prédéterminée puis de déclencher l'écoulement à un instant précis. La durée d'écoulement pour évacuer la poudre est mise en perspective par rapport à la masse de poudre chargée précédemment. La caractérisation de Carney (deuxième méthode) est dynamique et consiste à verser en continu de la poudre à travers le cône et de mesurer pour un laps de temps prédéfini la masse de poudre écoulee. Elle est exprimée en s/g. Une différence majeure entre ces deux méthodes est la taille des orifices, pour le cône de Hall le diamètre est de 2.54 mm, celui de Carney est de 5.08 mm.

Malheureusement ces techniques ne sont pas adaptées aux poudres d'aluminium dédiées à la fabrication additive à cause de leur trop faible coulabilité. La poudre ne peut s'écouler à travers les orifices, même le plus large, les mesures ne sont donc pas réalisables.

Compressibilité : Une autre approche pour mesurer la coulabilité est de définir un critère de compressibilité, couramment désigné comme l'indice d'Hausner [189] ou indice de Carr. Le premier exprime le rapport entre densité tassée et densité apparente :

$$HR = \frac{\rho_t}{\rho_{ap}} \quad (2.5)$$

Le second exprime un pourcentage de compressibilité par rapport à la densité tassée :

$$IC = \frac{\rho_t - \rho_{ap}}{\rho_t} * 100 \quad (2.6)$$

On peut ainsi classer les poudres suivant ces deux catégories (tableau 2.3 et tableau 2.4). Ces indices permettent de comparer et d'exprimer facilement l'état granulaire d'un lot de poudre par rapport à des références. En revanche ils ne sont pas suffisants pour les besoins de l'étude car ils ne permettent pas de dissocier les différentes forces mises en jeu lors de l'écoulement des particules.

Mesures angulaires : Une autre méthode pour caractériser la coulabilité des poudres est de mesurer les différents angles que peuvent former les particules en contact avec une surface. Une multitude d'angles permet de classer les particules en fonction

Rapport Hausner	Poudre
$HR \leq 1,25$	Sableuse ou granuleuse
$1,25 < HR < 1,4$	Fusante
$HR \geq 1,4$	Cohésive

Tableau 2.3 – Interprétation de l'indice de compressibilité d'Hausner

Indice de Carr(IC) %	Coulabilité	Poudre
5 à 10	Excellente	Granulés, sables, poudres sans particule fines ni fibres
10 à 15	Bonne	" "
15 à 25	Médiocre	Poudre avec peu de particules fines et densité élevée
25 à 30	Mauvaise	Poudre contenant des particules fines
30 à 40	Très mauvaise	Poudre cohésive
> 40	Exécrable	Poudre très cohésive

Tableau 2.4 – Interprétation du facteur de compressibilité de Carr

de leur coulabilité (repos, chute, glissement, rebord, avalanche, repos dynamique, etc). On peut regrouper ces angles en deux catégories : les angles statiques et les angles dynamiques (figure 2.6). Pour Spierings et al. [190] l'angle le plus représentatif de l'application des poudres en fabrication additive est l'angle d'avalanche. Il est évalué à travers un cylindre vitré en rotation dans lequel une certaine quantité de poudre est insérée. Une caméra fixée en face de l'une des deux extrémités du cylindre mesure l'angle formé par l'extrême surface de la poudre avec l'axe horizontal (figure 2.7). Cette méthode a pour avantage d'être valide pour tout type de poudre et répétable. Elle permet également d'exprimer une capacité d'écoulement en fonction de l'angle d'avalanche mesuré (tableau 2.5).

Cependant tout comme les méthodes précédentes, les différentes forces mises en jeu lors de l'écoulement des particules ne sont pas distinguées. De plus elle n'est pas suffisamment représentative du mode de mise en couche des poudres en fabrication additive. Généralement les poudres sont chargées dans un piston d'alimentation ou déposées sur une plateforme puis entraînées par effet de cisaillement sur la zone de lasage. Elles ne sont pas déversées par effet d'un conteneur sur le plateau. Enfin Gu et al. [45] ont montré que les écarts d'angles d'avalanches entre différentes poudres ne sont pas en lien avec les caractéristiques mécaniques obtenues *in fine* pour des composants

Angle de repos(°)	Coulabilité	Cohésion
25 à 45	Excellente	Faible
35 à 45	Bonne	Légère
> 45	Mauvaise	Importante

Tableau 2.5 – Coulabilité des poudres en fonction de la valeur de l'angle d'avalanche

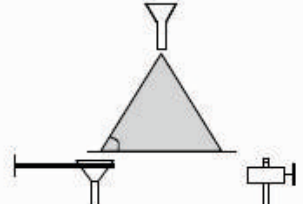
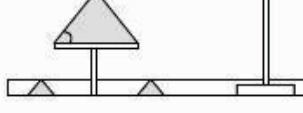
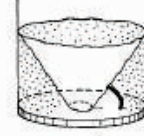
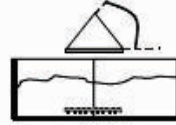
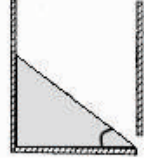


Catégorie	Angle	Représentation schématique des méthodes
S T A T I Q U E S	Angle de repos (ou de talus)	
	Angle de chute (angle de repos soumis à 3 chocs)	
	Angle de cratère	
	Angle de spatule	
	Angle de rebord	
D Y N A M I Q U E S	Angle d'avalanche θ_a (avant écoulement)	 Méthode du tambour
	Angle de repos dynamique θ_d (après écoulement)	
	Angle de glissement	

FIGURE 2.6 – Classification des angles caractéristiques des poudres proposée par Marjorie Jacquelin [44]

fabriqués sur une machine EOS M270.

Méthode de Jenike : Cette méthode développée par Jenike [181] consiste à réaliser un certain nombre d'essais afin d'obtenir la fonction d'écoulement des poudres. Un échantillon de la poudre est conditionné (voir détails dans le paragraphe suivant) puis des mesures incrémentales sont réalisées afin d'associer un effort de cisaillement à une contrainte normale. Grâce à une courbe linéaire, calculée à partir des différentes valeurs de rupture obtenues, les forces interparticulaires dites de cohésion sont dissociées des forces de friction. Cette méthode définie par Jenike permet de classer les poudres suivant

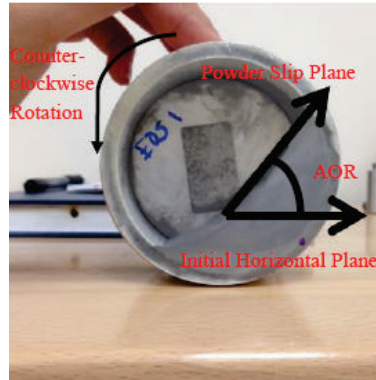


FIGURE 2.7 – Représentation du calcul d’angle d’avalanche [45]

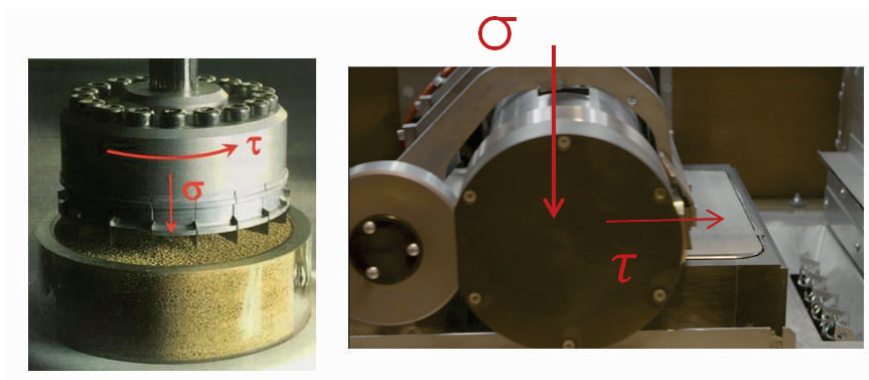


FIGURE 2.8 – Comparaison entre la mesure de Jenike et le mode de mise en couche des machines ProX200 de la société 3D-Systems

la fonction d’écoulement nommée ff_c . Cette méthode est totalement automatisable. Elle est également représentative du mode de mise en couche des poudres en fabrication additive SLM et plus particulièrement de celui utilisé dans le cadre de cette thèse. La poudre est en effet chargée dans un piston d’alimentation puis compactée et enfin dissociée, par cisaillement, du piston d’alimentation par un rouleau. La méthode proposée par Jenike se rapproche de ce phénomène puisqu’un effort tangentiel est aussi appliqué et mesuré en fonction d’un pré-effort normal (figure 2.8). Cette méthode répond donc aux critères fixés initialement, c’est pourquoi elle a été retenue pour cette étude.

2.1.2.2 Principe de mesure et interprétation

La première étape de la caractérisation consiste à mesurer pour plusieurs contraintes normales ou états de consolidation, le couple nécessaire à mouvoir en rotation un plan de cisaillement. A partir d’un minimum de quatre lieux de rupture mesurés, la courbe du lieu cinématique de rupture est obtenue. La mesure de ces points de rupture se fait via une cellule de cisaillement (voir figure 2.9).

La procédure d’obtention de cette courbe s’exécute pour chaque lieu cinématique de rupture en deux temps :

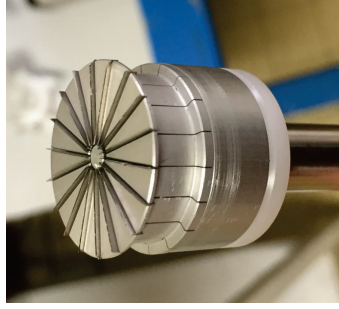


FIGURE 2.9 – Cellule de cisaillement génératrice d’un plan de décrochage lors de l’essai de Jenike

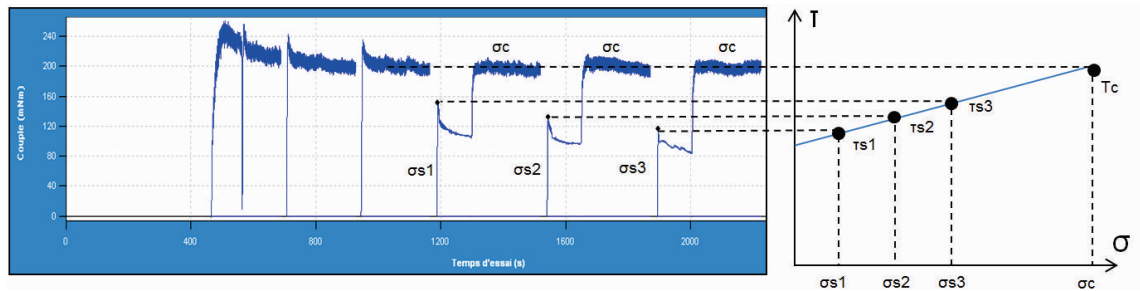


FIGURE 2.10 – Etapes d’un test de cisaillement et détermination des points du lieu cinématique de rupture

- **La pré-consolidation** : Elle s’effectue avant chaque essai de cisaillement pour une contrainte normale maximale prédéfinie. Pour notre étude, cette pré-consolidation est représentative du tassement de la poudre dans le bac d’alimentation. Afin de maximiser la densité du lit de poudre et minimiser le retrait volumique lors de la fusion laser, la poudre est tassée dans l’enceinte d’alimentation avant d’être mise en couche.
La charge normale de consolidation (σ_c) est appliquée sur l’échantillon, puis la poudre est cisailée. Avant chaque campagne de mesure, cette pré-consolidation est effectuée trois fois afin de stabiliser le volume de poudre analysé puis une seule fois avant chaque essai de cisaillement.
- **Essais de cisaillement** : Une fois la poudre consolidée, une nouvelle force normale est appliquée $\sigma_s < \sigma_c$. L’effort tangentiel τ_s nécessaire à créer un plan de cisaillement est relevé.

Ce protocole est répété au minimum quatre fois, les valeurs des contraintes normales σ_s sont exercées de façon décroissante. A partir des différents couples (σ_s, τ_s) et des valeurs de σ_c et τ_c le lieu de rupture est obtenu par approximation linéaire de ces valeurs (figure 2.10). Généralement la courbe initiale est légèrement infléchie à proximité des valeurs de σ_c et τ_c .

La droite obtenue conduit à une expression pouvant être décrite par le critère de rupture

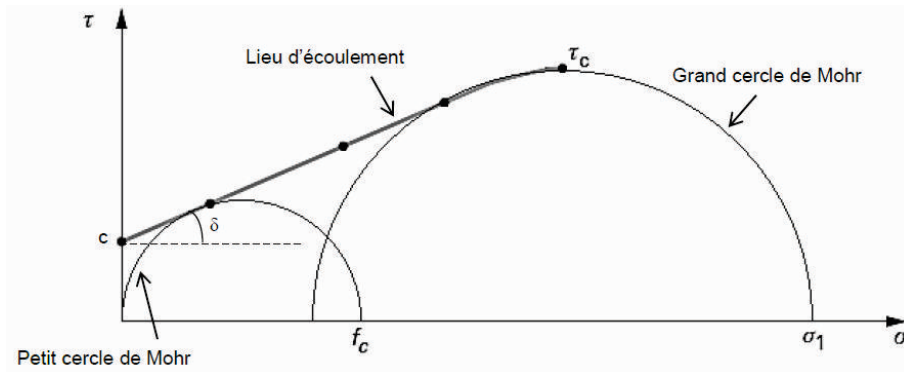


FIGURE 2.11 – Diagramme (σ_c, τ_c) , lieu d'écoulement et cercles de Mohr [46]

de Mohr-coulomb :

$$\tau = \mu\sigma + c \quad (2.7)$$

La constante c donnée par l'ordonnée à l'origine de la courbe d'ajustement représente la contrainte nécessaire pour mouvoir la poudre "libre", c'est à dire non contrainte. Cette valeur est représentative des forces interparticulaires (force de Van der Waals, force capillaire, force électrostatique et de pesanteur). Si comme l'exprime les lois de coulomb pour des milieux continus (ex :roche), ces forces interparticulaires sont nulles, alors l'effort tangentiel pour mouvoir la poudre non consolidée est infiniment petit, hors ce n'est pas le cas. Le critère de Mohr-Coulomb intègre donc cette dimension.

L'angle de friction interne de la poudre représentatif des forces de friction entre particules est donné par la pente de la courbe d'ajustement avec $\pi = \tan\phi$. On peut ainsi conclure qu'à partir de cette expression lorsque $\tau \geq \mu\sigma + c$ la poudre s'écoule et peut ainsi être mise en couche.

Afin d'exprimer un indice de coulabilité, la méthode de Jenike prévoit de calculer les cercles de Mohr caractéristiques de cette fonction. Ils permettent à terme d'obtenir la fonction d'écoulement à travers les contraintes principales de cohésion (f_c) et de consolidation (σ_1) [191].

Ces contraintes sont définies et obtenues de la façon suivante (figure 2.11) :

f_c : Contrainte maximale que peut subir la poudre sur une surface libre pour l'état de consolidation initialement imposé. Cette contrainte est obtenue en traçant le cercle de Mohr tangent au lieu d'écoulement, et passant par l'origine. Analytiquement, elle est calculée ainsi :

$$f_c = \frac{-c}{\tan(\tan^{-1}(\phi/2) - \frac{\pi}{4})} \quad (2.8)$$

Cette fonction est calculée à partir de la bissectrice de la courbe linéaire du lieu de rupture et l'axe des ordonnés. Cette bissectrice a pour propriété de couper l'axe des abscisses par le centre du premier cercle de mohr. La valeur de f_c est le double de cette valeur.

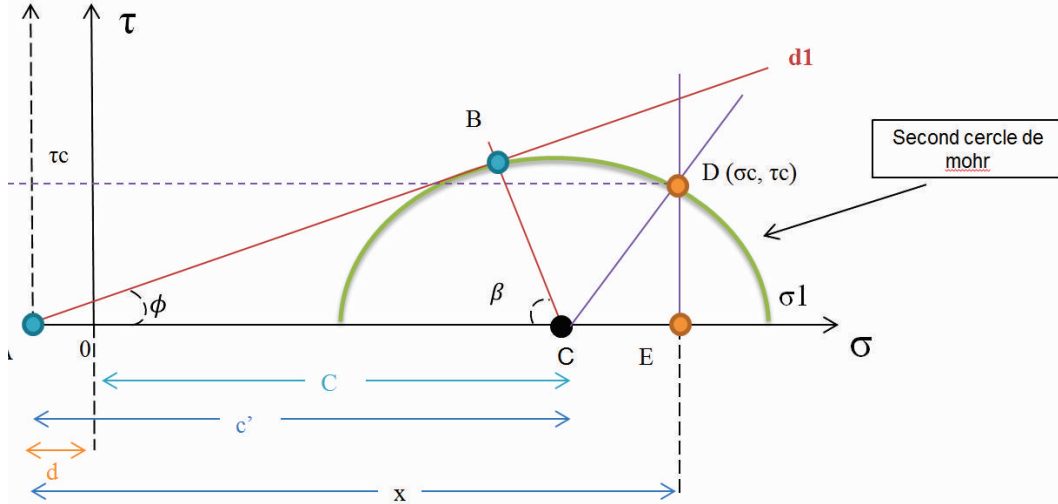


FIGURE 2.12 – Schéma explicatif pour le calcul de la position de σ_1

σ_1 : La contrainte maximale que peut subir la poudre sans changer d'état de consolidation. Elle est obtenue en traçant le cercle de Mohr passant par la valeur de contrainte τ_c et tangent à la droite du lieu de rupture. Elle est calculée de la façon suivante (figure 2.12) :

1. À partir du premier triangle rectangle ABC, la valeur du rayon du second cercle de Mohr est exprimée en fonction de β et c' . (le centre du repère est le point d'intersection entre l'axe des abscisses et la droite du lieu de rupture.) :

$$\cos(\beta) = \frac{BC}{AC} = \frac{r}{c'} \quad (2.9)$$

$$r = c' * \cos(\beta) \quad (2.10)$$

avec :

$$C' = C + d = C + \frac{c}{\mu} \quad (2.11)$$

2. On se place ensuite dans le triangle rectangle DEC, pour estimer les solutions du polynôme de 2nd degré fonction de C.

$$CE^2 + DE^2 = CD^2 \quad (2.12)$$

$$(x - C)^2 + \tau_c^2 = r^2 = (c' * \cos(\beta))^2 \quad (2.13)$$

Par développement on obtient l'expression suivante de la forme $ax^2 + bx + c = 0$:

$$C^2(1 - \cos(\beta)^2) + C(2d - 2d\cos(\beta)^2 - 2 * X) + (d^2 - d^2 * \cos(\beta)^2 - 2 * X * d + \tau_c^2 + X^2) = 0 \quad (2.14)$$

En remplaçant X par $d + \sigma_c$, on arrive finalement aux expressions des constantes du polynôme suivantes :

$$a = 1 - \cos(\beta)^2 \quad (2.15)$$

$$b = 2d - 2d\cos(\beta)^2 - 2 * (d + \sigma_c) = 2d\cos(\beta)^2 - 2\sigma_c \quad (2.16)$$

$$c = d^2 - d^2 * \cos(\beta)^2 - 2 * (d + \sigma_c) * d + \tau_c^2 + (d + \sigma_c)^2 = -d^2 * \cos(\beta)^2 + \tau_c^2 + \sigma_c^2 \quad (2.17)$$

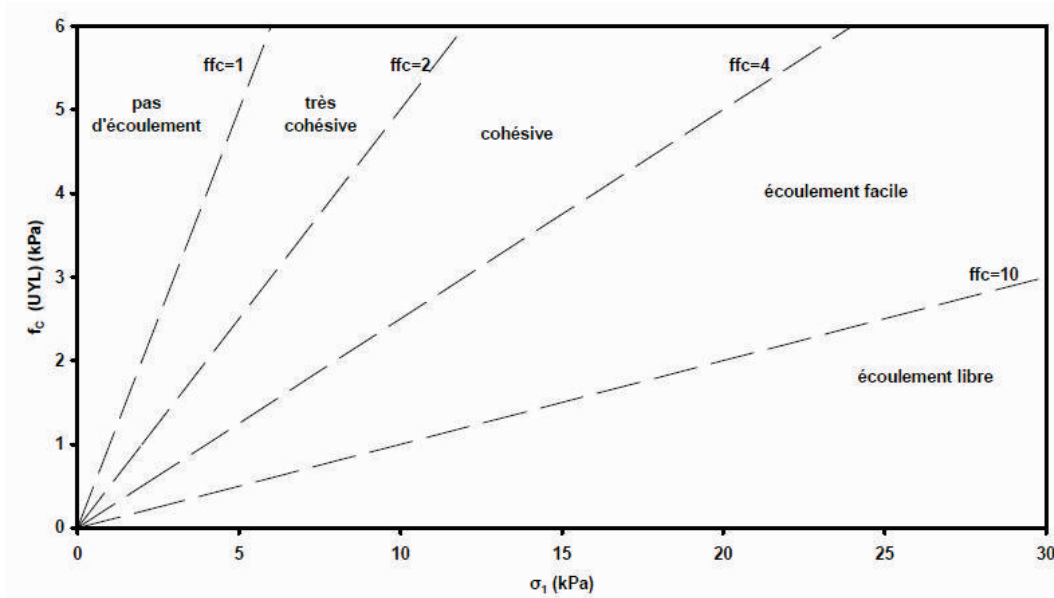


FIGURE 2.13 – Classification des capacités d’écoulement selon les valeurs de la fonction d’écoulement [47]

Les solutions de cette équation donnent ainsi la position du centre du demi-cercle de mohr. On obtient la valeur de σ_1 en ajoutant la valeur du rayon.

$$\sigma_1 = C + r \quad (2.18)$$

La fonction d’écoulement (ffc) est finalement donnée par le rapport entre la contrainte principale maximale (σ_1), que peut subir la poudre sans changer de consolidation, et la contrainte maximale (f_c), supportée par la poudre sur une surface libre, développée pour cet état de consolidation :

$$ffc = \frac{\sigma_1}{f_c} \quad (2.19)$$

Les poudres sont ainsi classées en différents intervalles de coulabilité définis par Schwedes [47]. Plus la valeur de ffc est élevée et plus l’écoulement de la poudre est aisé. Les forces de cohésion agissent principalement sur la valeur de f_c . Pour une même contrainte principale, plus f_c augmente et plus la capacité d’écoulement de la poudre se dégrade (figure 2.13).

2.1.2.3 Moyen de caractérisation et protocole

Pour la caractérisation des poudres suivant la méthode de Jenike un rhéomètre FT4 de la société Freeman Technology est utilisé. La tête de la cellule (48 mm de diamètre, figure 2.9) est composée de 18 segments verticaux (lames). La poudre est contenue et caractérisée dans un récipient cylindrique de borosilicate (50 mm de diamètre). Un agitateur de type pale et un piston sont également utilisés pour conduire ces essais. L’agitateur permet après chargement de la poudre de malaxer et mélanger le volume de


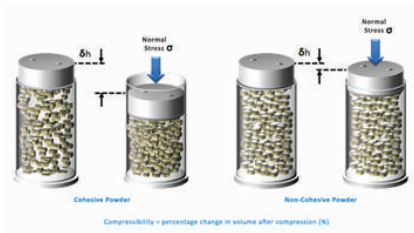

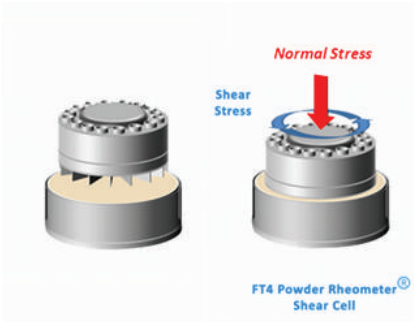
	Etapes	Illustrations	Détails
1	Cycle de conditionnement		Mélange du lot de poudre pour supprimer les effets de ségrégation lors du remplissage du contenant
2	Arrêt et retour à la position initiale		Changement de tête
3	Compression		Pré-consolidation de la poudre à σ_c
4	Retour à la position initiale		
5	Arrêt à la position initiale		Changement de tête
6	Enlèvement de l'excédent de poudre		
7	Cisaillement		Mesure des valeurs de (σ_s, τ_s) et de (σ_c, τ_c)
8	Retour à la position initiale		

Tableau 2.6 – Protocole de mesure de la fonction d'écoulement des poudres caractérisées au rhéomètre FT4 suivant la méthode de Jenike

poudre. Cette pale spécifique supprime les effets de pré-compactage ou de ségrégation lors du déversement. Le piston a pour objectif de "consolider" la poudre avant les essais de cisaillement. La contrainte de consolidation des essais est de 15 KPa. Le protocole est décrit dans le tableau 2.6. Les essais sont réalisés dans une pièce régulée en température à 21°C. Le taux d'humidité relative est non contrôlé, il est mesuré par un hygromètre numérique.

2.1.3 Mesure des épaisseurs de couches d'oxydes

2.1.3.1 Approche et identification de la méthodologie

Pour évaluer le niveau d'oxydation des poudres à l'état brut et après différentes conditions de pré-treatment des poudres, la spectrométrie photoélectronique X est retenue. La finesse des couches d'oxydes natives, de l'ordre de quelques nanomètres ($\simeq 4$ nm) [131], justifie l'utilisation de cette technique. Seules les méthodes à faible pénétration surfacique permettent de déterminer et quantifier les compositions de couches en surface. Cependant cette technique nécessite de nombreuses étapes d'interprétation pour aboutir au calcul d'épaisseurs de couches d'oxydes multiples issues de surfaces sphériques.

Une première technique également adaptée pour la mesure quantitative d'épaisseur de couches d'oxyde a été préalablement évaluée. Cette technique, décrite comme la spectroscopie Auger (AES : Analyse par spectroscopie des Électrons Auger), consiste à identifier et mesurer l'intensité des électrons éjectés par effet Auger. L'émission de ces électrons repose sur l'effet photoélectrique découvert par Frank et Hertz en 1887 et expliqué par Einstein en 1905. L'intérêt de cette technique repose surtout sur la variation de l'énergie de liaison des électrons photoionisés en fonction de l'environnement chimique de l'atome qui les a émis.

Le principe de l'effet Auger est décrit sur la figure 2.14 : un atome bombardé par un faisceau d'électrons engendre l'éjection d'un électron d'une couche interne notée ici K. Un électron d'une couche supérieure (ici 2s) vient alors combler la lacune électronique. L'excès d'énergie peut conduire à l'émission d'un photon X, ou alors être absorbé par un électron d'une couche supérieure (ici $2p^{3/2}$), qui sera ensuite éjecté de l'atome. Ces électrons Auger sont ainsi répertoriés en indiquant les niveaux d'énergie impliqués dans le processus. Pour le schéma cité, on parle de transition KLL composée de plusieurs pics proches correspondant aux transitions KL_1L_2 , KL_1L_3 ou KL_2L_3 . La désexcitation est dite non radiative, c'est à dire sans émission de photon X.

La profondeur d'analyse est de façon simplifiée de l'ordre de 3λ soit de quelques nanomètres. Le libre parcours moyen λ est décrit comme la distance moyenne parcourue par les électrons dans la matière entre deux chocs. Il varie en fonction de l'énergie des électrons (30 à 2000 eV) et il est de l'ordre de quelques dizaines d'Ångström [48]. L'enceinte de mesure est soumise à l'ultravide (10^{-8} Pa) et la limite des détections est de l'ordre de 0.3 % d'une monocouche (1 monocouche $\simeq 10^{15}$ atomes/cm²) [192]. L'hydrogène et l'hélium ne sont pas détectables.

Outre les électrons de très haute énergie réfléchis élastiquement par la surface

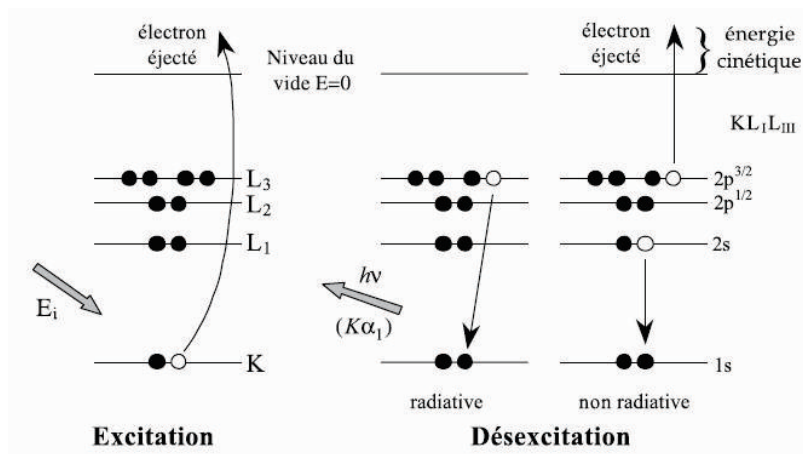


FIGURE 2.14 – Processus d’excitation et d’émission d’électrons Auger [48]

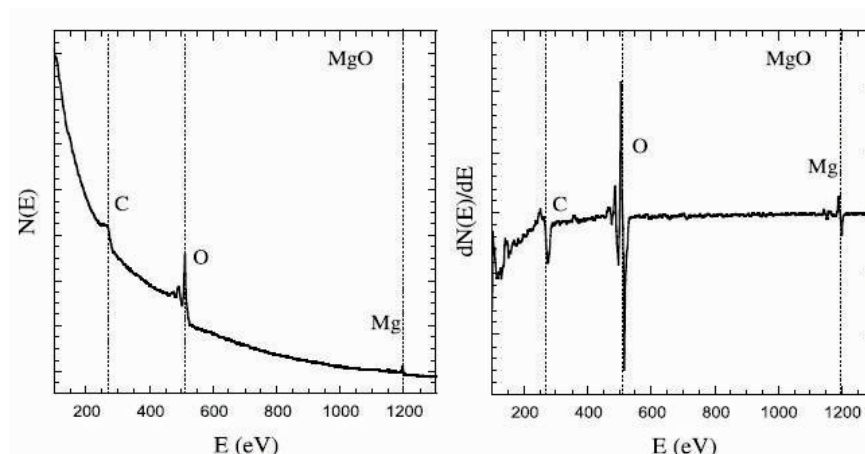


FIGURE 2.15 – Spectre auger en mode comptage à gauche et en mode "dérivée" à droite [48]

(de même énergie que les électrons incidents), les différents processus inélastiques engendrent un fond continu à faible énergie mais avec une forte densité. Ce fond continu est donc néfaste pour la détection et la quantification des électrons Auger à faible énergie d’émission. Ainsi pour limiter ce bruit, la détection des éléments et la quantification de l’intensité d’émission se fait via l’interprétation de la dérivée de la fonction $f(E)=N(E)$, avec $N(E)$ le nombre d’électrons détectés et (E) leur énergie d’émission (figure 2.15). L’identification des transitions Auger peut s’effectuer grâce aux bases de données existantes répertoriant pour chaque élément du tableau périodique les énergies des transitions KLL, LMM et MNN... Pour mesurer la quantité relative d’atomes présents, il suffit de mesurer la hauteur des pics $dN(E)/dE$, cette hauteur étant proportionnelle au nombre de transitions Auger.

L’intensité des raies peut ensuite être corrélée à l’épaisseur de la couche émettrice

suivant l'expression ci-après [193] :

$$I_{picE_A}^{elementA} = \lambda_{E_A} * N_A * I_A^o * (1 - exp(\frac{-d}{\lambda_{E_A} * sin(\theta)})) \quad (2.20)$$

où

- λ_{E_A} est le libre parcours moyen qui correspond à la distance moyenne parcourue par un électron dans un solide avant d'être diffusé de façon inélastique
- N_A (at/cm³) est la densité atomique de l'atome A
- I_A^o coefficient qui prend en compte la section efficace de photo-ionisation de l'atome A et des paramètres de l'appareillage tels que la rétrodiffusion des électrons. La section de photo-ionisation est définie comme étant la probabilité d'émission de l'électron k par unité de flux de photons incidents. Elle a la dimension d'une surface et s'exprime généralement en barns (10⁻²⁴ cm²).
- d est l'épaisseur de la couche analysée
- θ l'angle formé par le détecteur et la normale à la surface

Dans le cadre de cette étude les raies détectées après analyses de plusieurs particules sont :

- Al_{KLL} (Ec \simeq 1400 eV) provenant à la fois du substrat et des oxydes en surface et Al_{LMM} (Ec \simeq 60 eV) provenant uniquement des oxydes, la raie du substrat étant trop faible pour être observée.
- Mg_{KLL} (Ec \simeq 1200 eV) et Mg_{LMM} (Ec \simeq 40 eV) provenant des oxydes

A partir de ces observations deux hypothèses sont formulées :

- Hyp1 : L'oxyde formé est de type bi-couches dont la première au contact du substrat est l'alumine l' Al_2O_3 anhydre de type corindon et la seconde l'oxyde de magnésium MgO au contact de l'air.
- Hyp 2 : L'oxyde formé est également de type bi-couches mais la stratification des couches est inversée.

Le système d'équations obtenu *in fine* est le suivant pour l'hypothèse 1 :

$$I_{KLL}^{MgOxyde} = \lambda_{KLL}^{MgO} * N_{MgO} * I_{Mg_{KLL}}^o * [1 - exp(\frac{-d_{MgO}}{\lambda_{KLL}^{MgO} * cos(\theta)})] \quad (2.21)$$

$$I_{LMM}^{MgOxyde} = \lambda_{LMM}^{MgO} * N_{MgO} * I_{Mg_{LMM}}^o * [1 - exp(\frac{-d_{MgO}}{\lambda_{LMM}^{MgO} * cos(\theta)})] \quad (2.22)$$

$$I_{KLL}^{AlOxyde} = \lambda_{KLL}^{Al_2O_3} * N_{Al_2O_3} * I_{Al_{KLL}}^o * [1 - exp(\frac{-d_{Al_2O_3}}{\lambda_{KLL}^{Al_2O_3} * cos(\theta)})] * exp(\frac{-d_{MgO}}{\lambda_{KLL}^{MgO} * cos(\theta)}) \quad (2.23)$$

$$I_{LMM}^{AlOxyde} = \lambda_{LMM}^{Al_2O_3} * N_{Al_2O_3} * I_{Al_{LMM}}^o * [1 - exp(\frac{-d_{Al_2O_3}}{\lambda_{LMM}^{Al_2O_3} * cos(\theta)})] * exp(\frac{-d_{MgO}}{\lambda_{LMM}^{MgO} * cos(\theta)}) \quad (2.24)$$

$$I_{KLL}^{AlMetal} = \lambda_{KLL}^{Al} * N_{Al} * I_{Al_{KLL}}^o * exp(\frac{-d_{Al_2O_3}}{\lambda_{KLL}^{Al_2O_3} * cos(\theta)}) * exp(\frac{-d_{MgO}}{\lambda_{KLL}^{MgO} * cos(\theta)}) \quad (2.25)$$

Le rapport des équations 2.25 et 2.23 permet de remonter à l'épaisseur de la couche d'oxyde d' Al_2O_3 [49] :

$$d_{Al_2O_3} = \lambda_{KLL}^{Al_2O_3} * \cos(\theta) * \ln\left(\frac{\lambda_{KLL}^{Al} * N_{Al} * I_{AlKLL}^o}{\lambda_{KLL}^{Al_2O_3} * N_{Al_2O_3} * I_{AlKLL}^o} * \frac{I_{KLL}^{AlOxyde}}{I_{KLL}^{AlMetal}} + 1\right) \quad (2.26)$$

En simplifiant on peut remplacer les variables I^o par les sections efficaces de photo-ionisation notée σ . En effet, les spécificités du moyen de mesure ne varient pas en fonction de l'intensité des transitions mesurées. Le rapport de l'équation 2.21 et 2.25 permet de remonter à l'épaisseur de la couche d'oxyde superficielle, ici MgO en utilisant l'épaisseur d' Al_2O_3 calculée précédemment :

$$d_{MgO} = \lambda_{KLL}^{MgO} * \cos(\theta) * \ln\left(\frac{\lambda_{KLL}^{Al} * N_{Al} * I_{AlKLL}^o}{\lambda_{KLL}^{MgO} * N_{MgO} * I_{MgKLL}^o} * \frac{I_{KLL}^{MgOxyde}}{I_{KLL}^{AlMetal}} * L + 1\right) \quad (2.27)$$

avec $L = e^{-\frac{d_{Al_2O_3}}{\lambda_{KLL}^{Al_2O_3} * \cos(\theta)}}$

Le libre parcours moyen des électrons est calculé à partir du logiciel QUASES-IMFP-TPP2M 3.0 en libre accès [194]. Les sections efficaces de photo-ionisation sont obtenues via la base de données proposée par Scofield [195]. L'angle θ entre la normale à la surface et le détecteur est de 50° .

Des essais par abrasion ionique n'ont pas permis de dissocier l'ordonnancement des couches et donc l'hypothèse de superposition. Pour déterminer la plus pertinente, des calculs de couches sont réalisés pour les différentes transitions LMM et KLL. Celle dont les niveaux de transition sont compatibles est retenue, on obtient ainsi les épaisseurs des couches successives et leur ordre d'apparition en profondeur.

Cette méthodologie n'est pas utilisée pour l'ensemble de l'étude car l'interprétation des spectres Auger est développée pour des surfaces planes et non sphériques. De plus, les mesures XPS apportent plus de valeurs statistiques puisqu'elles sont réalisées sur plusieurs particules à chaque analyse. La méthodologie proposée par Shard pour l'analyse par XPS est privilégiée.

2.1.3.2 Principe de mesure et interprétation

Contrairement à la spectroscopie Auger, le processus XPS est basé sur la spectroscopie de photoélectrons excités par un rayons X. La quantité de poudre analysée par XPS est plus importante que par Auger car ce n'est pas une particule unique qui est analysée mais une surface constituée de plusieurs particules.

Tout comme l'analyse Auger, l'XPS repose sur l'effet photoélectrique. Le principe de ce type d'analyse est le suivant : un faisceau de rayons X irradie un échantillon et les électrons émis sont détectés. Les différents processus vus dans le paragraphe concernant la spectroscopie Auger sont encore présents, mais en spectroscopie de photoélectrons, on s'intéresse essentiellement aux électrons directement éjectés du cristal sans interaction supplémentaire. La relation de base de l'XPS, utilisée pour identifier des éléments irradiés, est la conservation de l'énergie dans l'effet photoélectrique, exprimée par la relation d'Einstein (figure 2.16) :

$$E_{cin} = hv - E_L \quad (2.28)$$

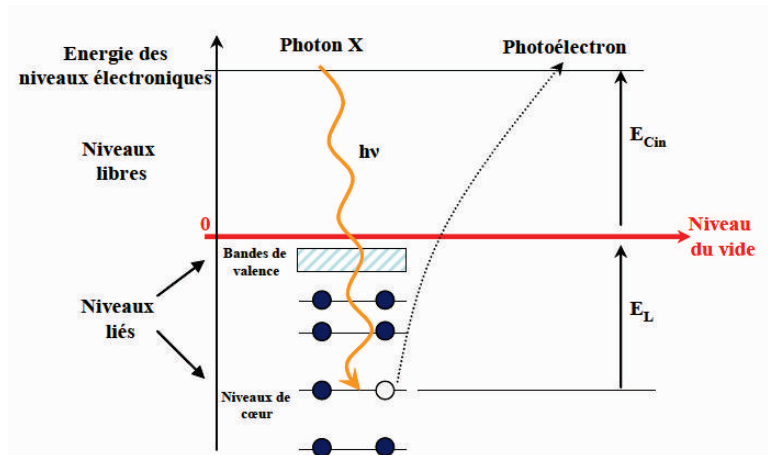


FIGURE 2.16 – Principe de la spectroscopie de photoélectrons par irradiation de photons X (XPS) [49]

avec E_{cin} et E_L qui sont respectivement l'énergie cinétique du photoélectron émis et son énergie de liaison de coeur initiale.

hv est l'énergie des photons irradiant avec h qui est la constante de Planck et v la fréquence de l'onde monochromatique. Ainsi en mesurant l'énergie cinétique des photoélectrons émis, il est possible de remonter à leur énergie de liaison. Or cette énergie de liaison est caractéristique de l'environnement chimique de l'atome émetteur, fonction des niveaux de transition et de l'espèce considérée. L'identification des pics obtenus est réalisée comme en spectroscopie Auger : des tables référencées donnent les spectres XPS pour tous les éléments du tableau périodique (exceptés H et He, qui ont des sections efficaces trop faibles). Les pics des spectres obtenus sont référencés par rapport aux niveaux de coeur dans la nomenclature habituelle (1s, 2s, 2p, 3s, 3p, 3d, 4s, 4p, 4d, 4f. . .). Pour dissocier les raies Auger des raies des photoélectrons, il suffit d'enregistrer un second spectre avec une énergie d'excitation X différente. L'énergie cinétique des électrons Auger ne sera pas modifiée tandis que celles des photoélectrons le sera [48].

La mesure quantitative élémentaire se fait par intégration du pic mesuré. L'air dépend directement de la concentration atomique de l'élément chimique et de sa section efficace de photoionisation [49]. Au préalable il est nécessaire de soustraire au spectre un fond non linéaire issu des chocs inélastiques des électrons lors du trajet vers la surface (modèle de Shirley [196]). Pour l'intégration des pics, une approximation des raies est réalisée par la convolution d'une fonction Gaussienne et Lorentzienne [196]. Dans notre cas d'étude cette approximation est notamment requise pour dissocier les pics d'Al2p provenant des contributions de l'oxyde et du substrat d'Al6061 (figure 2.19). Les espèces chimiques présentes sont identifiées avec une sensibilité similaire, voire meilleure qu'en spectroscopie Auger : jusqu'à 0,1 monocouche avec des appareils de laboratoire et 0,01 monocouche avec une source synchrotron [48].

Il existe ensuite deux méthodologies de calcul des épaisseurs d'oxyde, l'une dite classique équivalente à celle vue en spectroscopie Auger et l'autre proposée par Shard

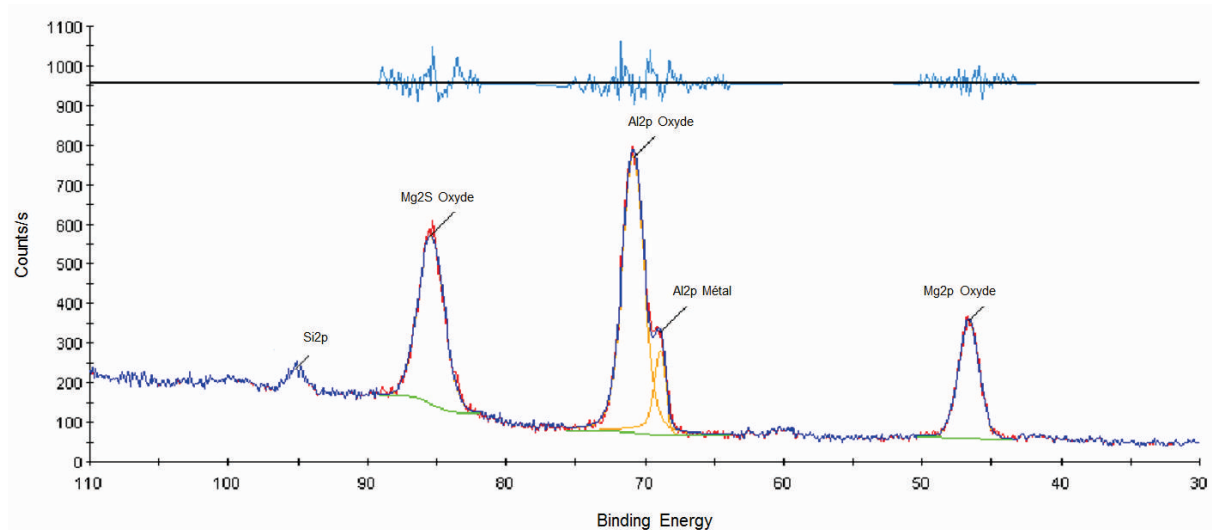


FIGURE 2.17 – Spectre XPS obtenu à partir de la poudre d’Al6061 étuvée 23h à 80°C

[197]. La première consiste à décrire l’intensité du signal provenant de l’oxyde (par exemple $I(Al2p_{Oxyde})$) de la façon suivante [49] [198] :

$$I(Al2p_{Oxyde}) = I_{Al2p_{Oxyde}}^{\infty} \left(1 - \exp\left(\frac{-d}{\lambda \cos(\theta)}\right) \right) \quad (2.29)$$

avec $I^{\infty} = KN\sigma\lambda$:

- N, le nombre d’atomes photoionisés par unité de volume dans la couche analysée
- σ , la section efficace de photoionisation.
- K, l’ensemble des facteurs dépendant de l’appareillage
- λ , le libre parcours moyen des photoélectrons
- d, l’épaisseur de la couche
- θ , l’angle d’émission des photoélectrons par rapport à la normale à la surface d’analyse

Le processus d’interprétation est équivalent à celui d’Auger et mène aux mêmes expressions, seule la correction de rétrodiffusion d’Auger n’a pas lieu d’être. Cependant Powell et al. [198] ont démontré que cette méthodologie n’est pas adaptée à des substrats multiples de formes sphériques tels que les poudres. En effet, une étude comparative entre mesures expérimentales et résultats obtenus à partir de simulations SESSA (NIST database for the Simulation of Electron Spectra for Surface Analysis) a mis en avant des écarts de 40% à 80% entre les deux méthodes. Ces essais ont été réalisés sur un modèle mono-couche de particules nanométriques de cuivre. Les résultats sont toujours surestimés et ceci de façon exacerbée lorsque l’épaisseur de couche augmente.

Ainsi Shard [197] a développé une méthodologie adaptée à l’analyse de couches monolithiques ou doubles pour des particules sphériques. Les écarts obtenus dans l’étude de Powell sont réduit à 4 % par rapport aux données de simulation.

Dans cette étude les raies détectées sont celles de l'aluminium (Al2p), du magnésium (Mg1s, Mg2s, Mg2p), de l'oxygène (01s) et du silicium (Si2p, à très faible intensité) dont les contributions proviennent des oxydes à l'exception de la raie d'aluminium (figure 2.19). D'après Wintergerst [131] et Jalar et al. [199] les oxydes des alliages d'aluminium 6XXX formés au contact de l'air ambiant sont :

- Pour l'aluminium, l'oxyde $\alpha-Al_2O_3$ amorphe de type corindon. La nature amorphe de cette couche se maintient jusqu'à des températures de 425°C. Cependant cet oxyde peut être plus ou moins hydraté sous la forme $Al_2O_3 \cdot xH_2O$.



- Pour la magnésium, l'oxyde MgO dont la réaction de formation est la suivante :



Cet oxyde est celui dont le potentiel standard d'oxydoréduction par rapport à l'électrode normale (à hydrogène à 25°C) est le plus élevé (-2,38 V/ENH). Cet élément devrait donc thermodynamiquement s'oxyder préalablement à l'aluminium. Il peut également se former un oxyde complexe du type $MgAl_2O_4$.

- Enfin pour le silicium, l'oxyde SiO_2

Le modèle de shard étant limité au maximum à deux espèces d'oxydes différentes, l'une d'entre elles n'est pas prise en compte dans cette étude, en l'occurrence la silice. L'intensité du pic de Si2p est négligeable par rapport aux autres éléments (figure 2.19), elle est donc la moins impactante sur l'approximation de calcul des épaisseurs d'oxyde. D'autre part, l'hypothèse retenue pour le calcul des couches est une approche bi-modale, constituée d'oxydes $\alpha-Al_2O_3$ et de Mg0. Tout comme pour l'étude Auger, l'ordre de recouvrement sera déterminé à partir de la variabilité des épaisseurs de couches obtenues en fonction des strates d'émission électronique du Mg (Mg1s, Mg2s, Mg2p).

La méthodologie de calcul du système bi-couche est développée en détail par Cant et al. [182]. Elle consiste en premier lieu à calculer les longueurs d'atténuation $L_{i,j}$ (notées aussi EAL) des photoélectrons du signal de j à travers le matériau i. Elles sont fonction du libre parcours moyen des électrons, de leur énergie cinétique, de l'angle du faisceau d'électrons ainsi que de la distance parcourue entre deux plans atomiques d [200]. Pour une superposition de type 0-1-2 (figure 2.18), les EAL calculées sont $L_{2,2}$, $L_{1,2}$, $L_{0,2}$, $L_{2,1}$, $L_{1,1}$, $L_{2,0}$ et $L_{1,0}$. Dans le cadre de cette étude elles sont obtenues à partir de la base de données en libre accès du NIST, "Electron Effective-Attenuation-Length Database Version 1.3" [201].

Les ratios de longueurs d'atténuation $B_{2,1}$, $B_{2,0}$, $B_{1,0}$, $C_{2,1}$ et $C_{2,0}$ sont ensuite calculés :

$$B_{i,j} = \frac{L_{i,i}}{L_{i,j}} \quad (2.32)$$

$$C_{i,j} = \frac{L_{i,i}}{L_{j,i}} \quad (2.33)$$

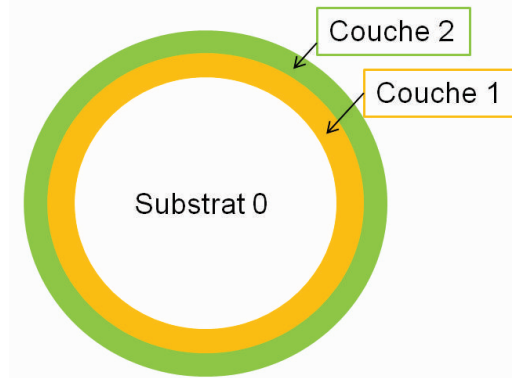


FIGURE 2.18 – Schéma de superposition des couches 1-2 pour l'application du modèle de Shard.

Le ratio $B_{i,j}$ exprime la longueur de pénétration relative des photoélectrons de i par rapport à j dans i . Le ratio $C'_{i,j}$ représente la relative opacité des matériaux i et j par rapport à l'émission des électrons de i .

Enfin les ratios d'intensité $A_{i,j}$ ($A_{2,0}$, $A_{2,1}$, $A_{1,0}$) sont estimés :

$$A_{i,j} = \frac{I_i I_j^\infty}{I_j I_i^\infty} \quad (2.34)$$

avec I_i qui exprime l'intensité du signal XPS mesuré de l'élément i et I_i^∞ l'intensité mesuré de l'élément pur. Dans notre cas de figure, des analyses complémentaires sont faites sur des plaques d' Al_2O_3 , de MgO et d'aluminium.

Suite à ces calculs préparatoires les équations de Shard sont appliquées pour calculer T_1 à partir d'une valeur estimative de T_2 . Cette dernière valeur est ensuite calculée à partir de T_1 puis par incrémentation, les valeurs finales des épaisseurs d'oxydes sont obtenues. Pour les estimations un rayon moyen R de particules de 20 μm est retenu. Le protocole de calcul est le suivant :

$$n = \frac{1}{20} [(2B_{2,1} - B_{2,0})(4,5 + C_{2,1}) + 2(B_{2,0} - 1)C_{2,1} + 4,6]. \quad (2.35)$$

$$A_{1,0}^* = A_{1,0} [1 + n(\ln(T_2 + 1))] \exp[(B_{2,1} - B_{2,0})T_2] \quad (2.36)$$

$$B = \frac{B_{2,0}}{B_{2,1}} \quad (2.37)$$

$$C = \frac{C_{2,0}}{C_{2,1}} \quad (2.38)$$

$$T_R = \frac{0,74(A_{1,0}^*)^{3,6} \ln(A) B^{-0,9} + 4,2AB^{-0,41}}{A^{3,6} + 8,9} \quad (2.39)$$

$$T_0 = R[(ABC + 1)^{\frac{1}{3}} - 1] \quad (2.40)$$

$$\alpha = \frac{1,8/}{A^{0,1} B^{0,5} C^{0,4}} \quad (2.41)$$



FIGURE 2.19 – Instrument de mesure Thermo VG Thetatrop du département MPI (Mécanique Physique et Interfaces) utilisé pour les caractérisations par spectroscopie Auger et spectroscopie XPS

$$\beta = \frac{0,13\alpha^{2,5}}{R^{1,5}} \quad (2.42)$$

$$T_{R \rightarrow 1} = \frac{T_R R}{R + \alpha} \quad (2.43)$$

$$T_1 = \frac{T_R + \beta T_0}{1 + \beta} \quad (2.44)$$

T_2 est ensuite calculé :

$$A_{eff} = \frac{A_{2,1} A_{2,0}}{A_{2,1} + A_{2,0}} \quad (2.45)$$

$$w = \frac{A_{1,0}}{A_{1,0} + 0,8 + 0,5B_{1,0}^4} \quad (2.46)$$

$$B_{eff} = wB_{2,1} + (1 - w)B_{2,0} \quad (2.47)$$

$$C_{eff} = wC_{2,1} + (1 - w)C_{2,0} \quad (2.48)$$

L'estimation de T_2 est finalement obtenue de la même façon que T_1 à partir de l'équation 2.39 en remplaçant A, B, C par A_{eff} , B_{eff} , C_{eff} .

2.1.3.3 Moyen de caractérisation

Pour les analyses par XPS et spectroscopie Auger, un instrument Thermo VG Thetaprobe est utilisé. Il est équipé pour l'analyse XPS d'une source monochromatique focalisée $K\alpha$ ($h\nu = 14866.7$ eV, diamètre de spot = $400\mu\text{m}$). Les photoélectrons sont analysés via un analyseur hémisphérique concentrique opérant en mode constant " δE ". Un premier spectre de détection est acquis dans une plage d'énergie cinétique variant de 0 à 1200 eV avec un pas d'acquisition de 1 eV. Pour les analyses d'épaisseur, des scans centrés sur les pics Si2p, Pg2s, Al2p et Mg2p sont réalisés avec un pas de 0.1 eV et une

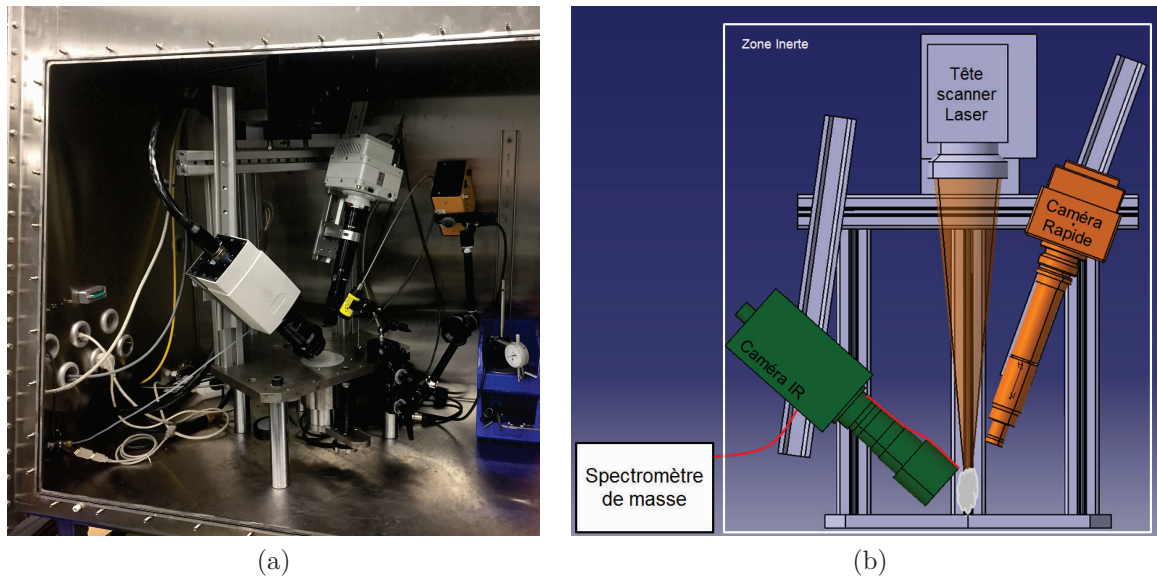


FIGURE 2.20 – Banc 3D instrumenté utilisé pour la mesure de la composition chimique de la fumée dégagée lors de l'interaction laser/matière

énergie de passage de 50 eV. Le logiciel AVANTAGE de ThermoFischer est utilisé pour le traitement des spectres avec une convolution de fonction Gaussienne et Lorentzienne d'environ 30/70 %. Le niveau de vide dans la chambre est maintenu à $1,3 \cdot 10^{-7}$ mbar. Pour éviter les effets de charges, les poudres sont déposées sur un autocollant en Indium. Les analyses AES sont réalisées via un canon d'électrons VG LEG 200 disposant d'un filament en tungstène. La tension d'accélération des électrons est de 10 KeV et le courant de 100 μ A.

2.1.4 Analyse thermogravimétrique couplée à une analyse calorimétrique différentielle à balayage

Afin de suivre la quantité d'humidité rémanente emmagasinée par les poudres, l'analyse thermogravimétrique (ATG) est retenue. Cette technique permet de caractériser l'évolution en masse d'un échantillon soumis à une variation de température imposée. Dans notre cas de figure ces mesures sont couplées à une analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) de façon à suivre les transitions de phases lors de la montée et de la descente en température.

L'instrument utilisé est un ATG/DSC 1 de chez Mettler Toledo. Le capteur DSC est équipé de 6 thermocouples montés sur une plaque de protection en céramique. Leur sensibilité est de 0.5 mW et la résolution de la température de 0.005 K.

Des écarts de température de $\pm 0,25$ K sont mesurés par le capteur de température de l'échantillon, directement placé sur le plateau qui supporte le creuset. L'ajustage est effectué à partir du point de fusion de métaux purs et non du point de Curie. La résolution de la pesée est de 1 μ g et la précision de 0.005 %.

La disposition horizontale du four permet de minimiser les perturbations dues à la

montée en température (gradient) et au gaz de balayage. Le gaz neutre utilisé dans le cadre de ces mesures est l'argon. La vitesse de montée en température des mesures est de 5 °C/min pour des températures maximales d'exposition de 1200 °C. Les poudres sont disposées dans un creuset en céramique.

2.1.5 Caractérisation des éléments dégazés ou sublimés lors de l'interaction laser/matière

Afin de valider les hypothèses formulées dans la littérature et dans cette étude, la composition chimique des gaz désorbés lors de l'interaction laser/matière est analysée. L'objectif est de valider la prédominance du dihydrogène parmi les éléments sublimés et la variation de sa quantité en fonction des pré-traitements appliqués aux poudres. Pour ce faire, un banc instrumenté représentatif d'une machine d'impression 3D est mis en place. Parmi les moyens de mesure utilisés *in situ* un spectromètre de masse Thermostar GSD 300 de la société Pfeiffer équipé d'une pompe turbo est placé à proximité de la zone d'interaction entre le faisceau laser et le lit de poudre (figure 2.20).

La spectrométrie de masse est une technique d'analyse physique permettant l'ionisation des molécules d'un échantillon en phase gazeuse puis la séparation et la détection des ions ainsi produits, en fonction de leur rapport masse sur charge noté m/z (m étant la masse et z la charge). Le signal électrique fourni est proportionnel au nombre d'ions détectés. Le fichier de sortie du spectromètre après analyse indique une variation d'intensité sans échelle fonction du numéro atomique des éléments ou molécules détectés. Il convient ensuite de calculer les masses atomiques des molécules visées ou potentiellement présentes dans le milieu caractérisé.

La plage de masse atomique détectable varie de 1 à 200 amu et la quantité détectable est de quelques ppm par espèce. Le débit d'aspiration des fumées est de 1 à 2 cm³/min. Pour éviter la condensation des gaz entre leur captation à proximité du bain de fusion et l'analyseur, la gaine d'aspiration est chauffée à 200 °C. En revanche l'extension du tuyau placée dans l'enceinte régulée ne l'est pas.

2.1.6 Conditionnement des poudres

En vue d'évaluer l'impact des conditions d'exposition, sur la couche d'oxyde native des poudres d'aluminium, une enceinte climatique CTS est utilisée. Trois conditions d'exposition sont retenues :

- 23 °C - 70 %HR(Humidité Relative)
- 40 °C - 70 %HR
- 80 °C - 70 %HR

Ces conditions ont pour objectif de soumettre les poudres à un environnement le plus défavorable possible mais représentatif de conditions d'exposition particulières rencontrées durant leur cycle d'utilisation (étuvage, stockage). Le taux d'humidité relative maximal auquel peuvent être soumises les poudres lors de leur utilisation ou stockage est estimé à 70 %HR. Cette valeur maximale est basée sur le diagramme de l'air humide ou psychrométrique et les recommandations de l'ASHRAE (American Society of Heating, Refrigerating and Air-Conditioning Engineers)[202] [203]. A une température de 20 °C et un taux d'humidité de 12 g_{H_2O}/Kg_{air} , le taux d'humidité

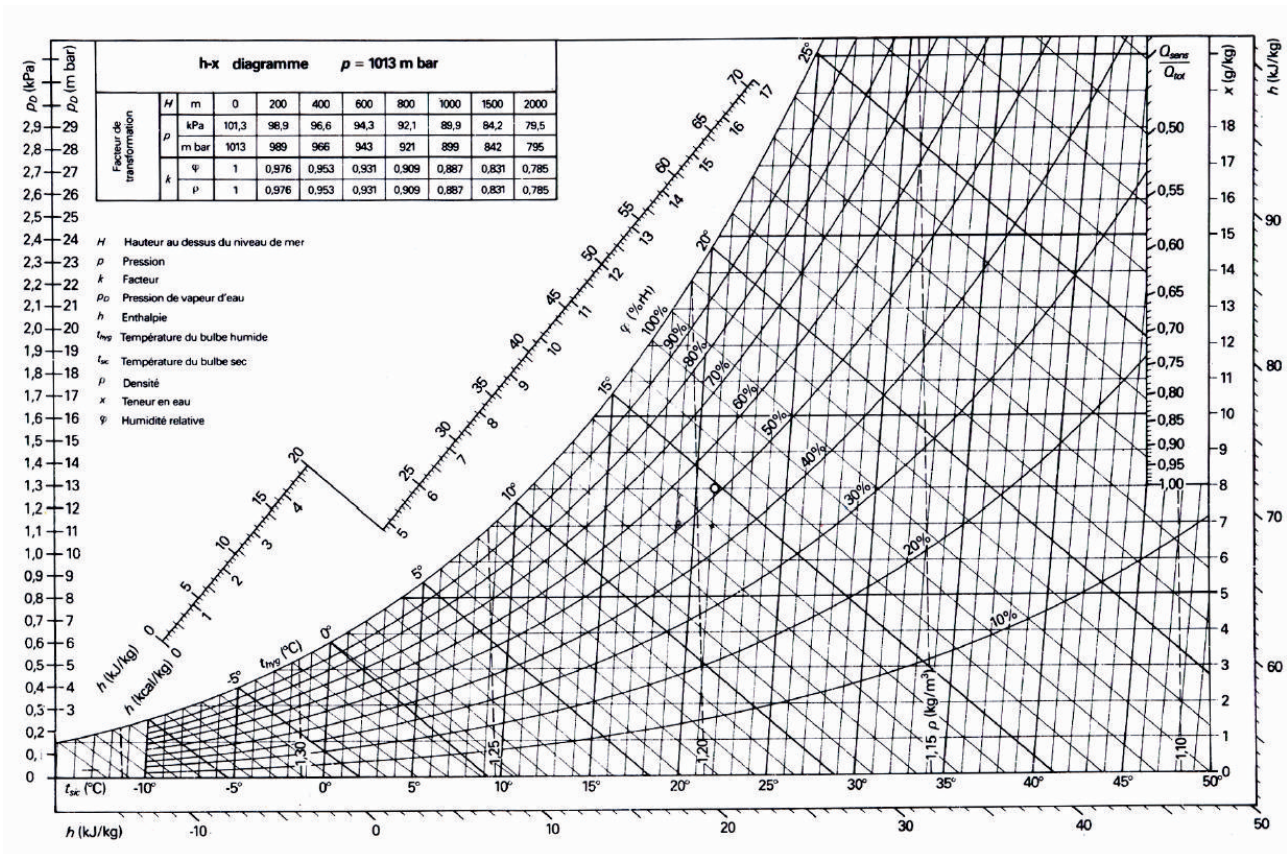


FIGURE 2.21 – Diagramme psychrométrique à une pression atmosphérique de 1013 hPa [50]



FIGURE 2.22 – Machine d'impression 3D SLM ProX200 de la société 3D-Systems

relative est d'environ 70 %HR (Pression atmosphérique : 1013 hPa). Or d'après l'ASHREA le taux d'humidité absolue dans un bâtiment industriel à cette température ne doit pas dépasser cette valeur. Il est donc fort probable que dans la machine d'impression ou dans les zones de tamisage cette valeur ne soit pas dépassée. Cette condition est la plus défavorable en termes de taux d'humidité relative puisque lorsque la température atteint 40 °C, le taux d'humidité relative chute à environ 25 % pour le même taux d'humidité absolue (figure 2.21).

Trois températures choisies entre l'ambiante et la température d'étuvage sont testées. Pour chaque condition trois durées sont appliquées, 24 h - 48 h - 72 h. Les poudres sont stockées dans un récipient en aluminium et étalées sur une épaisseur d'environ 10 mm.

Enfin dans de nombreuses usines ou centres de recherches, les poudres sont pré-traitées dans une étuve standard sans protection gazeuse avant d'être chargées dans les machines. De manière à évaluer l'impact de ce processus sur le comportement rhéologique des poudres et leurs caractéristiques physiques, une étuve de laboratoire à convection naturelle BINDER E Classic est également utilisée. Les températures utilisées sont comprises entre 80 et 100 °C pour des durées qui varient entre 6h et 72h.

2.2 Caractérisation des composants édifiés

2.2.1 Edification SLM

Les travaux de mise en oeuvre sont réalisés sur une machine ProX200 de la société 3D-Systems (figure 2.22). Elle est équipée d'une source laser fibrée Ytterbium de 400 W ($\lambda=1070$ nm). La focalisation du faisceau est assurée par une lentille à champ plat F-Thêta de focale 420 mm. Le système optique dans sa globalité est constitué d'un collimateur et d'une tête galvanométrique. Les caractéristiques du faisceau sont données dans le tableau 2.7. La puissance réelle en sortie de lentille est de 378 W pour un diamètre

Diamètre du spot à 15% de la puissance	96µm
Diamètre du spot à 50% de la puissance	156µm
Diamètre du spot à 100% de la puissance	240µm
Puissance sortie lentille à 15%	54W
Puissance sortie lentille à 50%	191W
Puissance sortie lentille à 100%	378W
Distance de rayleigh à 15% de la puissance	3.198mm
Distance de rayleigh à 50% de la puissance	5.881mm
Distance de rayleigh à 100% de la puissance	12.362mm

Tableau 2.7 – Caractéristiques fournies par 3D-Systems du faisceau laser utilisé dans le cadre de cette étude

de spot au point focal de 240 µm. La longueur de Rayleigh est la distance au bout de laquelle la taille du faisceau a augmenté d'un facteur $\sqrt{2}$ par rapport au point focal. Le volume de fabrication est de 140x140x100 mm. Avant d'être mise en couche, la poudre est chargée dans une chambre d'alimentation à proximité du plateau de lasage. La poudre est déposée via une raclette sur le plateau puis compactée par un rouleau rigide de 60 mm revêtu en carbure de tungstène enrichi en chrome-cobalt. Chaque cycle de mise en couche suit le processus suivant :

- Montée du piston d'alimentation de 90 µm
- Descente du plateau de frittage de 70 µm
- Dépôt de la poudre sur la zone de lasage par raclette puis par rouleau à une vitesse d'avance de 100 mm/s et un glissement de -5 tours
- Montée du piston de frittage à l'épaisseur de couche souhaitée, ici 30 µm
- Compactage de la poudre par le rouleau à une vitesse d'avance de 85 mm/s et un glissement de + 10 tours

L'enceinte de fabrication est inertée à l'argon pour un taux régulé d'oxygène < 500 ppm. La température dans l'enceinte est d'environ 40 °C, le taux d'humidité n'est ni contrôlé ni mesuré.

2.2.2 Recherche paramétrique

Comme défini dans le diagramme d'Ischikawa du projet AMANDE [12], le nombre de paramètres machine qui influent sur l'édification matière est élevé, dans le cas des machines ProX200 il est d'environ 40. Ces paramètres agissent sur la compensation de la tête galvanométrique, la méthode de remplissage, la direction de lasage entre couches, ou encore la mise en couche. Pour cette étude seuls les paramètres d'ordre 1 les plus étudiés dans la littérature (cf. chapitre 1.3) sont considérés. Ces grandeurs sont la puissance laser, la vitesse de balayage et l'écart vecteur, l'épaisseur de couche est fixée à 30µm. Les autres variables utilisées sont celles de l'AlSi7Mg0.6 mises au point par 3D-Systems.

Même si le nombre de données est nettement réduit, la recherche de paramètres reste délicate puisque les plages de variations sont importantes. La puissance laser

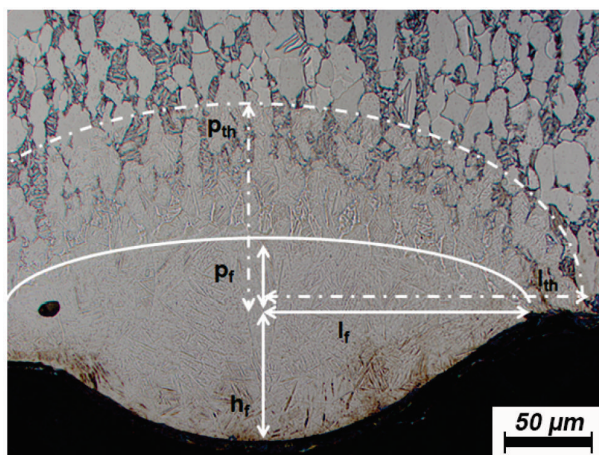


FIGURE 2.23 – Variable morphologique d'une section de cordon

de 50 W à 400 W , la vitesse de balayage peut varier de 100 mm/s à 4000 m/s et l'écart vecteur est variable en fonction de la géométrie et de la taille du cordon unitaire formé. Comme l'a décrit Matthieu Régnière [75] un cordon de matière est caractérisé par des variables morphologiques qui sont, p_f la profondeur du bain de fusion, h_f sa hauteur et l_f sa largeur ; p_{th} la profondeur de la zone thermiquement affectée et l_{th} sa largeur (figure 2.23). L'écart vecteur est généralement défini à partir de la largeur du cordon l_f ; en effet le taux de recouvrement recommandé entre deux cordons est de 30 % et le rapport optimal entre h_f et p_f est de 1/3. Ces contraintes permettent d'assurer l'accroche nécessaire entre les couches pour éviter la formation de porosités irrégulières et de limiter l'effet de "bourrelet" entre les cordons.

Initialement, la stratégie de recherche de paramètres a donc été de définir la puissance et la vitesse nécessaires pour obtenir la bonne morphologie de cordon puis l'écart vecteur adéquat. Cette stratégie est basée sur une approche 1D (cordon unitaire) puis 2D (superposition latérale des cordons) et enfin 3D (superposition des couches à l'épaisseur de couche visée). L'objectif est de déterminer le couple puissance et vitesse optimales à partir d'une seule couche de poudre puis l'écart vecteur. La superposition des couches et ainsi la fabrication 3D n'interviendrait qu'après.

Cette méthode s'est malheureusement avérée non viable pour deux raisons. La première est le défaut de parallélisme du plateau de fabrication par rapport au rouleau de mise en couche. Des mesures par capteur à effet Hall [204], ont permis de mesurer un défaut de parallélisme de 30 μm entre le plateau et la génératrice du rouleau (figure 2.24). Ainsi lors de la première mise en couche l'épaisseur de couche varie de 100 % entre les points les plus haut et les plus bas du plateau. La recherche de paramètres sur cette première couche n'est donc pas réalisable puisque l'épaisseur n'est pas la même sur tout le plateau et non mesurable a posteriori. Les premiers résultats obtenus montrent d'ailleurs des écarts de h_f en accord avec ce défaut. Cette discordance est en revanche compensée lors de la fabrication 3D. Les zones riches et pauvres en poudre se compensent après une dizaine de superpositions.

La seconde raison est la non représentativité des premières couches par rapport au

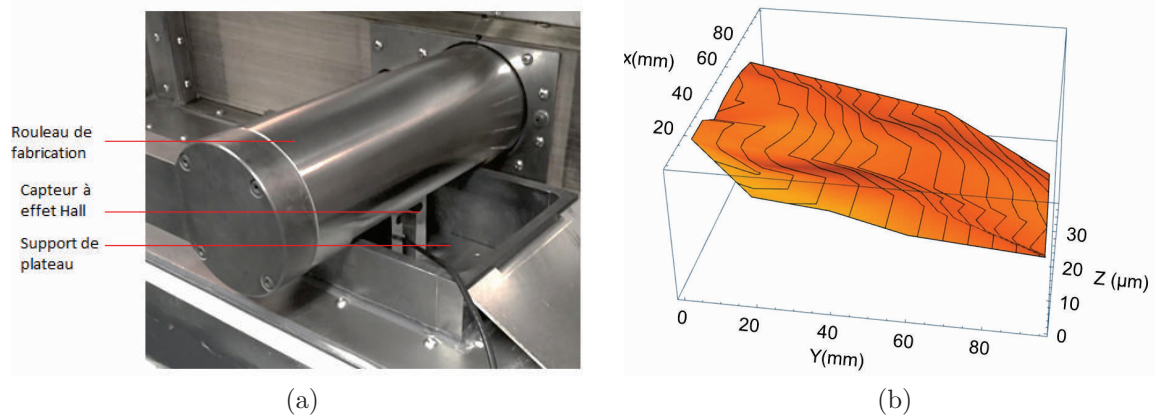


FIGURE 2.24 – Mesure de parallélisme entre le plateau de fabrication et le rouleau de mise en couche ; a) Montage de la mesure, b) Résultats obtenus

volume édifié en terme de conditions de solidification. En effet, le plateau support est constitué d'aluminium de la série 5XXX et non en Al6061. D'autre part le plateau agit comme un pont thermique qui se réduit lors de la constitution des volumes 3D.

La méthode retenue est finalement une approche de fabrication 3D qui consiste à travailler directement par superposition de couches. L'objectif de cette méthode est d'identifier l'interaction triple optimale entre la puissance, la vitesse de lasage et l'écart vecteur pour atteindre le niveau de porosité visé sans passer par des étapes préalables. La difficulté première est d'aboutir à un volume "constructible", c'est à dire qui n'engendre pas l'arrêt de la machine. En effet, lorsque la pramétrie utilisée n'est pas adaptée au matériau, l'état de surface obtenu est fortement dégradé. Cette rugosité engendre un frottement excessif du rouleau de mise en couche qui peut stopper son déplacement. Dans ce cas, la fabrication est arrêtée et un nouveau cycle de fabrication doit être lancé (changement de plateau, desinertage de la chambre, etc). La seconde difficulté est d'appréhender l'effet et la prépondérance de chaque paramètre sur la densité matière ou la microstructure de l'alliage.

2.2.2.1 Plan d'expérience factoriel complet

Pour ce faire, la recherche de paramètres et la compréhension des interactions entre les paramètres est basée sur le calcul des densités d'énergie et par définition de plan complet résolu par régression multilinéaire. L'utilisation de plan d'expérience permet de sortir de la méthode traditionnelle, appelée essais-erreurs, très itérative et incomplète [205]. Pour le choix du plan d'expérience, le plan factoriel complet est retenu car exhaustif contrairement aux plans fractionnaires orthogonaux (ex :Taguchi) [206] [207]. La méconnaissance du domaine de validité des paramètres sur la densité et la microstructure de l'Al6061 est la raison principale du choix de cette méthodologie. D'autres approches algorithmiques par "glissement" ou "zoom" existent également mais ne sont pas étudiées ici.

La plan factoriel complet combine de manière exhaustive toutes les combinaisons

possibles de variables avec un nombre de paramètres, dits facteurs, finis. Pour un nombre n de niveaux par facteurs, il permet d'envisager l'ensemble des combinaisons possibles des modalités prises par chaque facteur. Lorsque le plan d'essai est asymétrique, c'est à dire lorsque le nombre de niveaux par facteur est différent, le nombre d'essais à réaliser est égal au produit des variables $S_i^{k_i}$ avec k_i le nombre de facteurs contenant S_i niveaux. Pour une matrice d'expérience symétrique, c'est à dire lorsque le nombre de niveaux par facteur est équivalent, le nombre d'essais à réaliser est égal à S^k avec k le nombre de facteurs et S le nombre de modalités.

2.2.2.2 Méthodologie des surfaces de réponses

Pour l'analyse des résultats et la compréhension des effets de variation, la méthodologie des surfaces de réponse est utilisée [207] [206]. Cette technique vise à déterminer d'une façon quantitative les variations de la fonction réponse vis-à-vis des facteurs étudiés. Lorsque le nombre de facteur est élevé (>5) cette méthodologie ne peut être utilisée directement. Il conviendrait de réaliser une étude de screening afin de déterminer les facteurs les plus influents.

Pour analyser les résultats, l'approche des surfaces de réponses consiste à décrire l'expérience comme une régression linéaire multiple pour laquelle chaque essai i s'exprime ainsi :

$$Y_i = X_{i1} * \beta_1 + X_{i2} * \beta_2 + \dots + X_{in} * \beta_n + \varepsilon_i \quad (2.49)$$

avec Y_i qui correspond à la réponse; $X_{i1}, X_{i2}, \dots, X_{in}$ les valeurs des n facteurs X utilisées lors de l'essai i ; $\beta_1, \beta_2, \dots, \beta_n$ les n coefficients inconnus et ε_i l'erreur de mesure. Ces expressions sont ensuite simplifiées par écriture matricielle, on définit chaque variable de la manière suivante :

- Y le vecteur des réponses
- X la matrice du plan, dont chaque ligne n correspond à un essai et chaque colonne p à un facteur
- β le vecteur de paramètres inconnus
- ε le vecteur des résidus qui exprime l'écart entre la valeur théorique donnée par le modèle et la valeur obtenue, $\varepsilon = Y_{exp} - Y_{theorique}$

Pour trouver les paramètres de l'estimateur β , on cherche à minimiser l'erreur de modélisation. Le critère des moindres carrés traduit cette exigence par un objectif équivalent :

$$\|\varepsilon\|^2 = \|Y - X\beta\|^2 \text{ minimal} \quad (2.50)$$

On en déduit l'expression de l'estimateur de β solution de $X^t.X.\beta = X^t.Y$. L'équation de départ est multipliée par X^t afin d'aboutir à la matrice $X^t.X$ carrée et inversible (déterminant non nul). Le vecteur de paramètres inconnus β est donc calculé ainsi :

$$\beta = (X^t.X)^{-1}.X^t.Y \quad (2.51)$$

A partir de cette équation, on peut calculer les valeurs théoriques, dites ajustées, pour chaque essai, et on en déduit les résidus.

2.2.2.3 Validité du modèle

Afin d'évaluer la représentativité du modèle par rapport à l'expérience le coefficient de détermination R^2 est calculé :

$$R^2 = \frac{\sum_{i=0}^n (Y_i^{ajustée} - Y_{Moy})^2}{\sum_{i=0}^n (Y_i^{exp} - Y_{Moy})^2} \quad (2.52)$$

Plus R^2 est élevé et plus le modèle a un pouvoir prédictif important, l'écart entre les valeurs ajustées et les valeurs expérimentales est proche. Le calcul de cet indicateur est viable uniquement lorsque le nombre d'essais est supérieur au nombre de facteurs. Si les deux sont équivalents, la valeur de R^2 est forcément égale à 1.

La distance de Cook [208] permet de mesurer l'impact de chaque essai sur l'équation de régression. Elle représente la différence entre les coefficients calculés et les valeurs ajustées obtenues si l'essai en question n'est pas pris en compte. Plus la valeur est élevée et plus l'essai est influent.

Enfin le tracé des résidus en fonction des valeurs ajustées permet de repérer les points aberrants.

2.2.2.4 Analyse du modèle

Afin d'identifier les facteurs les plus influents sur la réponse étudiée, le tracé de la valeur T est exprimé dans un diagramme de Pareto. Elle est calculée pour chaque facteur en divisant le coefficient du facteur par son écart type.

L'écart type est calculé à partir de la matrice de variance/covariance, notée P, donnée par la formule suivante :

$$P = \sum_{i=0}^n \left(\frac{R_n^2}{Ne - Nc} \right) * (X^t \cdot X)^{-1} \quad (2.53)$$

avec R_n les résidus des n essais, Ne le nombre d'essais et Nc le nombre de coefficients du modèle. La variance de chaque facteur est située sur la diagonale de la matrice P. L'écart type est égal à la racine de ces valeurs.

Pour finir, un test probabiliste de Student [209] est effectué afin de confirmer l'influence des facteurs. Pour chacune des variables, ce test est réalisé en y intégrant le nombre de degrés de liberté, égal à la différence entre le nombre d'essais et le nombre de coefficients du modèle. La valeur obtenue est comparée au seuil critique α . Si elle est inférieure au seuil de probabilité fixée alors la variable étudiée est influente.

2.2.2.5 Plan d'étude

Afin d'établir une paramétrie viable et d'identifier l'impact des facteurs d'entrée sur la microstructure de l'alliage, deux plans d'expérience factoriels complets sont effectués. L'approche initiale basée sur le concept de plan d'essais par zoom consiste dans un premier temps à balayer une large gamme de paramètres. Les résultats obtenus permettent ensuite de définir une ou plusieurs zones macroscopiquement viables qui sont ensuite explorées plus finement dans le cadre d'un second plan d'expérience. Comme cela est décrit dans le sous-chapitre 1.3.3.1, la densité d'énergie volumique est le facteur

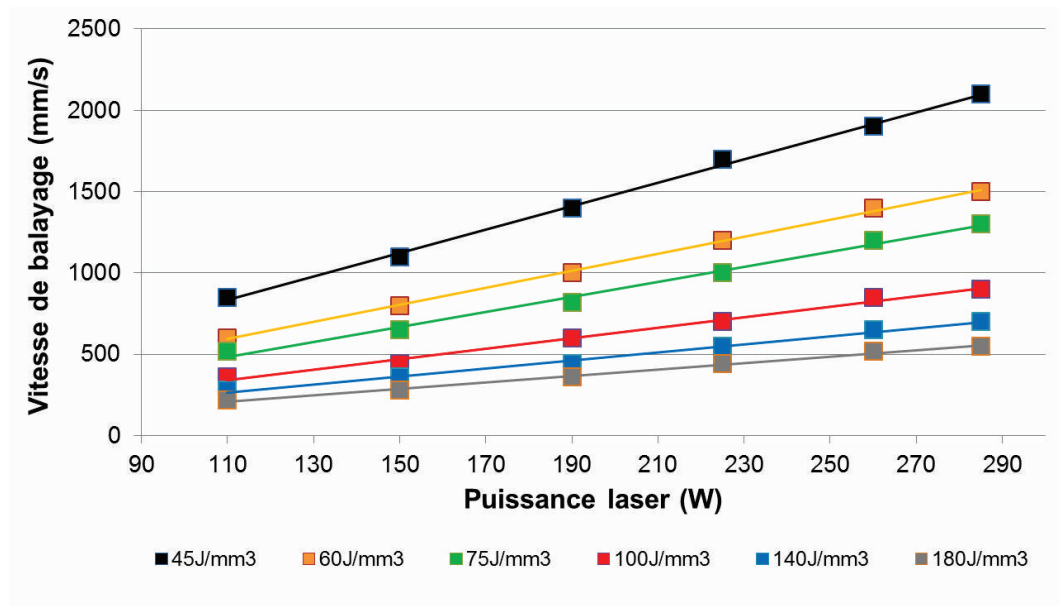


FIGURE 2.25 – Plan d’expérience factoriel complet initial effectué pour 3 écarts vecteurs ; 70 μm , 100 μm , 130 μm (Ep couche = 30 μm)

prépondérant sur la formation de porosités sphériques et irrégulières. Dans le cadre de cette étude, elle est calculée en fonction du ratio entre la puissance laser et le produit de la vitesse de balayage, du diamètre de spot et de l’épaisseur de couche (equation 1.4). La méthodologie retenue consiste à fixer différents niveaux de densité d’énergie pour lesquels une large plage de puissance est appliquée. Le diamètre de spot et l’épaisseur de couche étant fixe, cette technique permet de parcourir un domaine étendu de couple puissance/vitesse pour différentes densités d’énergie. Pour chaque domaine, 3 écarts vecteurs sont testés. Comme l’ont décrit Han et al. [18], l’écart vecteur semble peu influent sur la densité matière. Il n’est a priori pas nécessaire de réaliser un screening précis de ce facteur.

L’objectif de ce premier plan d’expérience est d’identifier un ou plusieurs domaines qui tendent vers un mode de transfert de chaleur stable hors des phénomènes de balling et de key hole.

A partir des données d’édification de l’AlSi7 et l’AlSi10 partagées par Bradl et al. [99], Bhutto et al. [210] et 3DSystems, le plan d’expérience initial consiste à faire varier la densité d’énergie de 45 J/mm^3 à 180 J/mm^3 suivant 6 niveaux de puissance. Les vitesses correspondantes sont calculées à partir de la relation 1.4. Ce modèle est répété 3 fois en fonction de 3 écarts vecteur : 70 μm , 100 μm et 130 μm . Ce plan d’expérience contient au total 108 essais, il est récapitulé figure 2.26. La puissance maximale utilisée lors de ces essais est de 300 W car le laser de 400 W disponible sur la machine ProX200 est en fait bridé.

En fonction des résultats obtenus, un second plan d’expérience complet plus resserré sera réalisé dans ce domaine d’étude.

2.2.3 Mesure de la densité matière

Afin d'évaluer la densité matière obtenue après édification, plusieurs méthodes de caractérisation existent mais une seule a été retenue.

La première, la plus couramment utilisée, est basée sur le principe de la poussée d'Archimède. Elle consiste à mesurer la masse d'un échantillon à l'air libre puis immergé dans un liquide. Suivant le principe d'Archimède, tout corps plongé dans un liquide en équilibre subit de la part de ce liquide une poussée verticale orientée de bas en haut égale au poids du liquide déplacé. La masse volumique du solide est calculée ainsi :

$$\rho_{solide} = \frac{M_{Air}}{M_{Air} - M_{Liquide}} * \rho_{liquide} \quad (2.54)$$

où M_{Air} et $M_{Liquide}$ correspondent respectivement à la masse du solide dans l'air et immergée; $\rho_{liquide}$ qui est égale à la masse volumique du liquide à la température T donnée.

Généralement l'éthanol pur est utilisé car sa masse volumique est moins sensible à la température ambiante que l'eau. La limite de cette méthodologie est la tension superficielle du liquide et la sensibilité au corps poreux. L'état de surface rugueux obtenu en FA SLM ($Ra \simeq 15\mu m$) et la présence de porosités ouvertes perturbent la mesure du volume du solide. Comme l'indique le guide rédigé par Mettler Toledo [211], l'air emprisonné dans les porosités ouvertes n'est pas totalement chassé par le liquide, de ce fait il y a une source d'erreur. Des mesures réalisées, dans le cadre de cette étude, à 5 reprises sur une même pièce ont mis en évidence une variation du niveau de porosités de 200 %. Seule la température du liquide est mesurée, sa densité volumique n'est en revanche pas calibrée.

Une seconde méthode consiste à caractériser les échantillons par analyse tomographique aux rayons X. Cette technique basée sur le principe d'absorption des rayons X transmis, explicitée par la loi de Ber-Lambert, permet de reconstruire une représentation en niveau de gris du solide analysé en 3D [212]. L'intensité des niveaux de gris varie proportionnellement au coefficient d'atténuation local du faisceau incident [213]. Le temps d'acquisition est fonction de la résolution spatiale retenue, nommée voxel (extension du pixel en 3D). La taille du capteur étant fixe (ex : 2034*2034 pixels), la résolution d'un voxel est liée à la dimension de l'échantillon analysé [214]. Pour une dimension de 20 mm, la résolution dans le plan d'analyse est d'environ 10 μm . Le nombre de projections est inversement proportionnel au pas angulaire entre deux prises d'images et agit également sur la résolution spatiale. En règle générale le nombre de projections doit être au moins égal à $\Pi/2$ fois la taille du détecteur. Ainsi, plus la résolution visée est petite et plus le temps d'analyse sera important. Ce facteur est limitant pour l'utilisation de ce procédé pour des campagnes d'analyses conséquentes. On peut ainsi prendre en exemple des mesures réalisées dans le cadre de ces travaux sur un cylindre de 10 mm de diamètre et 20 mm de longueur. Pour une discrétisation du capteur de 2034*2034 pixels et 3392 projections, soit 9.4 projections/degré, le temps d'acquisition est de 169 min sans prendre en compte la durée de reconstruction 3D. Cette méthodologie n'est donc pas applicable pour ce type d'étude car trop consommatrice en temps. Elle a cependant permis de vérifier qualitativement l'homogénéité de la répartition des porosités à travers plusieurs échantillons.

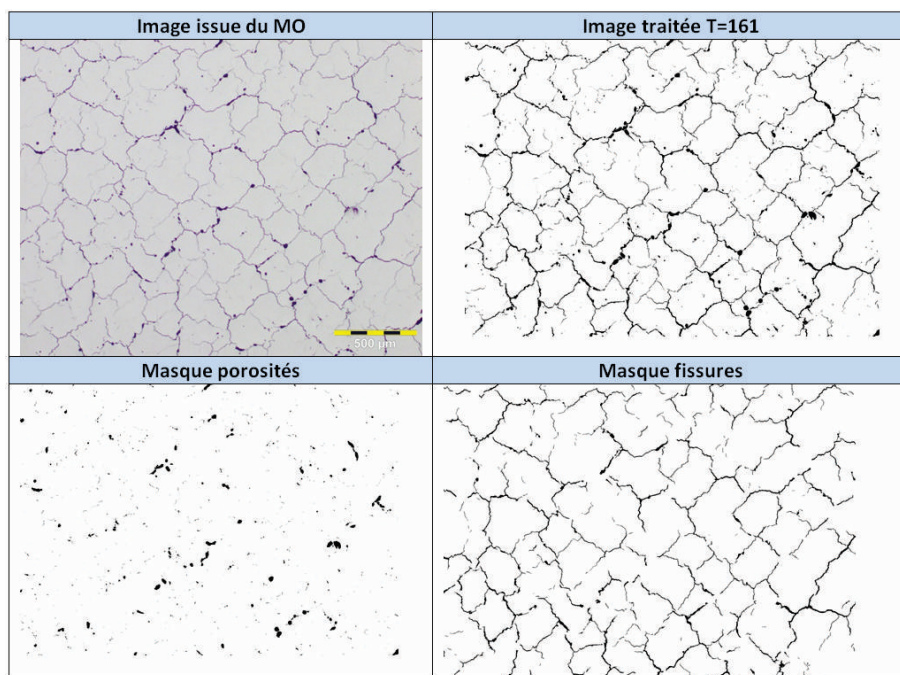


FIGURE 2.26 – Estimation du taux de porosité à partir de l’analyse d’images par ImageJ ; Critère de circularité appliqué : 0.3

La radiographie, qui est basée sur la même technique que la tomographie mais qui se contente d’une projection 2D, a aussi été envisagée. L’ensemble des défauts de densité sont ainsi projetés sur une même image. Il est par conséquent délicat de comparer quantitativement les différents échantillons réalisés, a fortiori lorsque les écarts de densité sont faibles $<2\%$.

Finalement l’analyse d’image par coupe métallographique est retenue. Cette technique est destructive car elle nécessite de découper les échantillons puis de les polir et enfin les analyser au microscope optique. En revanche elle permet de mesurer la densité réelle de l’échantillon à travers un seul plan de coupe. La représentativité d’une coupe par rapport au volume global de l’échantillon a été validée par les analyses préalables au tomographe aux rayons X. Le protocole complet est le suivant :

- Découpe de l’échantillon en deux parties égales dans le plan orthogonal à la direction d’édification. L’objectif est d’analyser la porosités sur l’ensemble des couches construites.
- Enrobage et polissage de l’une des deux moitiés suivant le protocole défini dans l’annexe 7.5. Le polissage est réalisé sur un porte échantillons de 10 emplacements. Le temps de polissage est de 1h30 pour un plateau complet.
- Réalisation d’images au microscope optique sur 5 zones de l’échantillon (au centre et aux extrémités des axes verticaux et horizontaux passant par le centre de l’échantillon) à un grossissement de X5 ; taille de la zone d’analyse : 4.4 mm * 1.9 mm.

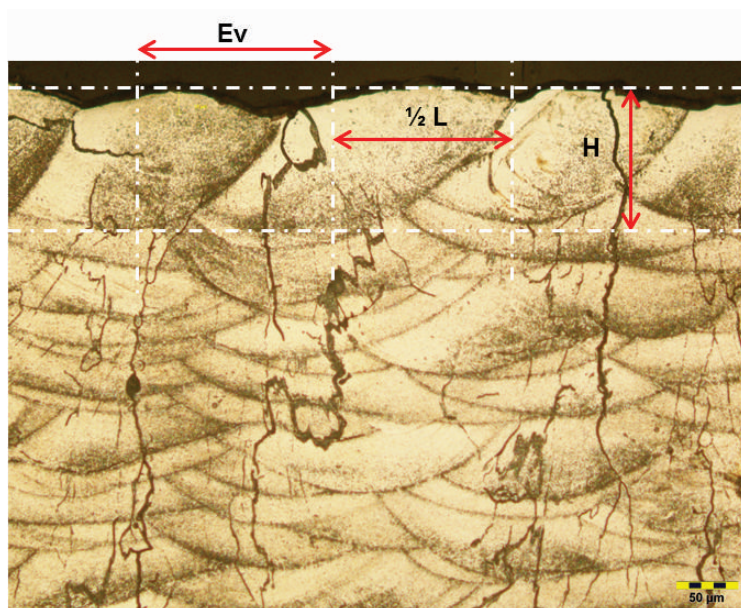


FIGURE 2.27 – Dimensions caractéristiques d'un cordon de lasage mesurées au microscope optique après une attaque au réactif de Keller

- Traitement des images avec le logiciel ImageJ. La première étape consiste à seuiller l'image au format binaire, c'est à dire en noir et blanc. Pour cela un seuil de 161 est appliqué à l'ensemble des images.
- A partir de cette image binaire, la répartition surfacique des porosités, qui apparaissent en noir, est calculée grâce à l'analyseur de pixels du logiciel ImageJ. Le niveau de porosités est calculé ainsi. L'ensemble de ce protocole est automatisé via un script matlab.

Cette méthodologie permet également de dissocier grâce à un facteur de circularité, les porosités des fissures. L'intérêt est de déterminer de façon distincte l'impact des paramètres sur ces deux types de défauts. Avant d'appliquer l'analyse différentielle, il est parfois nécessaire de préparer le fichier en séparant localement les zones superposées.

2.2.4 Caractérisations microstructurales

2.2.4.1 Analyse morphologique du bain de fusion

Afin d'identifier et mesurer les cordons de lasage réalisés en fonction des différentes paramétries, des attaques au réactif de Keller sont effectuées. Les échantillons sont préalablement polis suivant le protocole défini annexe 7.5. Les dimensions caractéristiques mesurées sont la demi-largeur du cordon, notée $1/2 L$, et sa hauteur totale somme de p_f et h_f , notée H . L'écart vecteur est également mesuré à partir de l'axe médian estimatif des cordons (figure 2.27). Pour chaque échantillon, une image à un grossissement X10 est effectuée au microscope optique et 5 mesures de cordons sont faites. Les valeurs moyennes sont ensuite retenues pour l'analyse. Les autres dimensions citées par Matthieu Régnière [75] ne sont pas quantifiables avec cette méthode.

2.2.4.2 Analyse des morphologies et orientations cristallines

Outre l'effet des paramètres sur la porosité, les fissures ou la taille des cordons, l'analyse morphologique et dimensionnelle de la microstructure granulaire est nécessaire. La première approche testée consiste à réaliser un polissage électrolytique des échantillons polis afin de révéler par biréfringence la structure granulaire. Cette technique s'est avérée non concluante car le contraste obtenu n'est pas suffisamment important pour visualiser les grains formés. Une autre technique par microscopie électronique à balayage et par analyse des électrons rétrodiffusés ou secondaires n'a pas permis de visualiser clairement la microstructure.

Enfin, l'Electron Backscattering Diffraction (EBSD) est retenue pour cette étude. Cette technique donne aussi l'orientation cristallographique par rapport au plan d'analyse, ce qui n'est pas le cas des autres techniques envisagées précédemment.

2.2.4.2.1 Analyse par EBSD : Electron Backscattering Diffraction

L'Electron Backscattering Diffraction (EBSD) est une technique d'étude des orientations locales cristallographiques des métaux polycristallins. Elle permet notamment de caractériser, sur quelques nanomètres, la microstructure et la texture cristallographique d'un échantillon. L'EBSD se base sur une interaction entre le faisceau d'électrons à haute densité d'énergie et la surface de l'échantillon. Cette interaction induit une diffraction des électrons cohérente ou incohérente et élastique ou non élastique. Ces électrons, diffractés par une famille de plans donnée, forment deux cônes de diffraction très ouverts compte tenu de la faible valeur de l'angle de Bragg (de l'ordre du degré) conséquence de la longueur d'ondes du faisceau (environ 0,087 Å pour une tension de 20 kV). L'intersection des deux cônes par un écran de phosphore, placé devant l'échantillon, donne lieu à une paire de « lignes de Kikuchi » qui délimitent une bande [215]. Cette bande correspond donc à la trace des plans diffractants voir figure 2.28. La diffraction des électrons rétrodiffusés se fait sur plusieurs plans c'est pourquoi plusieurs bandes apparaissent et forment ainsi le diagramme de Kikuchi. C'est à partir de ce diagramme que l'orientation cristallographique du volume analysé est déterminée, en se basant sur des considérations géométriques liées à la position des bandes.

Une première approche consiste à exprimer l'orientation globale de la zone analysée dans le repère d'Euler. Les désorientations entre chaque pixel ne sont pas représentées dans le repère de la surface analysée mais dans ce dernier. Pour cette étude, les conventions de Bunge sont adoptées afin de définir les angles d'Euler [216] avec :

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

La relation matricielle entre le repère de l'échantillon et celui d'Euler est ainsi définie par la matrice de rotation g :

$$\begin{array}{ccc}
 \cos\varphi_1\cos\varphi_2 - \sin\varphi_1\sin\varphi_2\cos\phi & -\cos\varphi_1\cos\varphi_2 + \sin\varphi_1\sin\varphi_2\cos\phi & \sin\varphi_2\sin\phi \\
 -\cos\varphi_1\sin\varphi_2 + \sin\varphi_1\cos\varphi_2\cos\phi & -\sin\varphi_1\sin\varphi_2 + \cos\varphi_1\cos\varphi_2\cos\phi & \sin\varphi_2\cos\phi \\
 \sin\varphi_1\sin\phi & -\cos\varphi_1\sin\phi & \cos\phi
 \end{array} \quad (2.55)$$

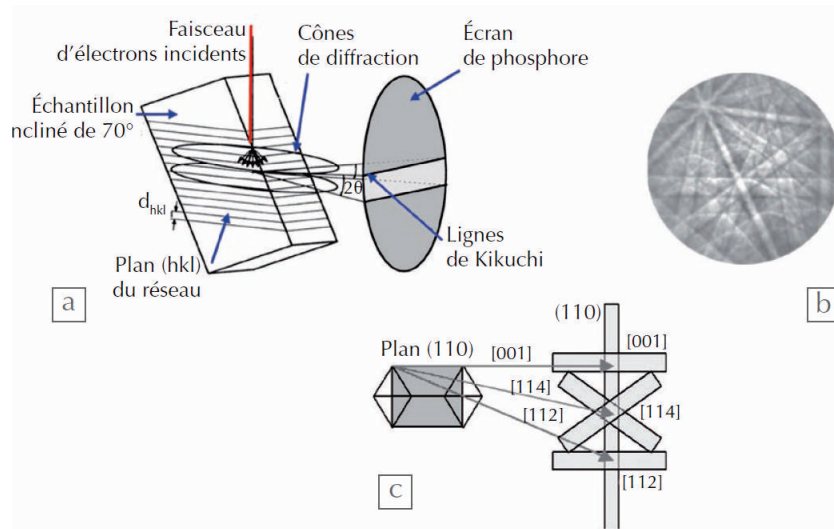


FIGURE 2.28 – Représentation schématique du fonctionnement d’une analyse EBSD, de l’interaction avec le substrat à l’interprétation des bandes de Kikuchi

Une seconde approche consiste à représenter les clichés EBSD en fonction de la distribution des plans $\{hkl\}$ parallèles aux directions principales de la surface d’analyse. Cette méthode permet de visualiser quantitativement la texturation cristallographique de la zone analysée par rapport aux directions caractéristiques de l’échantillon. Dans notre cas de figure cela permet d’exprimer l’orientation de la phase cubique face centrée de l’aluminium- α par rapport aux directions d’édification ou de lasage. On parle de représentation par figure de pôle inverse, notée IPF. Pour cette étude, la densité des directions principales de la phase CFC, $[001]$, $[101]$ et $[111]$ sont représentées en fonction des directions X,Y,Z de l’échantillon. Une mesure quantitative de cette texturation, par diffraction aux rayons X, sera discutée par la suite.

2.2.4.2.2 Moyen de caractérisation et protocole

Les analyses EBSD couplées à des mesures EDX sont effectuées via un MEB-FEG ZEISS Supra 55VP, équipé d’un détecteur Oxford NordlysNano et du logiciel AZtecHKL. D’autres analyses complémentaires sont réalisées via un MEB FEG Jeol 6500F. Les mesures sont effectuées pour un angle optimal de 70° , couplé à un focus dynamique et une correction du tilt. Pour le MEB Zeiss, une tension d’accélération usuelle de 20 kV couplée à une distance de travail de 15 mm est utilisée lors des analyses EBSD. Pour le MEB JEOL, la distance de travail est de 18.1 mm. Les échantillons sont préparés suivant le protocole de polissage vu précédemment avec en plus une finition au VibroMet (silice colloïdale sur plateau vibrant) pour une durée de 30 min à une fréquence de 40 Hz. Les échantillons sont ensuite rincés à l’eau chaude sur une toile de $1 \mu\text{m}$ afin d’évacuer les particules de silice.

Les échantillons sont analysés avec un grossissement de X400 à X800, nous donnant accès à un ou plusieurs cordons. Pour une analyse qualitative plus large, un mapping de 4 zones est effectué à un grossissement de X400. Pour les cartographies à plus fort

grossissement un pas de 0,3 μm est retenu, pour celle plus macroscopique c'est un pas de 0,5 μm . L'analyse des clichés EBSD est ensuite effectuée avec le logiciel Manager(TM). Plusieurs modes de visualisation sont retenus, dont le contraste cristallographique, la représentation des orientations dans le repère d'euler et de leur densité par rapport aux directions principales de la surface d'analyse. Les joints de grains et la sous-structuration des sous-grains sont définis respectivement pour une désorientation comprise de 15° et 5°.

Les analyses EDX couplées à l'EBSD sont effectuées à l'aide d'un détecteur Silicon Drift Detector X-MaxN.

2.2.4.3 Analyse quantitative de texture

Contrairement à une approche locale telle que l'EBSD, la mesure macroscopique de la texture cristallographique permet d'évaluer globalement la distribution des orientations cristallines dans un échantillon. L'objectif est de mesurer l'impact des paramètres d'édification sur les orientations cristallographiques sur l'ensemble d'un échantillon. Ces orientations peuvent notamment influencer sur l'anisotropie du matériau. Ce comportement à plusieurs origines : la répartition des contraintes internes, la variation orientée de la concentration en impuretés ou de la forme des grains etc.... Il peut être aussi du à l'orientation non aléatoire d'une certaine quantité de grains.

2.2.4.3.1 Diffraction aux rayons X

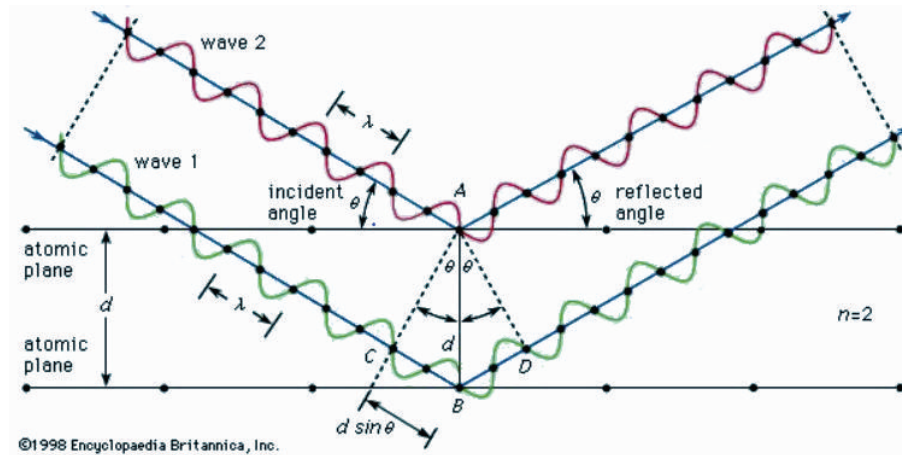
Afin de mesurer la texture cristallographique, la diffraction aux rayons X est retenue. Lorsqu'un faisceau de rayons X, de longueur d'onde λ , irradie un ensemble de grains, il est diffracté par les familles de plans cristallographiques $\{hkl\}$ de distance réticulaire d . La longueur d'onde des rayons X étant du même ordre de grandeur que la distance qui sépare les plans atomiques des réseaux cristallins ($\simeq 10^{-10}$ m), la structure du cristal diffractera un faisceau de rayons X de telle sorte que le rayonnement conserve sa cohérence, on parle de diffusion cohérente ou élastique [217]. Toutefois la diffraction intervient uniquement lorsque la condition d'accord de phase est respectée, dite condition de Bragg [218]. Les cristaux sont en position de diffraction lorsque les plans diffractants coïncident avec la bissectrice de l'angle $(\pi - 2\theta)$ [51] (figure 2.29b) :

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (2.56)$$

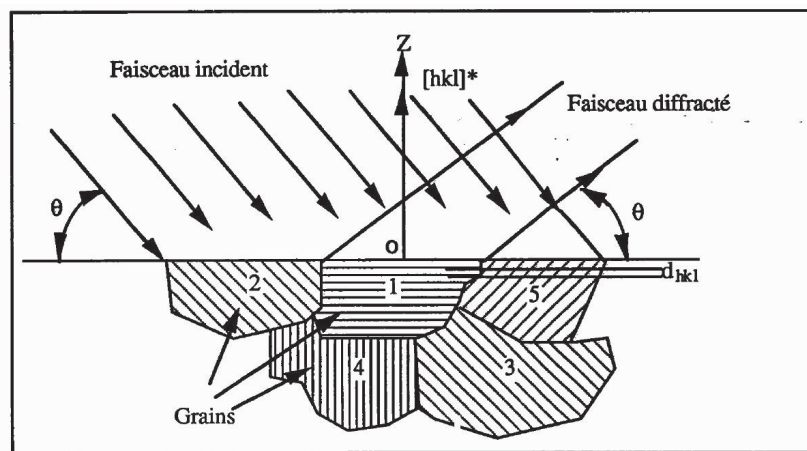
avec θ l'angle entre le rayon incident et la surface de l'échantillon irradiée, figure 2.29a. Les faisceaux diffractés sont sur un cône d'angle au sommet 2θ , appelé cône de Debye [51]. Quand la répartition des orientations des cristaux dans l'échantillon est hétérogène, l'intensité de l'anneau est uniforme. A contrario lorsque l'échantillon est texturé, l'intensité varie le long de l'anneau. Elle est directement liée à la densité des normales aux plans $\{hkl\}$ ayant diffracté dans la même direction. Cette interaction entre le faisceau incident et l'échantillon est illustré figure 2.30a avec :

- (OXZ) un plan du repère lié à l'échantillon tel que l'axe OZ soit normal à la surface
- [hkl] est la normale aux plans diffractants, c'est à dire la bissectrice de l'angle formé par les faisceaux incidents et diffracté.

L'intensité diffractée est proportionnelle au volume des grains en position de Bragg,



(a)



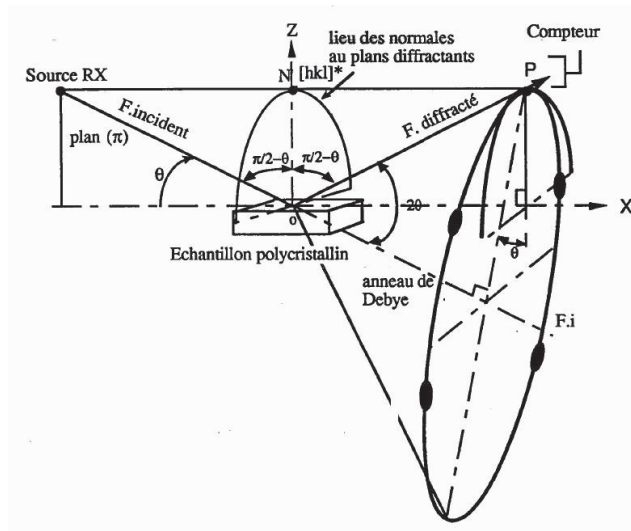
(b)

FIGURE 2.29 – a) Diffraction des rayons X sur un cristal d'après la loi de Bragg, b) Illustration des conditions de diffraction en fonction de différentes orientations granulaires, ici seuls les grains n°1 sont diffractants [51]

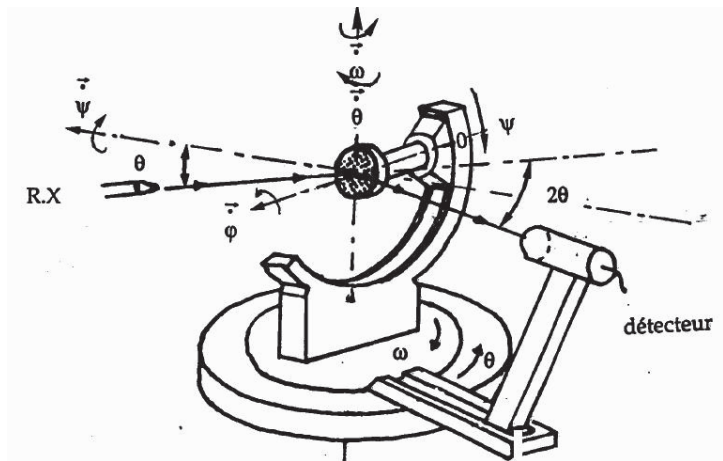
pour cela il est nécessaire d'emmener l'ensemble de ces éléments en position de diffraction afin de comptabiliser leur intensité. Généralement un goniomètre à quatre cercles est utilisé. D'après la figure 2.30b, l'échantillon est balayé en effectuant deux rotations (Ψ , φ). Le mouvement 2θ permet de fixer l'angle de Bragg et de sélectionner ainsi une famille de plans $\{hkl\}$.

2.2.4.3.2 Projection stéréographique et figures de pôles

Afin d'exprimer la position des plans $\{hkl\}$ et leur densité dans l'échantillon, la représentation par figure de pôle est utilisée. Pour cela, des projections stéréographiques de chaque grain diffracté sont réalisées. Le principe consiste premièrement à placer l'échantillon dans une sphère fictive de rayon unitaire, dont les axes de référence sont ceux du repère de l'échantillon. Les normales au plan diffractant (hkl) coupent le pôle



(a)



(b)

FIGURE 2.30 – a) Principe d'interaction lors de la diffraction aux rayons X et de la détermination de la figure de pôle d'un échantillon anisotrope [51], b) Axes de rotation goniométriques

nord de cette sphère en un point noté P. La direction de cette normale est positionnée par rapport au repère de l'échantillon par les angles de rotation du goniomètre Ψ et φ (figure 2.31). Le cercle obtenu par l'intersection du plan défini par les angles Ψ et φ avec la sphère des pôles correspond à l'anneau de Debye vu précédemment (figure 2.30a). La droite reliant le point P au pôle sud S de la sphère, coupe le plan équatorial (π) en un point P'. Ce point est la projection stéréographique du point P sur le plan (π). C'est aussi le pôle hkl du plan (hkl).

Pour chaque point P' est associé une valeur de l'intensité diffractée, I_{hkl} . Cette intensité est proportionnelle à la fraction volumique des cristaux ayant diffracté dans une même

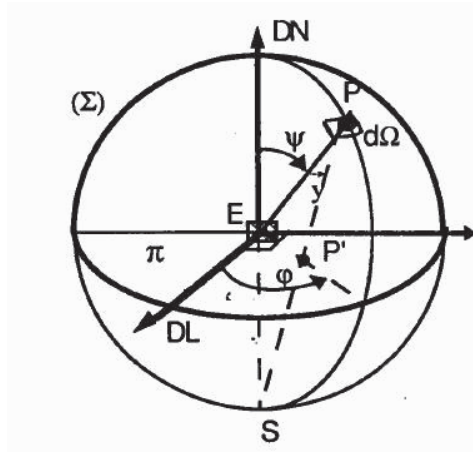


FIGURE 2.31 – Projection stéréographique pour la construction de figures de pôles

orientation, notée dV , par rapport au volume total V_d [218] :

$$I_{hkl} = \frac{dV}{V_d} \quad (2.57)$$

Cette densité est portée en chaque point de la figure de pôle. Les points de même densité sont ensuite reliés par ligne de niveau.

Les orientations préférentielles sont généralement décrites par la notation suivante $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ où :

- $\{hkl\}$ correspond à la famille de plans perpendiculaires à la surface de l'échantillon. (hkl) est un plan particulier de $\{hkl\}$.
- $\langle uvw \rangle$ coïncide avec la famille de directions parallèles à l'une des directions principales de l'échantillon. $[uvw]$ est une direction particulière de $\langle uvw \rangle$

Ce type de représentation est appelé notation métallurgique, car elle est principalement utilisée pour les tôles métalliques. (hkl) est parallèle à la surface de la tôle et $[uvw]$ est parallèle à la direction de laminage.

2.2.4.3 Moyen de caractérisation

L'appareil de diffraction de rayons X utilisé pour les analyses de textures est un X'PertPro MRD de PANalytical. Il est équipé d'un goniomètre 4 cercles horizontal haute résolution. Les mesures sont effectuées avec une anode de cuivre en "Point focus". Le rayonnement incident est de Cuivre ($\lambda_{Cu} = 0,15406$ nm) sous 45 kV et 40 mA et un détecteur ponctuel monté sur les PPC (Parallel Plate Collimator).

2.2.4.4 Caractérisations des phases nanométriques

Afin de caractériser les précipités nanométriques formés lors de l'édification, la microscopie électronique en transmission est retenue. Cette technique d'analyse permet d'identifier les particules formées, leur état de précipitation et leur potentielle cohérence avec la matrice d'aluminium. Pour les alliages d'aluminium à durcissements structuraux tels que l'Al6061, ces particules jouent un rôle primordial sur le comportement du

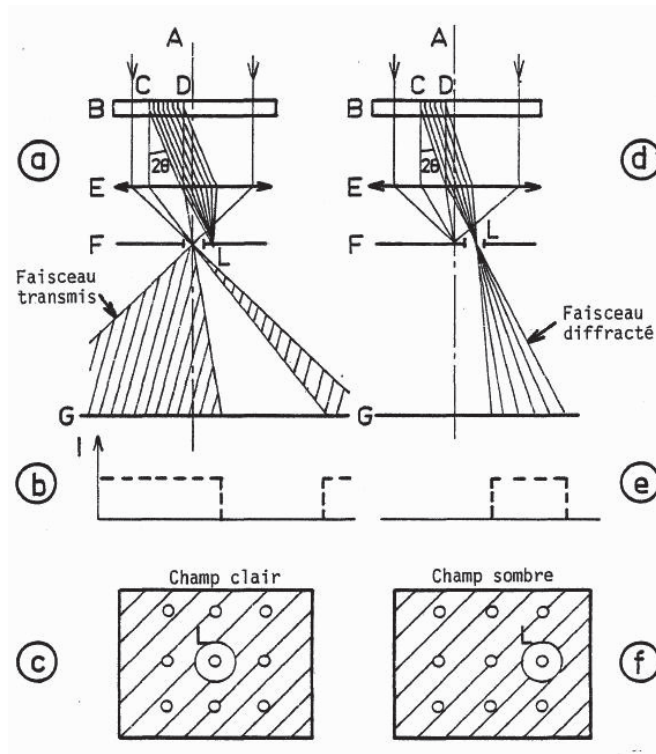


FIGURE 2.32 – Principe de la microscopie électronique en transmission [52]

matériau. En fonction des zones analysées et de leur répartition, ces données permettent également d'obtenir des informations sur le cycle de solidification de l'alliage.

2.2.4.4.1 Microscopie électronique en transmission

Le principe d'analyse en microscopie électronique en transmission (MET) est le même que celui de la microscopie optique (MO) à la différence que les photons sont remplacés par les électrons. Ils sont accélérés par une haute tension puis transmis à travers un échantillon à une longueur d'onde de quelques picomètres et donc d'une résolution équivalente. En pratique, les aberrations des lentilles magnétiques limitent la résolution à l'ordre du nanomètre.

Le MET se compose d'une colonne sous vide, d'une source d'électrons, de diaphragmes, de lentilles électromagnétiques, d'un écran fluorescent et de systèmes d'acquisition de signaux de natures variées (par exemple en imagerie : une caméra CCD, en spectroscopie : un détecteur EDX et un spectromètre de pertes d'énergie des électrons). Le faisceau d'électrons émis est focalisé par les champs magnétiques puis transmis et diffracté à travers une fine lame de l'échantillon d'environ 100 nm [219]. L'électron étant une particule chargée, l'interaction électron-matière est de type coulombienne entraînant une forte absorption de l'échantillon. Ce dernier doit donc être mince pour permettre une bonne observation [220]. Les images et diffractions proviennent essentiellement des électrons diffusés élastiquement. Les interactions inélastiques fournissent d'autres informations spectrales sur les propriétés chimiques ou électroniques [221]. Ainsi figure 2.32, quand un faisceau d'électrons A rencontre un cristal B, un certain nombre de

faisceaux sont diffractés par les plans $\{hkl\}$ du cristal lorsque les conditions de Bragg sont respectées. Les faisceaux transmis et diffractés obtenus sont focalisés par l'objectif E dans son plan focal F où ils forment un diagramme de diffraction. Si, dans ce plan, nous plaçons un diaphragme L, nous pouvons occulter l'ensemble des faisceaux diffractés. Nous obtenons ainsi, dans le plan image de l'objectif, une variation de l'intensité transmise donnant naissance à une image en champ clair [52]. Le contraste dépend de trois paramètres : la masse de l'élément, l'épaisseur de l'objet et l'orientation du cristal [221].

En déplaçant le diaphragme L de telle sorte qu'il ne laisse passer que le faisceau diffracté, une image en champ sombre est obtenue dans le plan image de l'objectif, figure 2.32. Le contraste est fonction de l'intensité diffractée.

La visualisation des clichés de diffraction est effectuée à partir du plan focal image F. Grâce au mouvement d'inclinaison du porte objet, l'échantillon est orienté de façon à ce que l'un des axes cristallins diffractant soit parallèle au faisceau incident. On parle de cliché en axe de zone. Cette approche a pour intérêt de calibrer la prise de mesure par rapport à une référence connue telle que la phase cfc de l'aluminium. Elle permet également d'identifier des orientations communes dites de cohérences. Pour chaque cliché de diffractions de précipités inconnus, les distances interréticulaires d_{hkl} et les angles d'inclinaison entre les plans diffractants sont mesurés. Ces valeurs sont comparées aux bases de données de l'ICDD (International Centre for Diffraction Data) afin d'identifier le nature des particules [222]. Pour faciliter l'identification, les clichés de diffraction sont associés à des mesures EDX.

2.2.4.4.2 Préparation des lames

Pour la sélection et la préparation de lames minces, l'utilisation d'un faisceau d'ions focalisé (Focussed Ion Beam; FIB) est retenue. Contrairement aux solutions plus traditionnelles, cette technique permet de choisir précisément la zone de prélèvement. Dans notre cas de figure cela permet par exemple de prélever des lames dans des zones spécifiques du bain de fusion.

Le "FIB" est un microscope électronique à balayage qui dispose d'une autre colonne ionique, qui sert à la découpe des lames minces et d'un micromanipulateur pour l'extraction des échantillons ainsi usinés [219]. Les étapes de prélèvement sont décrites figure 2.33.

2.2.4.4.3 Moyen de caractérisation

L'appareil de microscopie électronique en transmission utilisé est un Philips CM200 équipé d'une pointe en borure de lanthane LaB6. La tension d'accélération usuelle est de 200 kV. Les images et clichés de diffraction sont acquis sur une caméra numérique MegaView III. Les analyses chimiques sont réalisées avec un détecteur Si(Li) PGT, à l'aide du logiciel Spirit.

Le FIB utilisé est un FEI DualBeam Helios 600i équipé d'une colonne électronique FEG et d'une colonne ionique avec cible Gallium. Les dépôts protecteurs sont en platine Pt et les lames sont brasées sur une grille en cuivre Cu, pour montage dans le porte échantillon du MET.

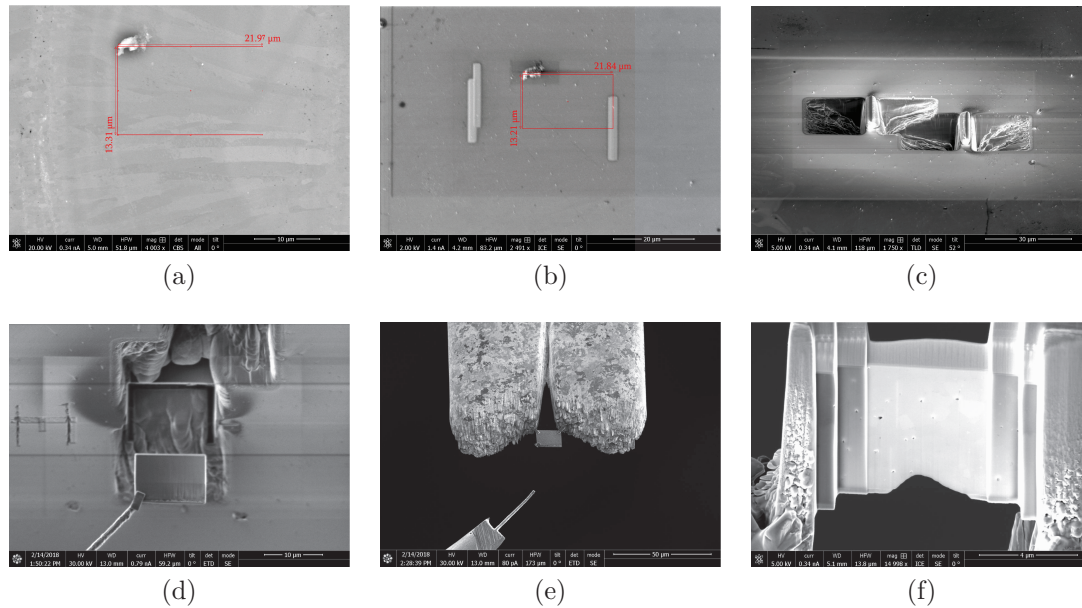


FIGURE 2.33 – a) Identification de la zone de prélèvement par contraste cristallin ; b) Dépôt d’une couche protectrice de Pt moins sensible aux ions ; c) Découpe par faisceau ionique ; d) Extraction de l’échantillon découpé à l’aide d’une pointe en W ; e) Brasage de l’échantillon sur une grille en Cu ; f) Amincissement de la lame

2.2.4.5 Corrélation entre la taille de grains et la teneur élémentaire

Afin d’appréhender les variations surfaciques des grains en fonction de leur position dans le cordon de soudure, une première corrélation est faite avec la teneur chimique élémentaire. Pour cela des analyses EBSD couplées EDX avec les moyens décrits paragraphe 2.2.4.2.2 sont effectuées à un grossissement de X400 (surface analysée d’environ 2.2mm x 1.6mm).

A partir des analyses EBSD, le couple d’information (position du centre de gravité ; surface) est extrait pour chaque grain à partir du logiciel Manager Data. D’autres informations telles que l’indice de sphéricité sont également accessibles.

La teneur élémentaire est extraite à partir des clichés EDX. Pour chaque zone analysée un mapping EDX permet de remonter à la variation de teneur élémentaire locale à partir du code RGB (Red Green Blue). Chaque canal du code RGB prend une valeur allant de 0 à 255. Pour cette étude, les variations élémentaires sont exprimées uniquement à partir des variations de l’une des variables primaires, en l’occurrence le rouge (figure 2.34a). Un taux moyen est calculé sur l’ensemble de la zone pour un niveau de rouge équivalent. La teneur locale est ensuite calculée par équivalence.

Les analyses EBSD et EDX sont effectuées sur la même zone et avec la même résolution, ce qui est essentiel pour la corrélation. La résolution est de 1.2 $\mu\text{m}/\text{pixel}$ soit en moyenne 13000 points de mesures. Au vu de la quantité de pixels, la corrélation est automatisée à travers un script Matlab (annexe 7.3). Pour chaque pixel du cliché EBSD repéré par son centre de gravité et ses coordonnées X_{cg} et Y_{cg} , un taux élémentaire est associé (figure 5.8). Pour le calcul de ce taux, la teneur est moyennée par rapport aux 8 pixels adjacents

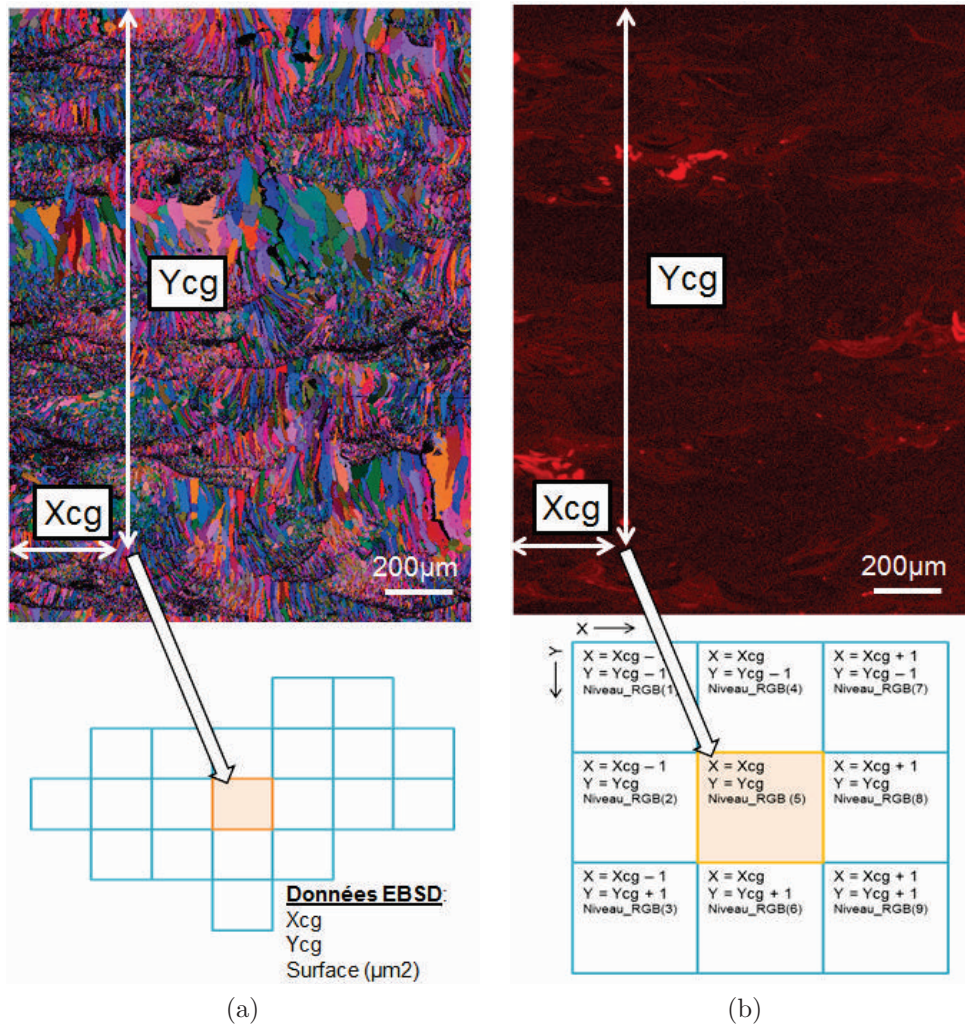


FIGURE 2.34 – Corrélation entre les informations EBSD et EDX ; a) Les données EBSD fournissent pour chaque grain une position et une surface ; b) Une teneur élémentaire est ensuite associée à partir des niveaux de rouge des 8 pixels voisins obtenus par analyse EDX

sans prendre en compte les pixels sans intensité ($R=0$). Cette approche permet de limiter certaines aberrations telles que la présence de pixels à très faible intensité dans une zone à forte teneur élémentaire. Pour les pixels en bord de zone, seuls les pixels adjacents faisant partie de la zone analysée sont pris en compte.

CHAPITRE 3

Rhéologie et vieillissement des poudres

Sommaire

3.1	Introduction	120
3.2	Problématiques	120
3.3	Objectifs	123
3.4	Résultats	124
3.4.1	Etat de référence particulaire	124
3.4.2	Analyse rhéologique	129
3.4.3	Mesure des épaisseurs d'oxydes	134
3.4.4	Analyse ATG couplée DSC	137
3.4.5	Éléments sublimés lors de l'interaction laser/matière	139
3.5	Discussions	140
3.5.1	Forces prépondérantes sur la coulabilité des poudres	140
3.5.2	Formation des porosités sphériques	142
3.5.3	Stockage et transport des particules	144
3.6	Conclusion	144

3.1 Introduction

La fabrication additive est un procédé spécial, qui se définit dans la norme EN 9100 comme "tout processus de production et de préparation du service dont les éléments de sortie ne peuvent être vérifiés par une surveillance ou une mesure effectuée a posteriori et dont les déficiences n'apparaissent, de ce fait, qu'une fois le produit en usage ou le service fourni". Par conséquent maîtriser les données d'entrée et définir les procédures de contrôle est indispensable.

L'un des paramètres d'entrée majeurs en SLM étant les poudres, maîtriser leur obtention, leur stockage et leur utilisation est primordial pour maintenir la qualité des produits aux exigences requises. Outre les préconisations définies lors de l'atomisation, il incombe aux donneurs d'ordre et aux sociétés de sous-traitances de spécifier les conditions de stockage, de recyclage et d'utilisation des poudres. Pour ce faire l'identification des sources de modification du comportement particulière souvent décrit comme du "vieillessement", est par conséquent nécessaire. L'objectif à terme est de définir les conditions à réunir pour maintenir la stabilité des poudres et pour appréhender leur transfert inter-opérationnel.

3.2 Problématiques

Le vieillissement des poudres engendrent sur la santé matière des porosités sphériques (voire irrégulières), des voiles d'oxydes aux zones d'interfaces mais aussi réduit de la processabilité des poudres [168] [14] [223].

Les travaux réalisés avec la société 3D System dans le cadre du projet AMANDE sur l'alliage d'aluminium AlSi7Mg0.6 [53] ont démontré une augmentation de près de 400 % du taux de porosité après dix réutilisations de la poudre et une forte dispersion de la densité matière (figure 3.1). Comme l'a démontré Leuders et al. [136] lorsque le taux de porosité augmente la tenue en fatigue décroît. Ainsi on peut estimer que celle-ci est donc impactée négativement lorsque la poudre "vieillit" lors des recyclages successifs.

Les étapes de tamisage pour séparer les projections grossières de la poudre et le rechargement ont été réalisées sans atmosphère protectrice. La poudre a ainsi, à chaque étape de recyclage, été en contact avec l'atmosphère extérieure sans protection gazeuse ni contrôle de l'humidité relative. Les mesures de granulométrie par morphogranulomètre ainsi que les travaux de Ardila et al. [224] sur de la poudre d'IN718 ont démontré que le recyclage de la poudre ne modifiait pas la distribution granulaire ni la granulométrie. On constate également que les porosités formées sont sphériques et non irrégulières et donc proviennent de source gazeuse plutôt que de défauts de mise en couche ou de projections. Ainsi il est fort probable que la variation du taux de porosité soit plus influencée par la modification des propriétés de surface des poudres que par leurs propriétés particulières.

En revanche il n'est pas établi dans la littérature si ces défauts sont principalement liés à l'humidité rémanente ou à la croissance et l'hydratation de l'oxyde natif des particules, ou à d'autres phénomènes. Il est donc impossible sans identification des sources majeures de ce vieillissement de définir une gamme de pré-utilisation ou des conditions de stockage et de transfert inter-opérationnel adaptées aux poudres d'aluminium.

La faible coulabilité des poudres d'alliages d'aluminium rend leur utilisation particulièrement difficile voir impossible sur de nombreuses machines (*cf paragraphe 1.3.2*). Leur processabilité est ainsi limitée car les technologies d'apport de poudre sur

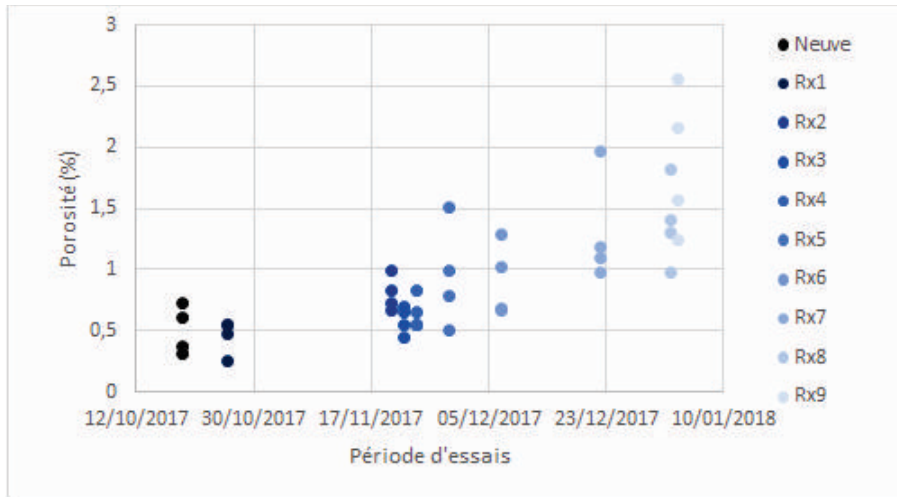


FIGURE 3.1 – Evolution du taux de porosité mesuré par analyse d'images en fonction du nombre de recyclages de la poudre d'aluminium AlSi7Mg0.6 [53]

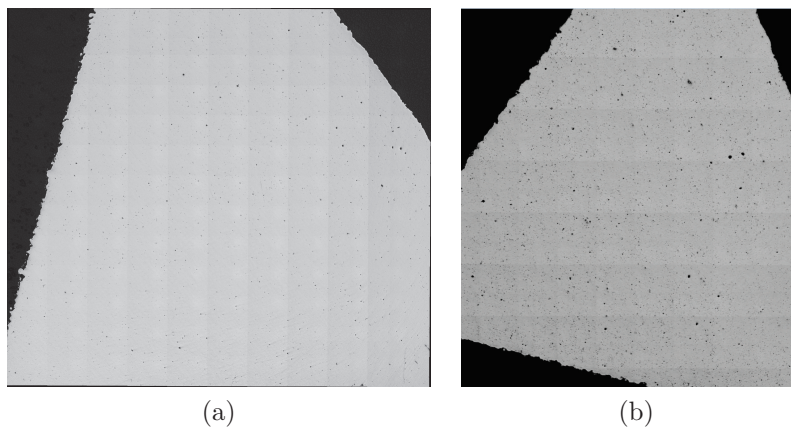


FIGURE 3.2 – a) Microscopie optique dans le plan longitudinal d'un échantillon d'AlSi7Mg0.6 édifié : a) avec une poudre "neuve", b) avec une poudre recyclée 9 fois

des machines de marque Renischaw, EOS ou encore SLM solutions sont basées sur l'effet de gravité et d'écoulement tangentiel. Comparativement aux autres matériaux, la faible masse volumique des alliages d'aluminium limite l'écoulement des plus fines particules car les forces de cohésion et de friction granulaire (forces de van der Waals, forces gravitationnelles, ou ponts capillaires) sont relativement importantes [116]. Plus la poudre est fine et plus la coulabilité est faible. La qualité de mise en couche est impactée et de manière d'autant plus marquée lorsque la poudre est déposée par un racleur. Les granulométries utilisées pour la mise en oeuvre des alliages d'aluminium sont ainsi limitées (la coupe fine est généralement supérieure à $23\mu\text{m}$). Or comme cela a été démontré par Badrosamay et al. [118] et Irrinki et al. [13] la réduction de la granulométrie a pour effet d'améliorer l'état de surface et les caractéristiques mécaniques des produits formés. L'optimisation de ces caractéristiques est donc limitée par les granulométries

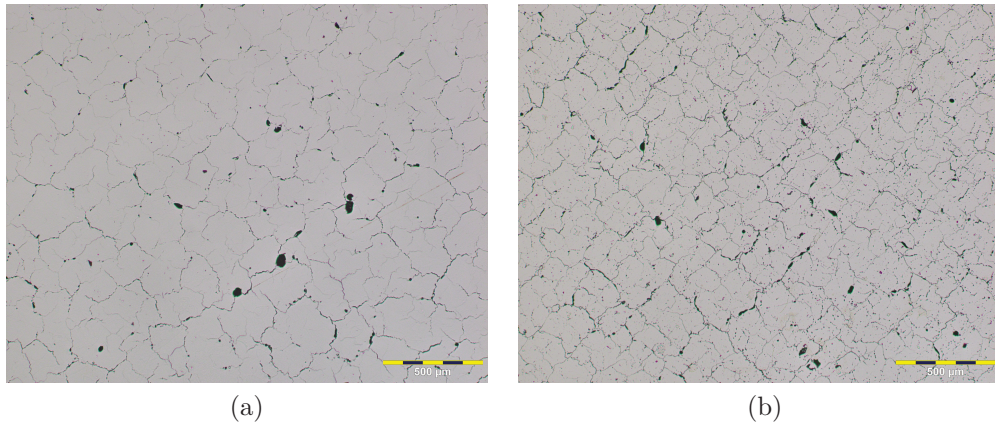


FIGURE 3.3 – Microscopie optique d'un échantillon d'Al6061 a) brut de fabrication et b) traité T6, édifié avec une poudre non recyclée, observé dans le plan longitudinal

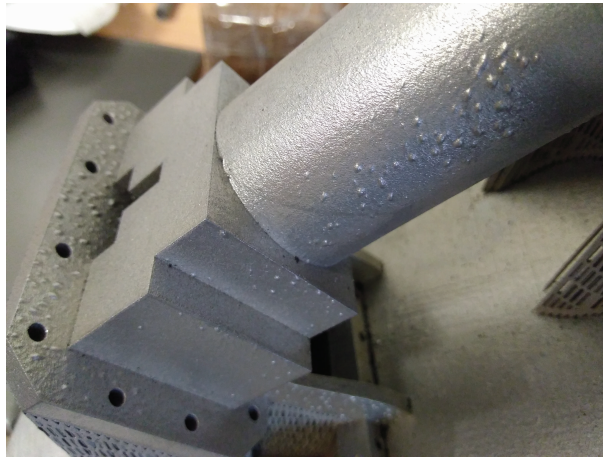


FIGURE 3.4 – Excroissance surfacique observée après traitement de mise en solution T6 d'échantillons d'AlSi7Mg0.6

des poudres d'aluminium utilisables avec le procédé SLM.

Identifier les forces les plus influentes sur la coulabilité, permettrait de définir des solutions de pré-traitement ou d'atomisation permettant d'affiner la granulométrie des poudres. Ainsi les propriétés mécaniques et de surfaces des produits édifiés ne seraient plus limitées par leur faible coulabilité.

Enfin pour des produits soumis à des contraintes thermiques ou à des traitements thermiques post-fabrication, l'enrichissement en dihydrogène est un verrou important pour leur stabilité dimensionnelle et métallurgique. Les travaux réalisés dans le cadre de cette thèse ont démontré une forte augmentation du taux de porosité après mise en solution. Pour un échantillon d'aluminium 6061 observé par microscopie optique la densité matière mesurée par analyse d'image dans le plan horizontal est en moyenne de 96.3 %. Après traitement T6 elle diminue fortement et atteint 93,6 % (figure 3.3). Les porosités précédemment formées croient en volume et des porosités globulaires fines

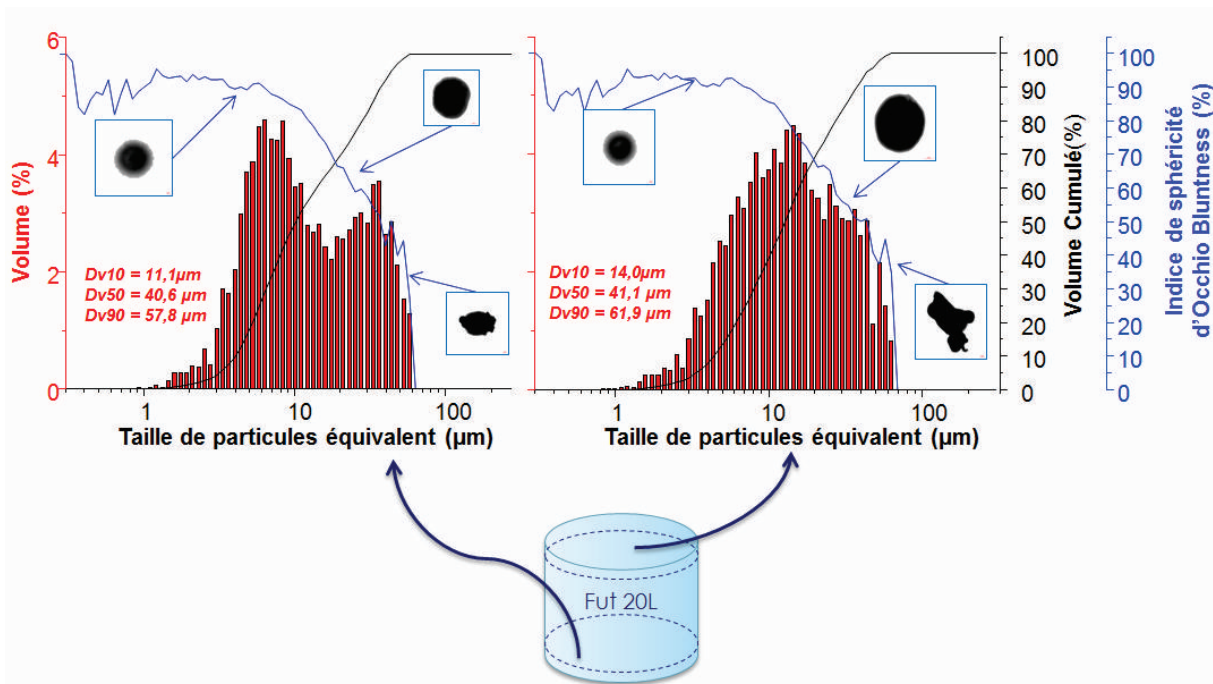


FIGURE 3.5 – Granulométrie volumique mesurée à la surface et au fond du fût

(<10µm) sont formées sous l'effet de la température. Dans les cas les plus extrêmes, cet accroissement de porosités forme des excroissances en surface des pièces (figure 3.4). Il est fort probable que le dihydrogène emprisonné dans les porosités, et en solution, diffuse et coalesce. Ainsi réduire le taux de dihydrogène dans le matériau brut permettrait de minimiser cet effet. Pour des applications sondes, ce verrou est particulièrement impactant sur la performance de dégivrage.

3.3 Objectifs

Les travaux relatifs à ce chapitre ont pour objectifs :

1. D'identifier les sources premières d'enrichissement en dihydrogène des pièces édifiées par SLM. Pour cela il conviendra de définir à travers les hypothèses décrites dans la littérature si cet enrichissement est plutôt du à l'humidité rémanente ou à la couche d'oxyde native. A terme le but est de déterminer les étapes du processus de fabrication additive les plus critiques sur le vieillissement des poudres et les précautions à prendre pour limiter ce phénomène.
2. De déterminer parmi les différentes forces mises en jeu la ou les plus influentes sur le comportement rhéologique des poudres d'aluminium. *In fine* l'objectif est d'augmenter, à travers l'affinement de la granulométrie des poudres, les propriétés mécaniques et surfaciques des alliages d'aluminium édifiés par SLM. De plus des solutions au niveau du process d'obtention et de pré-utilisation des poudres pourront être mis en place pour les rendre compatibles de machines SLM équipées de système de mise en couche par raclette ou d'apport de poudre par gravité.

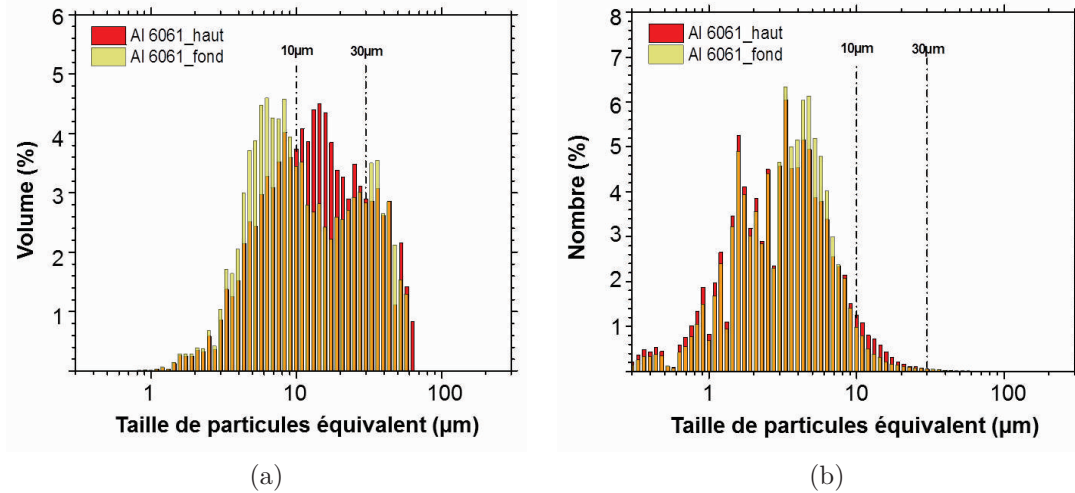


FIGURE 3.6 – a) Répartitions granulaires volumiques mesurées à la surface et au fond du fût ; b) Répartitions granulaires en nombre mesurées à la surface et au fond du fût

3.4 Résultats

3.4.1 Etat de référence particulaire

3.4.1.1 Granulométrie et morphologie

Après réception du fût de 20L, la poudre livrée est caractérisée suivant les moyens décrits dans le paragraphe précédent. Les particules stockées entre le fond et la surface du fût sont analysées afin de quantifier l'impact du stockage et du transport sur les propriétés de références de la poudre. Les effets de l'étuvage, des conditions d'humidité relatives et de la température sont également étudiés. Deux lots de poudres désignés comme le haut et le bas du fût (qui correspondent respectivement au premier et dernier pot de 100 ml dans laquelle la poudre a été reconditionnée) sont analysés. Les résultats obtenus au morphogranulomètre (figure 3.5) montrent que la répartition granulométrique volumique est différente entre les deux extrêmes. Pour le fond du fût la répartition est la suivante :

- $D_V10=11,1\mu\text{m}$
- $D_V50=40,6\mu\text{m}$
- $D_V90=57,8\mu\text{m}$

Tandis que le haut du fût suit la répartition volumique ci-après :

- $D_V10=14\mu\text{m}$
- $D_V50=41,1\mu\text{m}$
- $D_V90=61,9\mu\text{m}$

La répartition en surface du fût est mono-modale alors que celle du lot stocké au fond est bi-modale. Les particules les plus fines et les plus grossières semblent ségréguées au fond du conteneur. Comparativement à la granulométrie volumique donnée par le fournisseur ($D_V10 > 5 \mu\text{m}$, $D_V50 = 23-34 \mu\text{m}$, $D_V90 < 70 \mu\text{m}$) la valeur de D_V50

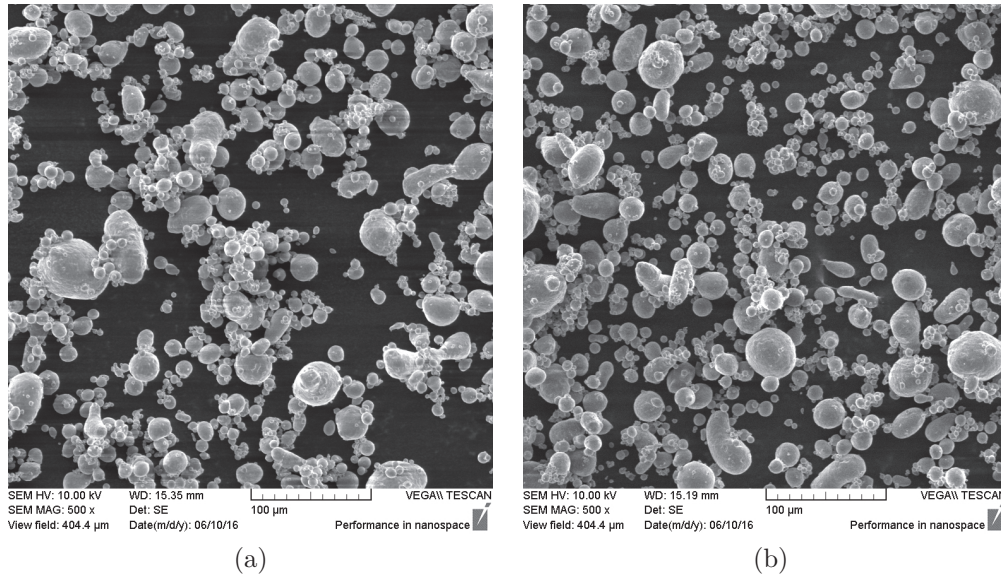


FIGURE 3.7 – Images par microscopie à balayage en contraste topographique de la poudre prélevée : a) en haut et b) au fond du fût

mesurée est plus importante dans les deux zones. D’après l’indice de sphéricité d’Occhio Bluntness, plus les particules sont fines et plus leur morphologie est sphérique.

La répartition granulaire (figure 3.6) en nombre est en revanche très proche entre les deux lots analysés. On observe que le nombre de particules très fines ($< 3 \mu\text{m}$) et plus grossières (comprises entre 8 et $30 \mu\text{m}$) est plus important en haut du fût. Ces résultats sont a priori en opposition avec la répartition volumique.

En effet la répartition en volume est bi-modale au fond et mono-modale à la surface. Comme le montrent les graphiques 3.6, le nombre de particules supérieure à $30 \mu\text{m}$ est très faible ($< 0.2 \%$) mais elles impactent fortement la répartition volumique. Elles sont peu nombreuses mais leur taille élevée, relative au volume de poudre analysé, influence fortement la répartition volumique. La très forte densité de très petites particules à la surface permet de compenser l’effet des grosses particules d’où la répartition mono-modale. En revanche l’absence de ces petites particules au fond du fût explique la répartition bi-modale.

Schématiquement, les particules très fines ($< 3 \mu\text{m}$) et moyennes (comprises entre 8 et $30 \mu\text{m}$) sont en haut du fût tandis que les fines (comprises entre 3 et $9 \mu\text{m}$) et grossières sont concentrées au fond.

Les analyses topographiques au microscope électronique à balayage confirment les constations faites au morphogranulomètre (figures 3.7). Les particules les plus petites sont les plus sphériques. Cette variation de morphologie est attribuée au procédé d’atomisation au gaz. Plus les particules sont grossières et plus la durée de refroidissement après pulvérisation est importante. Dans ce laps de temps les particules à l’état liquide, en mouvement dans l’enceinte de récupération, se déforment et perdent leur sphéricité initiale. La différence de granulométrie entre les deux lots n’est pas

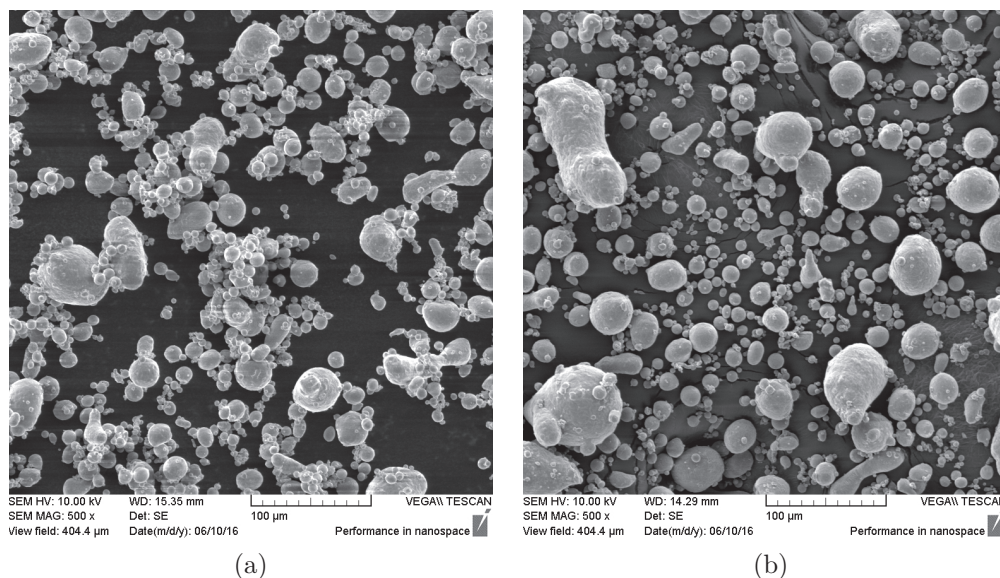


FIGURE 3.8 – Images par microscopie à balayage en contraste topographique de la poudre stockée en haut du fût : a) à l'état brut puis b) étuvée 6 h à 80 °C

N° Mesure	Masse (g)	Volume (cm^3)	Densité apparente (g/cm^3)	Densité apparente moyenne (g/cm^3)
1	37,782		1,311	
2	33,096		1,324	
3	37,762	25	1,310	1,306
4	32,04		1,282	
5	32,549		1,302	

Tableau 3.1 – Mesures de densité apparente de la poudre d'Al6061 et stockée à la surface d'un fût de 20L

visible. On observe néanmoins que les particules d'environ 10 μm s'agglomèrent sous l'effet des forces de cohésion. Après étuvage à 80 °C pendant 6 h, ces particules se dissocient (figure 3.8). Ce pré-traitement semble donc réduire les forces de cohésion prépondérantes sur l'agglomération des particules fines.

3.4.1.2 Densité apparente et tassée

La densité tassée et apparente des deux lots étudiés précédemment sont mesurées (tableaux 3.2 et 3.1). Pour le lot positionné au fond du fût, la densité apparente est caractérisée deux fois, à la suite de l'ouverture du pot de 100mL (mesures 1-n) et 24h plus tard (mesures 2-n). Les autres analyses sont réalisées uniquement après ouverture du pot.

Les densités apparentes entre les deux lots sont très proches, elle est plus élevée de 1,5 % à la surface du fût, soit un écart de 0.02 g/cm^3 . Après 24 h d'exposition à l'atmosphère (environ 20 °C et 50 % d'humidité relative), la densité apparente de la

N° Mesure	Masse (g)	Volume (cm^3)	Densité apparente (g/cm^3)	Densité apparente moyenne (g/cm^3)
1-1	32,183	25	1,287	1,2864
1-2	32,163		1,286	
1-3	32,135		1,285	
2-1	32,798	25	1,312	1,3170
2-2	33,112		1,324	
2-3	33,075		1,302	
2-4	32,720		1,302	

Tableau 3.2 – Mesures de densité apparente de la poudre d’Al6061 et stockée au fond d’un fût de 20L

N° Mesure	Masse (g)	Volume initial (cm^3)	Volume tassé (cm^3)	Densité tassée (g/cm^3)	Densité tassée moyenne (g/cm^3)
1	140,0	101	76,5	1,830	1,821
2	139,5	102	77	1,812	
3	142	103	78	1,821	

Tableau 3.3 – Mesures de densité tassée de la poudre d’Al6061 stockée à la surface d’un fût de 20L

N° Mesure	Masse (g)	Volume initial (cm^3)	Volume tassé (cm^3)	Densité tassée (g/cm^3)	Densité tassée moyenne (g/cm^3)
1	135,3	100	75	1,804	1,811
2	138,9	100	76	1,828	
3	136,9	103	76	1,801	

Tableau 3.4 – Mesures de densité tassée de la poudre d’Al6061 stockée au fond d’un fût de 20L

poudre stockée au fond du conteneur augmente de 2,4 %, elle dépasse la densité initiale du haut du fût.

Le calcul des densités tassées est effectué après 9000 opérations de compactage (tableaux 3.4 et 3.3). Cette valeur seuil est établie à partir de la première mesure, pour laquelle le volume tassé est suivi de façon itérative. A partir de 5000 chutes, le volume obtenu est mesuré toutes les 500 opérations jusqu’à ce qu’il se stabilise.

On constate que la densité tassée suit la même variation que la densité apparente. Elle est en effet plus élevée à la surface du fût, mais avec un écart relatif plus faible de 0,5 %.

D’après l’indice de Carr et le rapport d’Hausner calculés dans le tableau 3.5, la coulabilité des deux zones étudiées est très proche. D’après Hausner, elle est

Position	Rapport d'Hausner	Classification	Indice de Carr (%)	Coulabilité
Haut du fût	1,39	Fusante-Cohésive	28	Mauvaise
Bas du fût	1,41	Cohésive	29	

Tableau 3.5 – Calcul du rapport d'Hausner et de l'indice de Carr pour les deux lots étudiés

N° Mesure	Densité volumique Haut du fût (g/cm^3)	Densité volumique Bas du fût (g/cm^3)
1	2.6746	2.6614
2	2.6744	2.6612
3	2.6744	2.6620
4	2.6749	2.6614
5	2.6744	2.6616
6	2.6744	2.6616
7	2.6747	2.6616
8	2.6746	2.6614
9	2.6742	2.6613
10	2.6750	2.6617
Moyenne	2.6746	2.6615
Ecart Type	$2.5 \cdot 10^{-4}$	$2.3 \cdot 10^{-4}$

Tableau 3.6 – Mesure des densités réelles par pycnométrie Helium des particules stockées au fond et à la surface du fût de 20L

cohésive/fusante en haut du fût et cohésive au fond ; et d'après Carr elle sont toutes les deux mauvaises. La poudre stockée au fond du fût semble malgré tout moins "fluide" que celle à la surface.

3.4.1.3 Pycnométrie à l'Hélium

Les mesures de densité volumique effectuées par pycnométrie He donnent une moyenne de $2,6746 g/cm^3$ pour la poudre stockée à la surface du fût et de $2.6615 g/cm^3$ pour la poudre stockée au fond, soit un écart de 0,5 % (tableau 3.6). Par rapport à la densité volumique théorique de l'aluminium 6061 de $2,7g/cm^3$, la densité réelle des particules est plus faible. On peut estimer le taux de porosité moyen des particules en surface du fût à 0,96 % et celui du fond à 1,41 %. Il est probable que la plus grande quantité de particules grossières au fond du fût influence négativement la densité réelle du volume de poudre. En effet les particules grossières sont plus facilement assujetties à la formation de porosités internes lors de l'atomisation.

3.4.2 Analyse rhéologique

3.4.2.1 Evaluation de la méthodologie

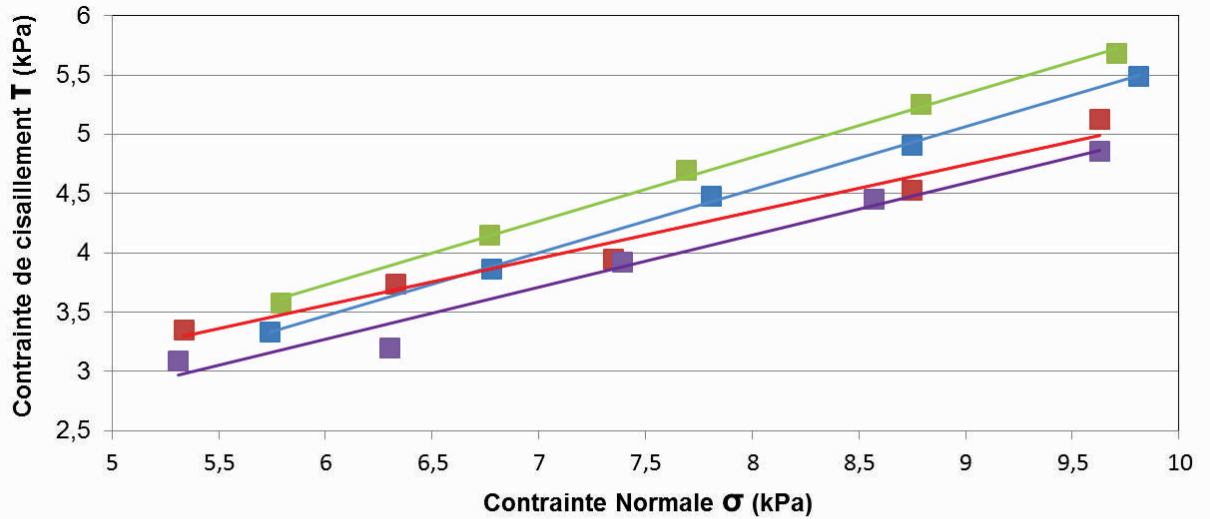
Afin de valider la représentativité du moyen de mesure par rapport aux constatations faites dans la littérature, le deuxième lot de poudre de 100 ml stocké à la surface du fût est séparé à l'aide d'un tamis de 45 μm en 2 granulométries. Le premier lot constitué de particules inférieures à 45 μm est a priori qualifié de très peu coulable du fait de sa concentration en particules fines [123]. Le second lot constitué de particules comprises entre 45 et 75 μm est quant à lui qualifié de très coulable. L'autre intérêt de cette approche est d'analyser l'impact des forces de cohésion et de friction sur les particules fines et grossières de façon distincte. Chaque lot est également caractérisé après étuvage à 80 °C pendant 6 h. Enfin pour évaluer la sensibilité des poudres au vieillissement une seconde campagne notée "C2" équivalente à celle étudiée précédemment est réalisée. Le laps de temps entre les deux études C1 et C2 est de 3 mois. La durée entre la sortie de l'étuve et le début des mesures est d'environ 20 min pour la campagne 2 (il n'a pas été mesuré lors de la première campagne).

Pour la première campagne C1, les lieux de rupture obtenus (figure 3.9.a) entre les lots à l'état brut indiquent que les forces de friction interparticulaires sont plus fortes de l'ordre de 10 % lorsque le diamètre équivalent des particules augmente. A l'inverse les forces de cohésion sont beaucoup plus élevées lorsque les particules sont fines, elles augmentent d'environ 325 % par rapport aux particules grossières (1.19 kPa contre 0.28 kPa). Après étuvage, on constate que les forces de friction sont stables et que les forces de cohésion augmentent de 0.23 kPa pour les poudres > 45 μm . Concernant le lot constitué de grains fins, les forces de friction augmentent de 13 %. En revanche la cohésion interparticulaire est fortement réduite, de l'ordre de 50 %.

La fonction d'écoulement, notée ffc , est quatre fois plus faible lorsque les particules sont fines. D'après la classification de Jenike [181] (figure 3.10), les poudres <45 μm sont dites cohésives et libres pour celles >45 μm . Ces premiers résultats sont cohérents avec les constatations faites dans la littérature [116] et l'impression visuelle laissée par les poudres après les essais. Dans le cas des poudres fines la cohésion est très élevée puisque la marque des lames est visible à la fin du cycle (figure 3.11). Figure 3.11.b la formation d'agglomérats de poudres est observé, ce qui est symptomatique de forces inter-particulaires importantes.

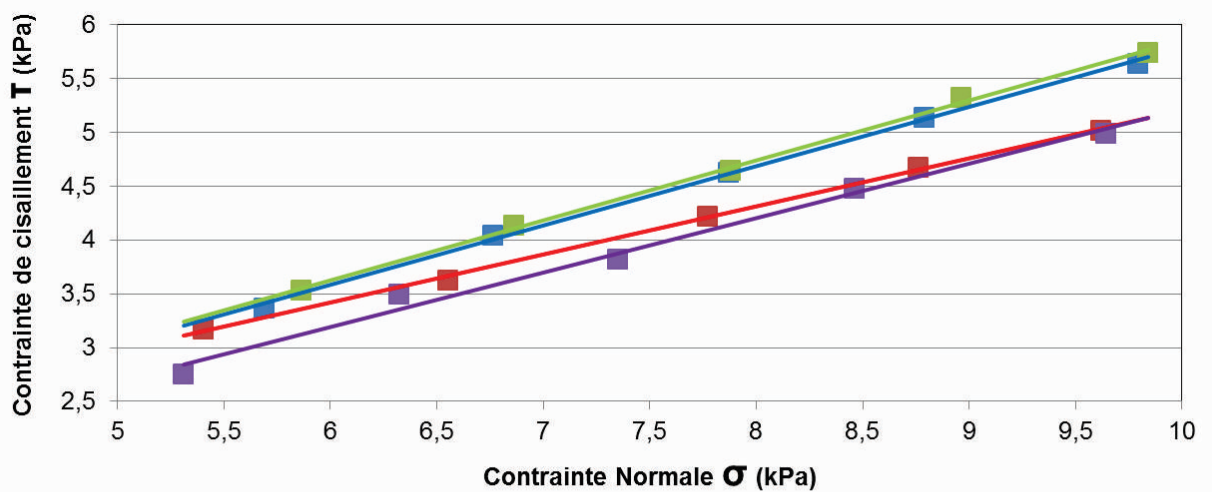
L'étuvage affecte défavorablement la coulabilité des particules > 45 μm . Néanmoins, il l'augmente de façon significative pour les plus fines, d'un facteur de 4.5 pour la campagne 2 et d'un facteur 2 pour la campagne 1. L'étuvage a donc un effet opposé en fonction de la taille des particules.

Les valeurs de la fonction d'écoulement ffc (σ_1/fc) de la seconde campagne sont toutes plus élevées que la première, à l'exception des poudres grossières non étuvées qui sont équivalentes (figure 3.9.b). Ces résultats sont surprenants puisque le potentiel enrichissement en humidité aurait du diminuer ces valeurs. Il est possible que le taux d'humidité relatif dans l'atmosphère lors des essais ait un impact plus fort que l'humidité



		Granulométrie	Conditionnement	Lieu de rupture	σ_1 (kPa)	f_c (kPa)	ffc
C1	■	+45-75 μ m	Aucun	$T=0,53 \times \sigma + 0,28$	13,1	0,93	14,1
	■	-45 μ m	Aucun	$T=0,39 \times \sigma + 1,19$	12,34	3,48	3,54
	■	+45-75 μ m	Etuvage 80°C_6h	$T=0,53 \times \sigma + 0,51$	13,25	1,70	7,82
	■	-45 μ m	Etuvage 80°C_6h	$T=0,44 \times \sigma + 0,63$	12,34	1,93	6,39

(a)



		Granulométrie	Conditionnement	Lieu de rupture	σ_1 (kPa)	f_c (kPa)	ffc
C2	■	+45-75 μ m	Aucun	$T=0,55 \times \sigma + 0,27$	13,5	0,91	14,8
	■	-45 μ m	Aucun	$T=0,45 \times \sigma + 0,75$	12,6	2,32	5,4
	■	+45-75 μ m	Etuvage 80°C_6h	$T=0,56 \times \sigma + 0,29$	13,47	0,99	13,6
	■	-45 μ m	Etuvage 80°C_6h	$T=0,50 \times \sigma + 0,16$	12,63	0,52	24,2

(b)

FIGURE 3.9 – Lieux de rupture et données de mesures des lots de poudres "-45 μ m" et "+45-75 μ m" bruts et étuvés : a) campagne d'essais 1 et b) campagne d'essais 2

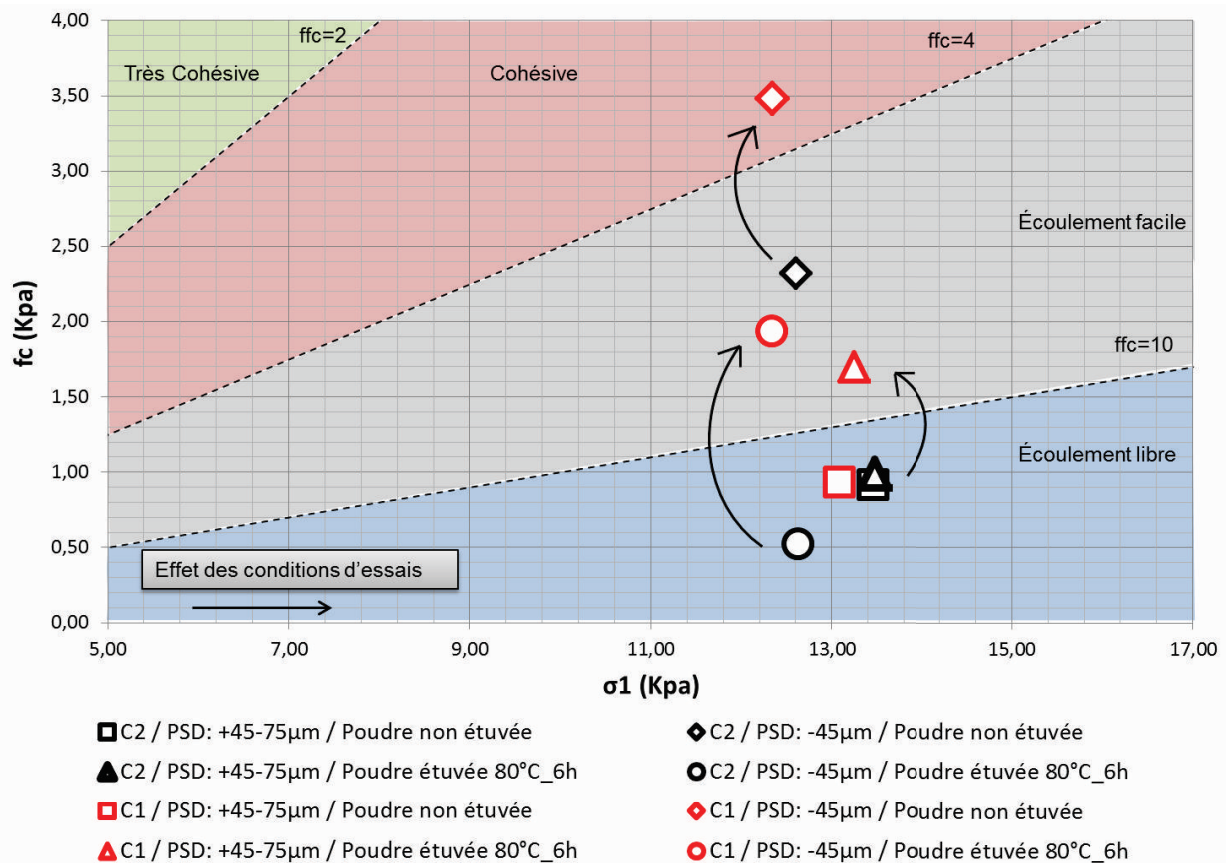


FIGURE 3.10 – Positionnement dans le repère de Jenike des contraintes principales de cohésion et de consolidation des lots de poudres "-45 μ m" et "+45-75 μ m" bruts et étuvés, obtenus lors des campagnes d'essais 1 et 2

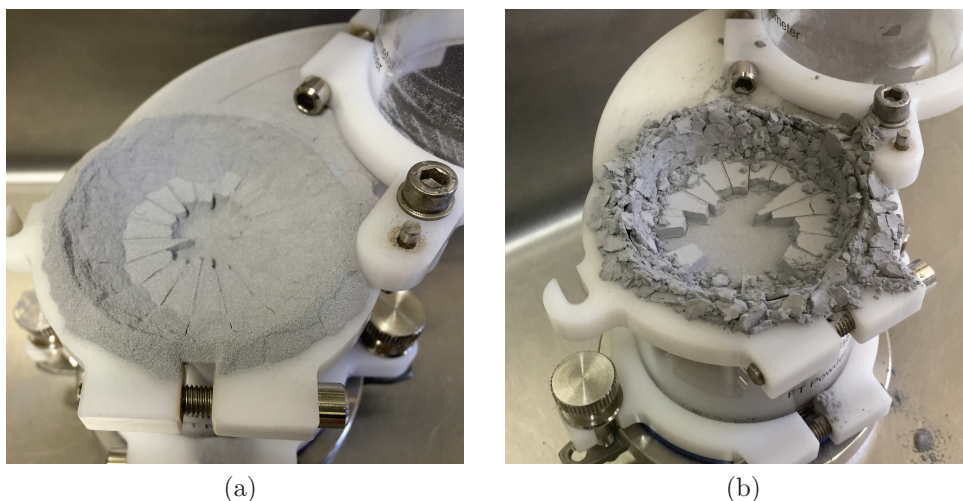


FIGURE 3.11 – Etat particulière après le cycle de mesure au rhéomètre FT4 des lots de poudres a) "+45-75 μ m" et b) "-45 μ m"

Granulométrie	Conditionnement	Essais	Lieu de rupture	σ_1 (kPa)	fc(kPa)	ffc	σ_1 moy (kPa)	fc moy (kPa)	ffc moy
Bas du fût : Dv10=11.1 μ m Dv50=40.6 μ m Dv90=57.8 μ m	Aucun	1	$\tau = 0.49\sigma + 0.24$	20.5	0.80	25.6	20.35	0.75	27.2
		2	$\tau = 0.50\sigma + 0.22$	20.2	0.70	28.9			
Haut du fût : Dv10=14,0 μ m Dv50=41,1 μ m Dv90=61,9 μ m	Aucun	1	$\tau = 0.49\sigma + 0.32$	20.7	1.00	20.7	20.70	1.15	18.3
		2	$\tau = 0.48\sigma + 0.41$	20.7	1.30	15.9			

Tableau 3.7 – Lieux de rupture et données de mesures des lots de poudres "haut" et "bas" à l'état brut

Granulométrie	Conditionnement	Essais	Lieu de rupture	σ_1 (kPa)	fc(kPa)	ffc	σ_1 moy (kPa)	fc moy (kPa)	ffc moy
Haut du fût : Dv10=14,0 μ m Dv50=41,1 μ m Dv90=61,9 μ m	Etuvage 80°C - 6h	1	$\tau = 0.38\sigma + 0.55$	20.5	1.59	12.9	20.6	1.58	13.0
		2	$\tau = 0.37\sigma + 0.54$	20.5	1.56	13.1			
		3	$\tau = 0.38\sigma + 0.55$	20.7	1.59	13.0			
Haut du fût : Dv10=14,0 μ m Dv50=41,1 μ m Dv90=61,9 μ m	Etuvage 80°C - 23h	1	$\tau = 0.36\sigma + 0.74$	20.8	2.10	9.9	20.7	2.00	10.4
		2	$\tau = 0.36\sigma + 0.63$	20.6	1.80	11.4			
		3	$\tau = 0.36\sigma + 0.76$	20.7	2.11	9.8			

Tableau 3.8 – Lieux de rupture et données de mesures du lot de poudre "haut" étuvé 6h et 23h à 80°C

initiale des particules. Ce phénomène est exacerbé dans le cas des particules fines, ce qui est cohérent du fait de leur surface spécifique élevée. On constate également que les particules grossières ne sont pas sensibles aux conditions d'essai ou d'environnement puisque les résultats sont identiques entre les deux campagnes de mesures.

Les résultats obtenus lors de cette seconde campagne permettent en revanche d'aboutir aux mêmes conclusions que la première (figure 3.10). L'étuvage a plutôt un effet néfaste sur les particules grossières et très favorable sur les plus fines. Les forces de cohésion sont prépondérantes sur la coulabilité des particules : plus les particules sont fines et plus elles y sont sensibles.

3.4.2.2 Influence du stockage

A partir de ces premiers essais et validations, les deux lots extraits de la surface et du fond du fût sont étudiés à l'état brut. L'objectif est de quantifier l'impact de la ségrégation particulaire apparue lors du transport sur l'écoulement des poudres. Enfin deux durées d'étuvage 6 h et 23 h à 80 °C sont également testées sur la poudre stockée à la surface du fût. L'ensemble de ces mesures sont réalisées dans la même semaine afin de limiter l'incertitude liée à la répétabilité.

Les résultats obtenus entre les deux lots indiquent que les forces de cohésion sont plus élevées à la surface du fût qu'au fond (figure 3.7), l'écart est en moyenne de 0.13 kPa

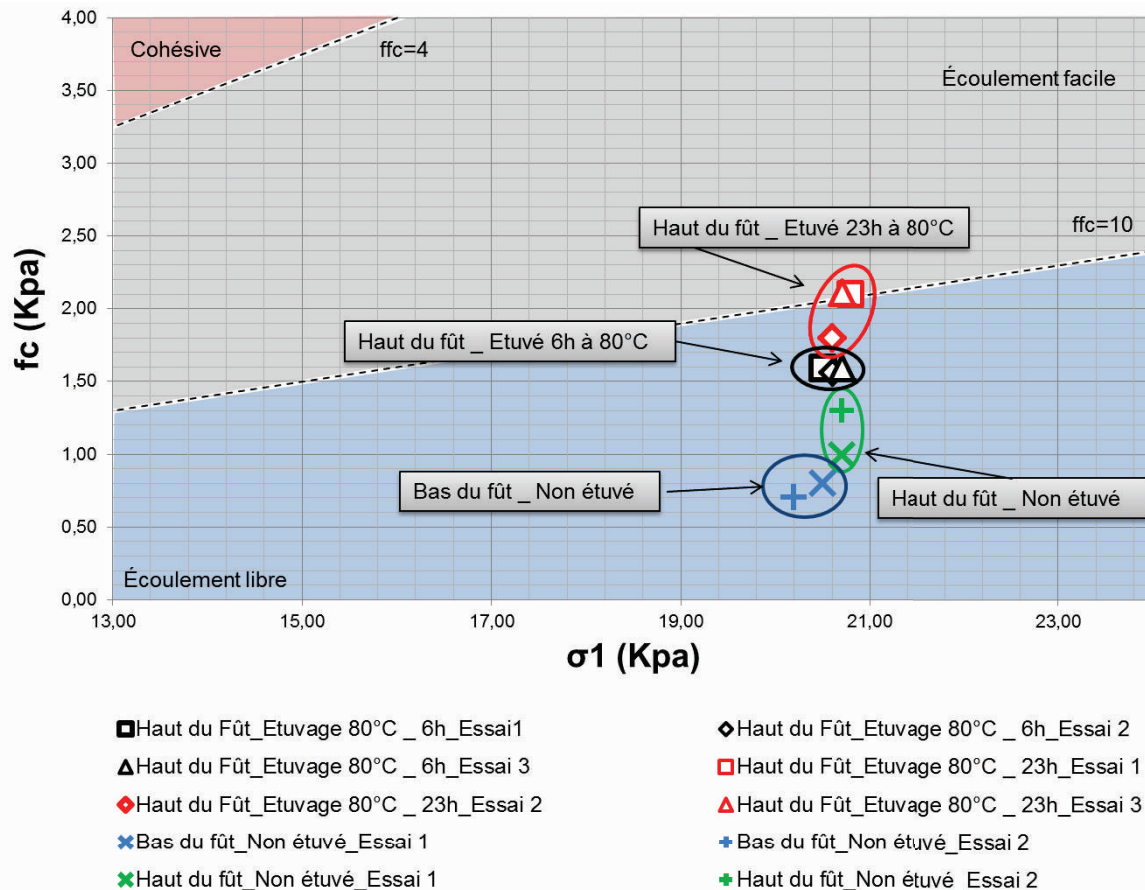


FIGURE 3.12 – Positionnement dans le repère de Jenike des contraintes principales de cohésion et de consolidation des lots de poudres "haut et "bas"

soit de 50 % par rapport au bas du fût. Les forces de friction sont équivalentes. Ces éléments révèlent un écart de près de 10 ffc entre les deux lots, soit 30% par rapport à la poudre stockée au fond du conteneur. En revanche leurs valeurs sont élevées ($> 10 ffc$), elles sont toutes les deux classifiées dans la catégorie des poudres à écoulement libre (figure 3.12).

L'étuvage a une influence néfaste sur la fonction d'écoulement des poudres stockées à la surface du fût (tableau 3.8). Cet effet est exacerbé lorsque la durée d'exposition augmente de 6 h à 23 h. Entre l'état brut et la poudre étuvée 6 h à 80 °C, les forces de friction décroissent de 20 %, en revanche les forces de cohésion s'accroissent d'environ 50 %. La contrainte principale de consolidation ne varie pas entre les deux états mais celle de cohésion passe de 1.15 kPa en moyenne à 1.58 kPa. Finalement la valeur de ffc diminue de 28 %. Lorsque la durée d'étuvage augmente, cette valeur diminue encore de l'ordre de 23 %. Au final entre l'état brut et la poudre étuvée pendant 23 h, l'écart de ffc est en moyenne de 8 unités. Ainsi l'étuvage en enceinte non ventilée et sans protection gazeuse a une influence néfaste sur la rhéologie des poudres étudiées. Les résultats sont résumés dans le graphique (figure 3.12).

Finalement on constate que les forces de cohésion sont les plus impactantes sur la coulabilité, quel que soit le type de granulométrie utilisé. Sous l'effet de l'étuvage l'évolution de ces forces est différent. Si les poudres sont très fines l'étuvage réduit leur intensité. En revanche pour un lot de poudre constitué de particules dont le diamètre équivalent est supérieures à 45 μm , elles sont très peu impactées. Fort de ces constatations il s'agit d'identifier le facteur prépondérant qui agit sur les forces inter-particulaires. Comme discuté dans le chapitre bibliographique, il pourrait s'agir des couches d'oxydes natives ou du taux d'humidité rémanent.

3.4.3 Mesure des épaisseurs d'oxydes

3.4.3.1 Enceinte climatique

A partir du conditionnement des poudres suivant les 9 conditions décrites dans le chapitre 2.1.6, des mesures par spectroscopie XPS sont réalisées afin de calculer les épaisseurs d'oxydes du MgO et de l' Al_2O_3 d'après les trois transitions Mg1s, Mg2s et Mg2p. L'objectif est de vérifier l'une des deux hypothèses de recouvrement formulée :

- Hypothèse 1 : Couche d'oxyde interne MgO et couche d'oxyde externe Al_2O_3
- Hypothèse 2 : Couche d'oxyde interne Al_2O_3 et couche d'oxyde externe MgO.

Les résultats récapitulés figures 3.13 montrent que pour l'hypothèse 2 les épaisseurs d'oxydes varient fortement en fonction des trois transitions, notamment celle du MgO. En effet, l'écart entre la valeur minimale et maximale des épaisseurs de MgO varie de 20 à 40 % par rapport aux valeurs moyennes calculées :

$$\%VariabilitéEp(oxyde) = \frac{(Ep_{Max}(oxyde)_{Mg1s,Mg2s,Mg2p} - Ep_{Min}(oxyde)_{Mg1s,Mg2s,Mg2p})}{Ep_{Moy}(oxyde)_{Mg1s,Mg2s,Mg2p}} \quad (3.1)$$

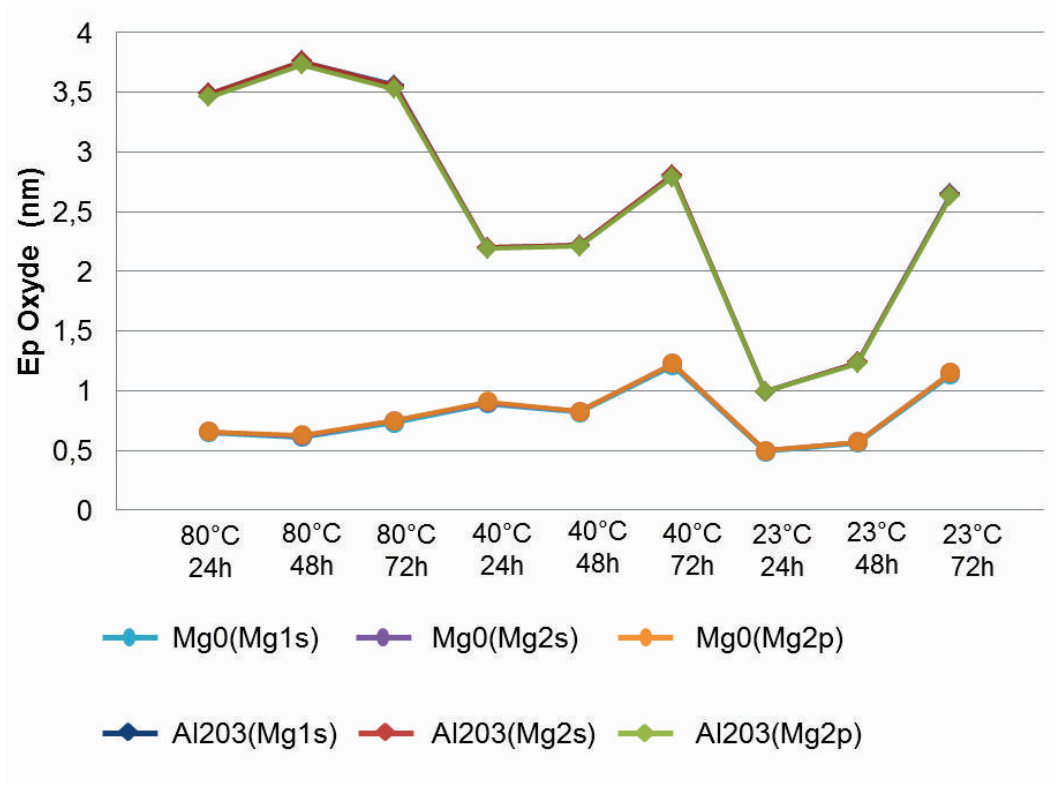
Comparativement, la variabilité maximale des épaisseurs d'oxydes calculée à partir de l'hypothèse 1 est au maximum de 7 %. Ceci nous amène à privilégier l'hypothèse 1.

La variation des épaisseurs d'oxydes moyenne (Mg1s, Mg2s, Mg2p) en fonction des 9 conditions est récapitulée annexe 7.1 et dans le graphique 3.14. Les données d'entrée des mesures réalisées par XPS sont également résumées dans l'annexe 7.1.

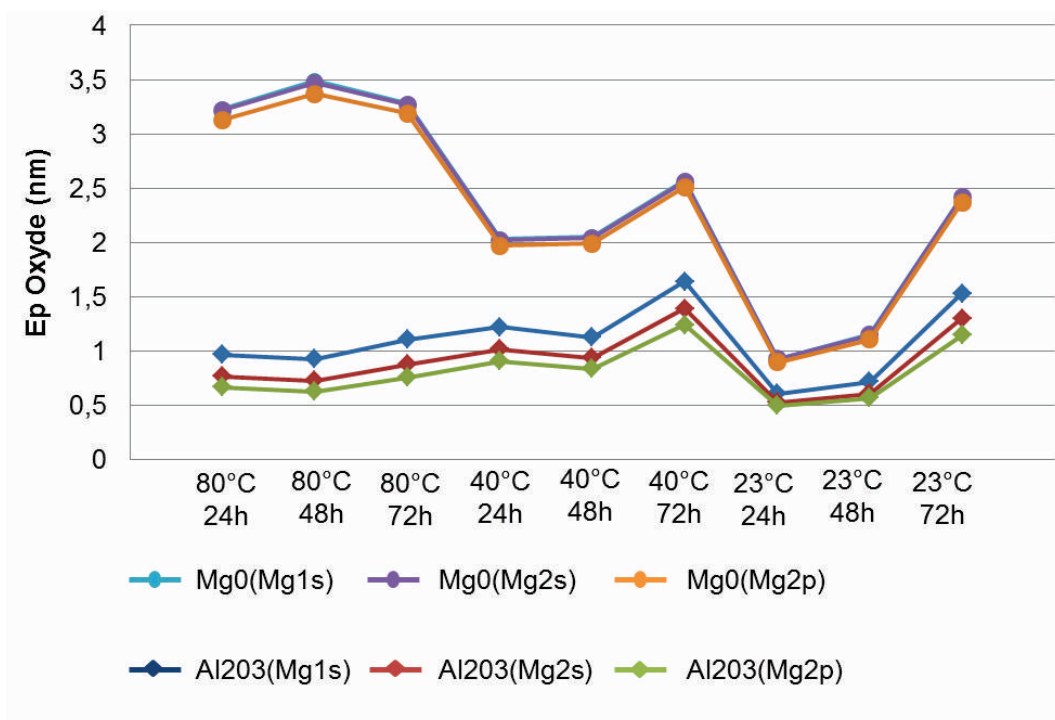
L'épaisseur de MgO est plutôt stable contrairement à celle de l' Al_2O_3 qui est en surface. Elle varie en effet entre 0,5 nm (23 °C - 24 h) et 1.22 nm (40 °C - 72 h). L'augmentation est de 140 % mais la valeur absolue reste faible. En revanche l'épaisseur d' Al_2O_3 varie de 1.05 nm (23 °C - 24 h) à 3,74 nm (80 °C-72 h). A 23 °C, l'oxyde de surface reste stable jusqu'à 48 h puis s'accroît fortement après 72 h. On observe également qu'à partir de 40 °C, la durée d'exposition est moins prépondérante. A 80 °C l'épaisseur maximale est atteinte dès 24 h (environ 3,7 nm). La cinétique de croissance de l' Al_2O_3 varie donc en fonction de la température d'exposition. Elle est rapide à 80 °C et beaucoup plus lente à 23 °C jusqu'au seuil de 48 h.

3.4.3.2 Etat de référence et étuvage classique

A partir de ces résultats et de l'hypothèse de superposition validée, l'épaisseur de l'oxyde natif des particules non conditionnées est mesurée via spectroscopie XPS et



(a)



(b)

FIGURE 3.13 – Évolutions des épaisseurs d'oxydes de MgO et d'Al₂O₃ obtenues par spectroscopie XPS suivant les trois transitions Mg1S, Mg2s, Mg2p : a) Hypothèse 1, b) Hypothèse 2

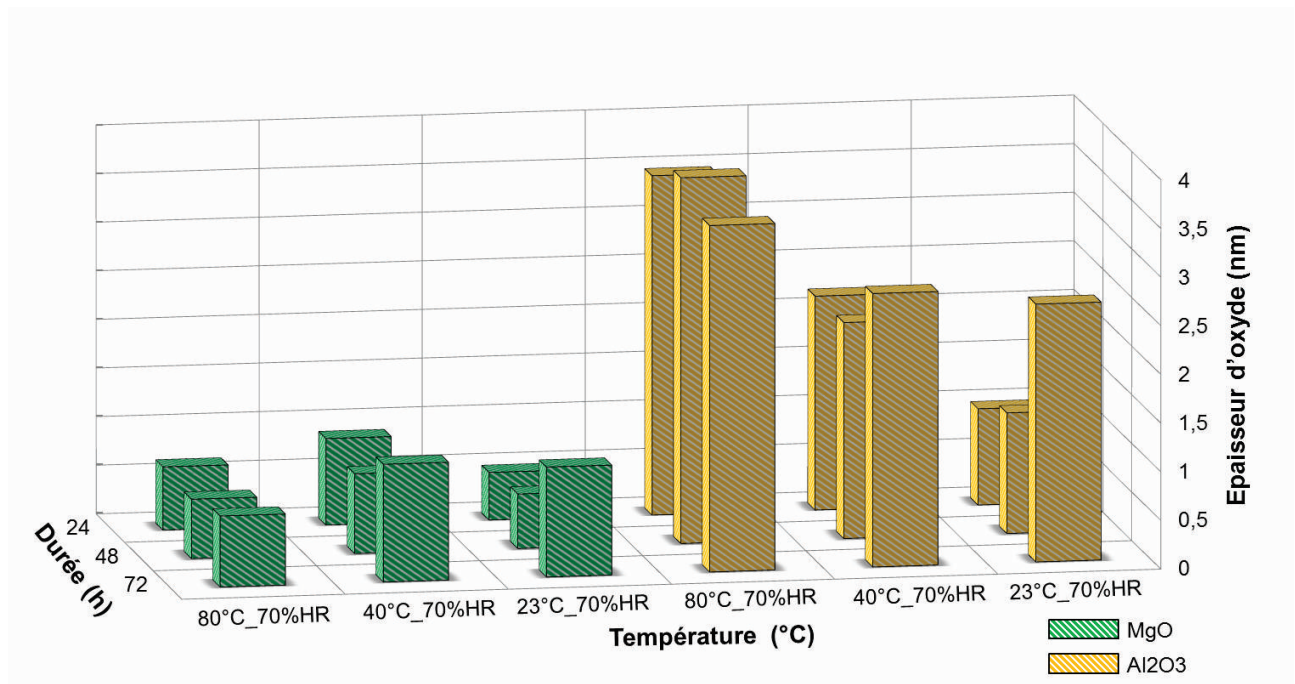


FIGURE 3.14 – Variation des épaisseurs d’oxydes de MgO et d’Al₂O₃ mesurées par XPS en fonction des conditions d’exposition en enceinte climatique

Auger. Pour la spectroscopie Auger, les transitions KLL du Mg et de l’Al sont utilisées. Les données d’entrée sont récapitulées dans l’annexe 7.2.

La poudre de référence est également étuvée 6h et 23h à 80°C, l’épaisseur des oxydes résultante est mesurée. Contrairement au conditionnement en enceinte climatique, l’étuvage est effectué dans une étuve classique sans contrôle de l’humidité et sans ventilation de la chambre. Les résultats sont récapitulés dans le graphique 3.15.

Les épaisseurs d’oxyde mesurées via XPS et Auger sont équivalentes. Les épaisseurs de MgO et d’Al₂O₃ sont respectivement de 0.58 nm et 2.13 nm par Auger et 0.77 nm et 2.01 nm par XPS. Les deux méthodes d’analyses permettent donc d’aboutir à des résultats en très bon accord. En comparaison des résultats obtenus sur les poudres conditionnées en enceinte climatique, l’épaisseur de l’oxyde d’Al₂O₃ est supérieure à celle calculée lorsque les poudres sont exposées à un taux d’humidité relatif de 70 % pendant 24 h et 48 h à 23 °C. L’épaisseur de l’Al₂O₃ à l’état initial est de 2.13 nm, elle retombe à environ 1.2 nm lorsqu’elle est soumise aux conditions citées précédemment. Pour le reste des conditions utilisées en enceinte climatique, les épaisseurs d’oxydes sont supérieures. Lorsque la poudre est exposée aux conditions les plus défavorables, c’est à dire 80 °C - 70 %HR, l’oxyde totale (Al₂O₃ + MgO) croît d’environ 70 % par rapport à l’oxyde initial de 2.8 nm.

D’autre part, l’étuvage à 80 °C n’a pas d’influence sur les épaisseurs d’oxydes que ce soit pour une durée d’exposition de 6 h ou 23 h. L’oxyde total est respectivement de 2.20 nm et 2.30 nm. Les changements rhéologiques et topographiques vus précédemment ne semblent donc pas liés à l’accroissement des épaisseurs d’oxydes.

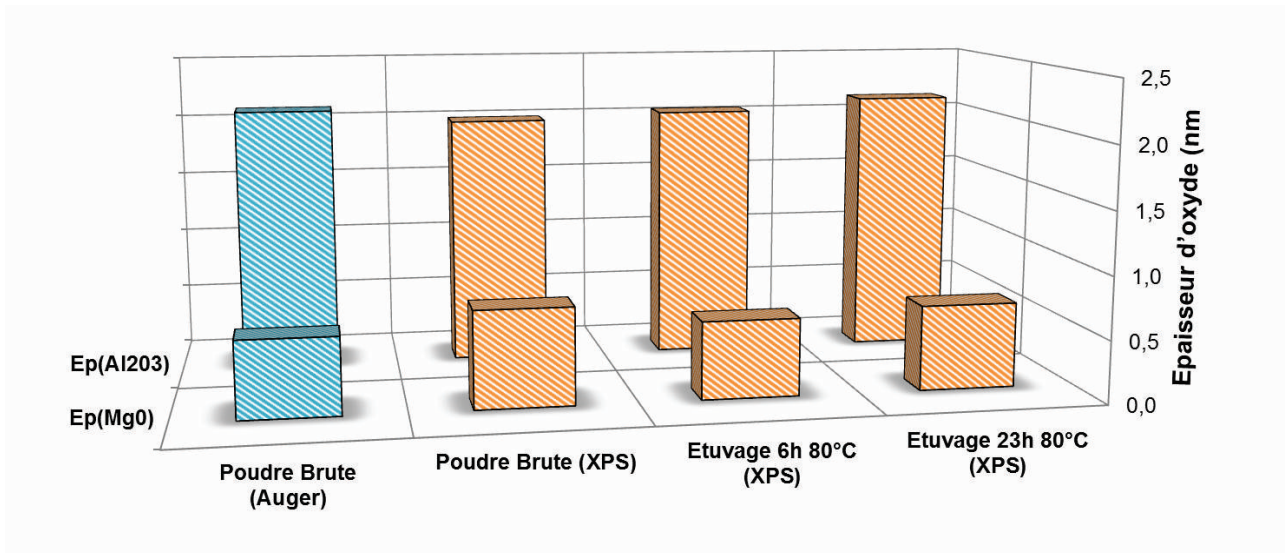


FIGURE 3.15 – Variation des épaisseurs d'oxydes de MgO et d'Al₂O₃ calculées par XPS et Auger

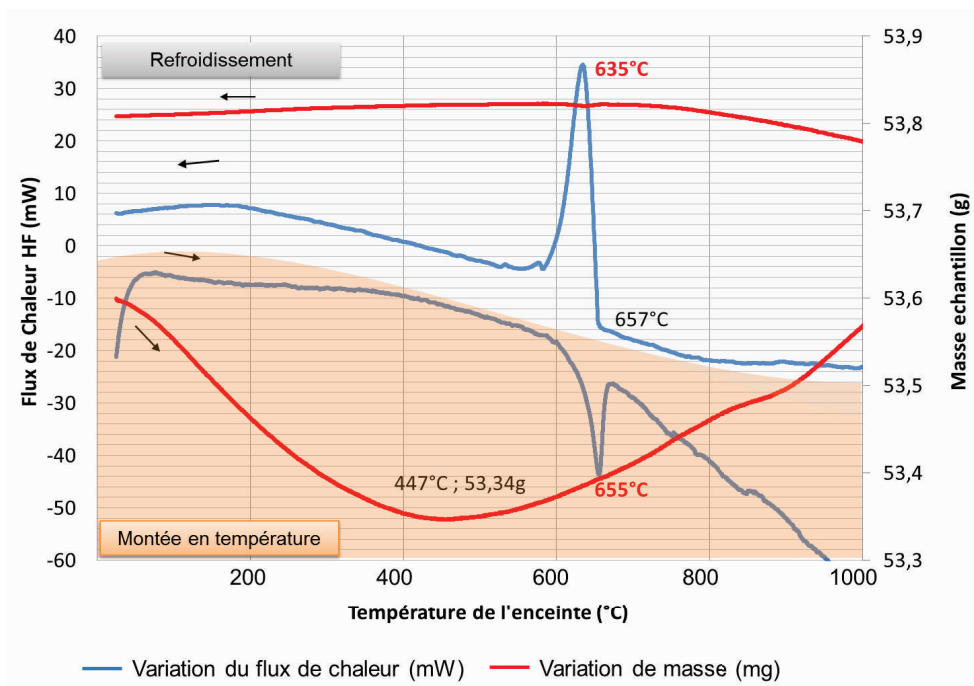


FIGURE 3.16 – Mesures ATG couplées DSC de poudres d'Al6061 à l'état brut

3.4.4 Analyse ATG couplée DSC

Afin de caractériser l'état métallurgique brut d'atomisation des poudres d'Al6061 et le taux d'humidité rémanent des particules, des analyses ATG couplées DSC sont réalisées (figure 3.16). Lors de la montée en température, les variations du flux de chaleur ne mettent pas en évidence la dissolution de phases durcissantes de

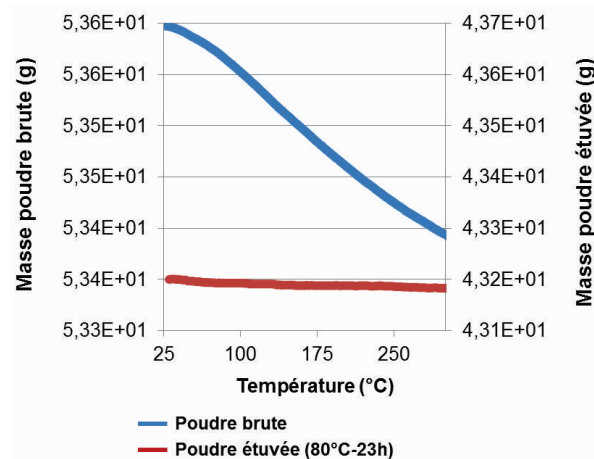


FIGURE 3.17 – Perte de masse mesurée par ATG entre la poudre brute et étuvée à 80 °C pendant 23 h

type Mg₂Si. Contrairement aux essais réalisés par Vincent et al [156] sur un alliage d'Al6061 conventionnel après homogénéisation, aucun pic endothermique autour de la température de solidus n'est observable. Les pics endothermiques ou exothermiques qui pourraient correspondre à la dissolution ou à la précipitation des zones GP (autour de 110 °C) ou des phases β'' et β' ne ressortent pas [225]. L'unique pic endothermique visible coïncide avec la température de liquidus à 650 °C. La vitesse de refroidissement lors de l'atomisation au gaz est probablement trop importante pour que la précipitation des phases durcisantes Mg-Si soit initiée. La très forte dissolution du Mg-Si dans la matrice et la vitesse de montée en température trop élevée lors des mesures DSC ne permettent pas non plus d'initier cette transformation.

Concernant la courbe de refroidissement, un seul pic exothermique est également visible à 635 °C, il concorde avec la température de solidus.

Concernant les mesures ATG, la perte de masse entre la température ambiante et 450 °C est de 0.26 g. Après 450 °C l'augmentation de la masse est la conséquence de la réaction de la poudre avec le creuset en alumine. La couche d'oxydes des particules a réagi avec celle du creuset.

En faisant l'hypothèse que la masse désabsorbée jusqu'à 450 °C est uniquement de l'humidité évaporée, le taux d'humidité rémanent et le volume de dihydrogène est estimable [226]. Dans notre cas de figure le taux d'humidité est par conséquent de 0.5 %. A partir de la masse molaire de l'eau de 18 g/mol, le nombre de moles d' H_2O est estimé à 0.0014 moles et celui d'hydrogène à 0.0028 moles. Le volume d'hydrogène calculé à partir de sa masse molaire et volumique est ainsi de 0.39 mL. Hors comme l'a décrit Weingarten et al. [128] la solubilité de l'hydrogène dans l'aluminium à la température de fusion est de 0.7 ml/100g. Si l'on considère que l'ensemble de ce dihydrogène est absorbé par le bain de fusion alors le taux atteint est de 0.73 ml/100g. Il est égal à la limite de solubilité. Cependant l'ensemble du dihydrogène provenant des particules n'est pas pris en compte puisque celui des cavités internes n'est pas estimé. De plus lors de la formation du cordon de fusion, l'hydrogène est concentré au front de

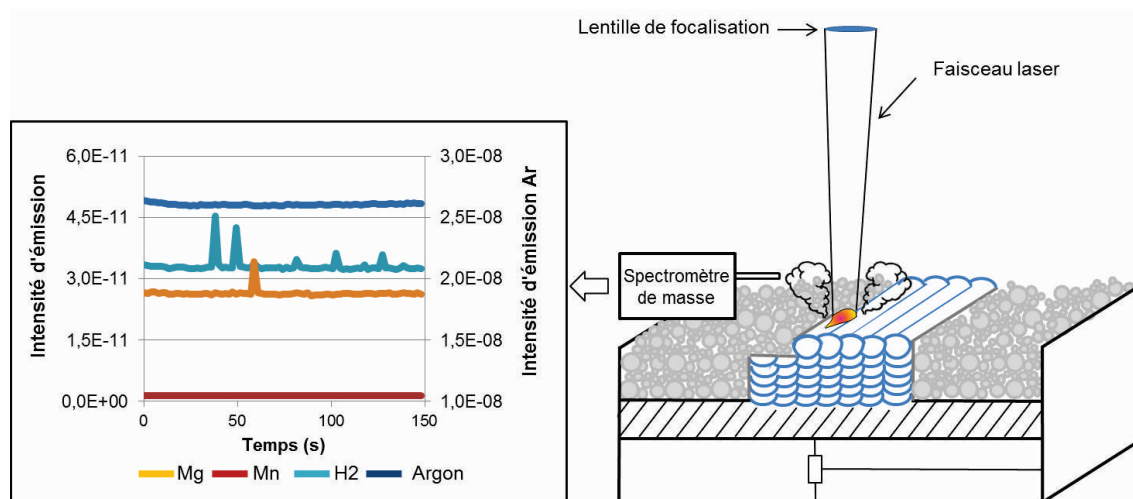


FIGURE 3.18 – Représentation schématique de la méthodologie de mesure de la composition chimique des fumées dégagées et graphe caractéristique obtenu après chaque campagne de tirs

solidification. La densité volumique en dihydrogène lors de la fusion est probablement plus élevée que celle estimée ici.

Des mesures ATG sont également réalisées avec de la poudre étuvée à 80 °C pendant 23 h (sans contrôle du taux d'humidité). Le laps de temps entre la sortie de l'étuve et la mesure est de l'ordre d'une heure. Les mesures ATG sont effectuées entre 30 °C et 300 °C pour éviter que les poudres réagissent avec le creuset. Les résultats obtenus sont comparés à ceux de la poudre brute figure 3.17. La perte de masse entre 30 °C et 300 °C de la poudre brute est de l'ordre de 0.4 %. Celle de la poudre étuvée chute à 0.04 % soit 10 fois moins. On constate donc que l'étuvage, dans une enceinte non ventilée et sans protection gazeuse, a un effet non négligeable sur la désabsorption en humidité rémanente.

3.4.5 Éléments sublimés lors de l'interaction laser/matière

Afin de confirmer la prédominance de l'humidité rémanente dans la formation des porosités sphériques, la composition chimique des fumées dégagées lors de l'interaction laser/matière est mesurée par spectromètre infrarouge (figure 3.18). Une série d'une dizaine de cordons de 40 mm de longueur est réalisée à environ 5 mm du tube d'aspiration du spectromètre IR. Chaque sur-intensité identifiée par élément est représentative d'un passage du spot laser. Les éléments détectés sur les différentes séquences de mesure sont l'argon ($M_a = 40$ u), qui provient de l'atmosphère de l'enceinte, le dihydrogène ($M_a = 2$ u) et le magnésium ($M_a = 28$ u) (figure 3.18). Ces résultats sont cohérents avec ceux obtenus par Louvis et al. [14] et Kempen et al. [168]. Les variations de magnésium ne sont en revanche pas détectées à chaque passage de laser. Il est probable que malgré le chauffage du tube d'aspiration, la magnésium et les autres éléments plus lourds, condensent sur les parois. Les sur-intensités mesurées sont néanmoins très importantes ce qui quantitativement indique qu'une forte densité de magnésium est sublimée.

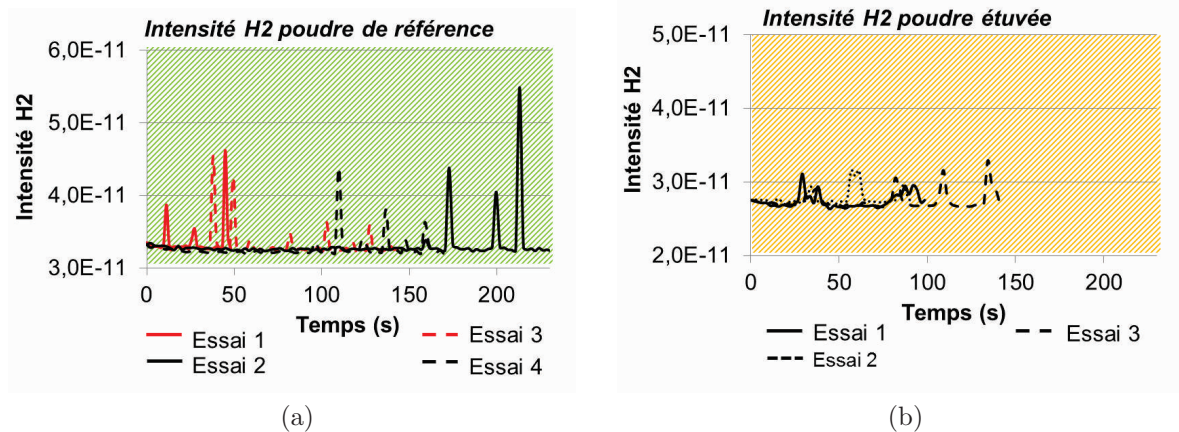


FIGURE 3.19 – Variations de l'intensité du dihydrogène dans les fumées dégagées mesurées par spectromètre IR pour des poudres a) bruts et b) étuvées

Concernant le dihydrogène, à chaque passage du laser un pic de sur-intensité est visible. Ces mesures sont réalisées sur deux types de poudres avant et après étuvage (figure 3.19). Il est mis en évidence que l'intensité du dihydrogène après étuvage à 80 °C pendant 23 h est très fortement réduite. Après étuvage elle est au maximum de $0.091 \cdot 10^{-11}$, elle est ainsi réduite de moitié par rapport à la poudre brute. La variabilité des intensités des pics est due à l'inhomogénéité de l'épaisseur de la couche de poudres. Plus l'épaisseur est importante et plus la quantité de fumée dégagée est élevée. Le dihydrogène étant le seul gaz mesuré autre que l'argon, il est très probable qu'il soit, comme l'indique Kempen [168], la source de la formation des porosités. L'effet de l'étuvage sur l'humidité rémanente est très nette, comme l'indique la baisse des intensités de l'hydrogène entre la poudre de référence et la poudre étuvée.

3.5 Discussions

3.5.1 Forces prépondérantes sur la coulabilité des poudres

3.5.1.0.1 Poudres Fines ($-45 \mu\text{m}$) / Poudres Grossières ($+45 \mu\text{m} - 75 \mu\text{m}$)

Le tamisage à $45 \mu\text{m}$ d'un lot de poudre de référence a permis d'analyser de façon distincte le comportement rhéologique des particules fines et grossières. On constate que les forces de friction sont plus importantes pour les particules grossières. Ce résultat est cohérent avec les analyses au morphogranulomètre, puisque à l'issue du procédé d'atomisation, plus le diamètre équivalent des particules est élevé et plus leur morphologie est irrégulière. Ainsi plus les particules sont grosses et plus les forces de friction interparticulaires sont importantes, ce qui est en accord avec les hypothèses de Gurtler et al. [124].

Après étuvage, les forces de friction des poudres grossières sont stables. Comme cela a été vu précédemment, ce pré-traitement agit uniquement sur le taux d'humidité

rémanent, l'oxyde formé à la surface est stable. La variation du taux d'humidité est donc négligeable par rapport aux effet de frictions des poudres grossières.

Dans le cas des particules fines, les forces de friction augmentent de l'ordre de 10-15 %. L'humidité rémanente à donc un effet favorable sur les forces de friction des particules fines. L'humidité joue là un rôle de lubrifiant naturel.

Concernant les forces de cohésion on constate qu'elles sont plus importantes dans le cas des poudres fines, de l'ordre de 300 %. L'humidité rémanente forme des ponts capillaires entre les particules. Ce phénomène est exacerbé lorsque les poudres sont fines puisque leur surface spécifique est élevée. L'effet est donc double par rapport aux particules grossières, elles sont plus sensibles à l'enrichissement et ont également plus de difficultés à faire face à cette force de cohésion puisque leur masse est faible. L'étuvage est donc très favorable pour réduire les forces de cohésion des particules fines, elles sont réduites de 50 à 80 %.

Pour les particules grossières, l'humidité rémanente semble en revanche favorable concernant les forces de cohésion. En effet, elles augmentent en moyennes de quelques % après étuvage. Du fait de la désorption du film d'humidité rémanent il est possible que l'accroissement des surfaces de contact entre particules grossières favorise les forces de van der Waals. Cet effet reste cependant restreint, puisque la variation de l'indice de coulabilité globale f_{fc} est de quelques % en moyenne entre poudre brute et étuvée.

Finalement on constate que les valeurs de σ_1 , qui correspondent à la contrainte principale de consolidation, sont proches entre les différents lots. Ce qui les dissocie au niveau de l'indice de coulabilité f_{fc} est la variabilité de la contrainte principale de cohésion. Cette variation est la plus marquée dans le cas des poudres fines, c'est à dire lorsque l'effet des ponts capillaires est le plus fort.

3.5.1.0.2 Lots de poudres stockés à la surface et au fond du fût

Sur les lots de poudres initiaux prélevés à la surface et au fond du fût, les résultats obtenus sont cohérents concernant l'effet du stockage mais plus surprenant en ce qui concerne l'étuvage. La poudre stockée en haut du fût est plus cohésive du fait de la plus forte densité en particules très fines. Plus les poudres sont petites et plus leur cohésion est élevée sous l'effet des ponts capillaires. Leur plus grand nombre dans le lot stocké en haut du fût agit donc de façon néfaste sur la coulabilité. Ces résultats sont cohérents avec ceux obtenus lors du calcul des indices de Carr et d'Hausner.

L'étuvage semble en revanche détériorer la coulabilité. Les forces de friction sont stables tandis que celles de cohésions augmentent. Ce comportement se rapproche de celui observé sur les particules grossières. Dans un lot de poudre industriel, on constate ainsi que les particules supérieures à 45 μm semblent les plus influentes sur le comportement rhéologique lors de l'étuvage. Les agrégats de particules fines sont cassés sous l'effet de l'évaporation de l'humidité. Cependant l'augmentation probable des forces de van der Waals qui agissent sur les particules grossières dominant. L'ensemble des résultats obtenu lors des analyses rhéologiques sont récapitulés figure 3.20 (les valeurs indiquées sont les moyennes des différentes campagnes menées).

Globalement ces résultats sont cohérents avec les premières constatations de Cordova et coll. [226]. Ils ont démontré que les poudres d'aluminium sont très sensibles à l'absorption de l'humidité et donc à la formation de ponts capillaires en comparaison aux poudres d'Inconel ou de TA6V.

Cordova a également démontré qu'une poudre d'aluminium d'AlSi12 analysable au débimètre de Hall ne l'était plus lorsque qu'elle est exposée à 80 % d'humidité relative pendant 72 h à la température de 50 °C. Le taux d'humidité calculé par une méthode similaire à la nôtre est de 0.12 %. L'hypothèse de l'effet de l'humidité sur la coulabilité est ainsi vérifiée.

Dans le cadre de ces travaux, il est démontré que la réduction de l'humidité relative sous l'effet de l'étuvage est plutôt néfaste sur la coulabilité des poudres issues d'un lot industriel. Le taux d'humidité rémanent calculé sur la poudre brute est de 0.4 % et sur celui du lot étuvé de 0.04%. On peut ainsi envisager qu'une valeur seuil du taux d'humidité existe, à partir de laquelle l'humidité n'est plus favorable sur la coulabilité d'un lot de poudre industriel.

3.5.2 Formation des porosités sphériques

Comme l'a indiqué Weingarten [128] les porosités gazeuses semblent bien constituées majoritairement de dihydrogène. L'analyse par spectromètre de masse des fumées dégagées lors de l'interaction laser/matière a en effet mis en évidence la forte prédominance du dihydrogène. On peut supposer que le dihydrogène n'est pas complètement vaporisé mais en partie absorbé par la matrice. La limite de solubilité étant dépassée au front de solidification, des porosités sont ainsi formées. Parmi les différentes hypothèses formulées dans la littérature [128], [127], la source principale de dihydrogène est probablement l'humidité rémanente.

En effet, les analyses XPS ont démontré une relative stabilité de l'oxyde d'aluminium et de magnésium lorsque les poudres sont soumises à des environnements riches en humidité et à hautes températures. En comparaison les variations du taux d'humidité mesurées par ATG sont relativement importantes lorsque la poudre est chauffée. On peut donc conclure que l'humidité est le facteur prépondérant sur la formation de porosités riches en dihydrogène.

En revanche l'étude des pics d'Al2p par XPS ne permet pas de détecter un potentiel changement de nature de l'oxyde. L'oxyde en surface d' Al_2O_3 de type amorphe peut effectivement s'hydrater et donc devenir une nouvelle source potentielle en dihydrogène [131], [199]. Les travaux récents de Li et al. [130] ont malgré tout établi que l'étuvage ne modifie pas la nature de l'oxyde. Leur étude, basée sur l'analyse par XPS d'une poudre d'AlSi12 étuvée à 100°C pendant 1h, a en effet démontré que la contribution principale aux variations du pic d'01s est l'humidité rémanente. La contribution de l'hydroxyde d'aluminium reste stable. On peut ainsi faire l'hypothèse que l'oxyde ne change pas ou très peu de nature lors d'étuvage à des températures inférieures à 100°C.

Enfin les résultats des analyses ATG ont mis en évidence que l'étuvage est particulièrement efficace sur la désorption des molécules d'eau. Une poudre étuvée préalablement au lasage a donc une faible probabilité de former des porosités lors de l'édification ; A condition évidemment que le laps de temps entre ce pré-traitement et

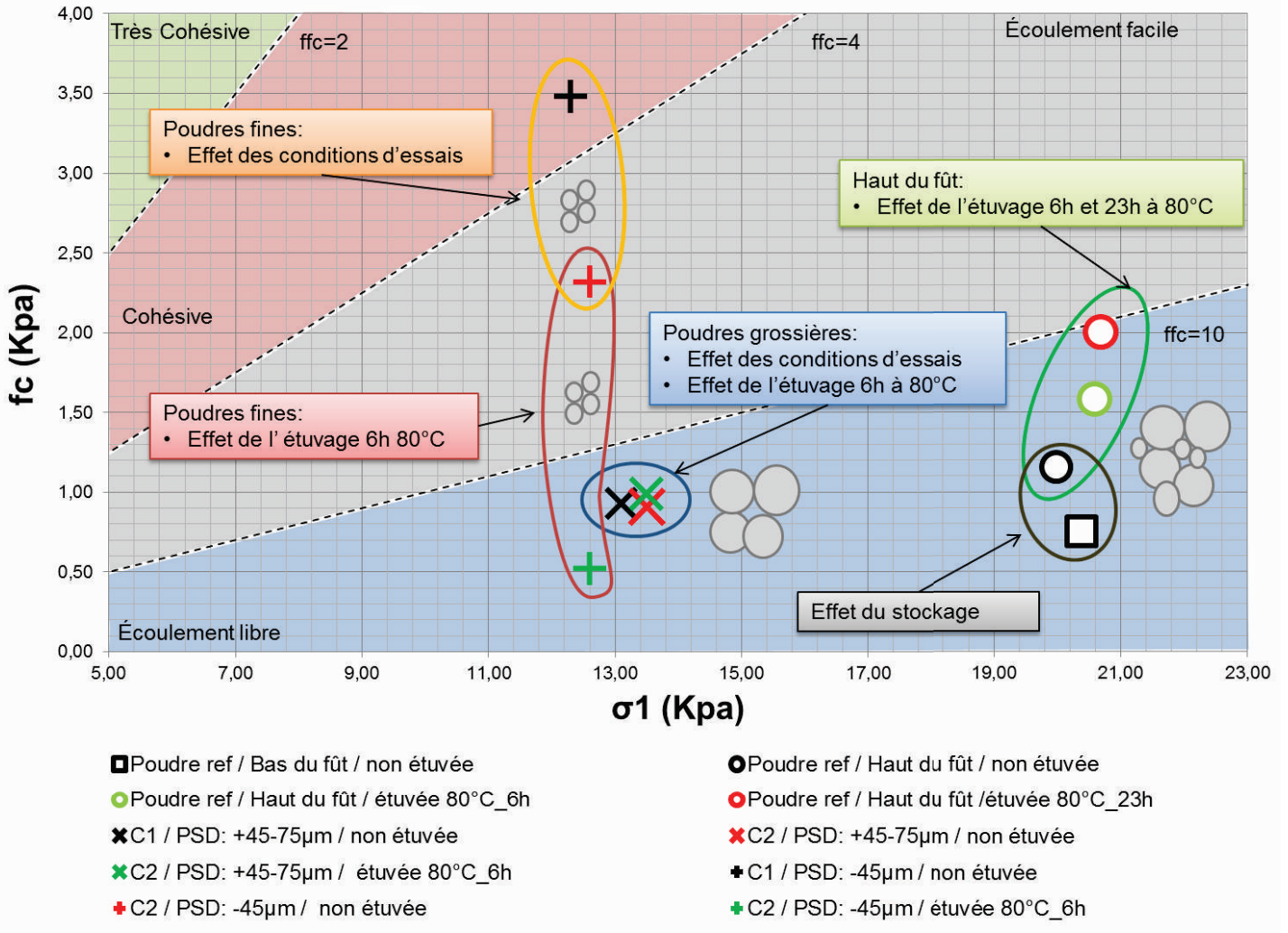


FIGURE 3.20 – Comportement rhéologique des différents lots de poudres analysés au cours de cette étude

le lasage soit suffisamment court pour que le ré-enrichissement en humidité ambiante soit minime.

3.5.3 Stockage et transport des particules

Sous l'effet des différents chocs et vibrations générés lors du transport, les poudres sont ségréguées au sein d'un même conteneur. Les particules fines comprises entre 3 μm et 9 μm et les plus grossières supérieures à 30 μm se concentrent au fond du fût. Du fait des forces de gravité, les plus grosses particules "tombent" dans le bas du récipient de livraison. Sous l'effet des ponts capillaires les particules fines s'agglomèrent, comme le démontrent les images au microscope électronique à balayage (figure 3.8). Ce phénomène de grappe génère ainsi des macro-particules qui ségrègent de la même façon que les poudres grossières monolithiques. Cette cohésion est en revanche fortement diminuée lorsque les poudres sont étuvées. Contrairement aux conclusions de Krantz [122] les forces de van der Waals ne semblent pas être les plus influentes sur les particules très fines.

En termes de granulométrie par répartition volumique, la répartition entre les deux zones est différente. La granulométrie de la poudre prélevée à la surface est mono-modale tandis que celles stockées au fond est bi-modale. Contrairement aux données avancées dans la littérature [117] [13], la densité tassée et apparente n'est pas plus élevée lorsque la répartition est bi-modale, en tout cas lorsqu'elle est exprimée en volume. Les résultats par pycnométrie hélium indiquent en revanche que la densité brute des particules est plus élevée en haut du conteneur. Ce résultat est cohérent avec les analyses granulométriques, puisque les poudres grossières qui sont les plus poreuses ségrègent au fond du conteneur.

Les résultats obtenus par rhéomètre FT4 et les valeurs des indices de Carr [186] et Hausner [189], indiquent quant à eux que les poudres prélevées à la surface ont une moins bonne coulabilité que celle stockée au fond. La répartition volumique bi-modale est plus favorable que celle mono-modale. Les très grosses particules mélangées à des fines influencent de façon positive la coulabilité des poudres contrairement à une répartition plus recentrée, ce qui est en opposition avec les hypothèses de Castellanos [123]. D'après la classification de Jenike [181], les poudres rentrent en revanche dans la même catégorie.

Globalement on constate donc que le transport a un réel impact sur la répartition granulométrique, mais que cet écart n'influence pas de façon majeure la coulabilité des poudres ni leur densité tassée et apparente. Ces variations de coulabilité restent cependant à mettre en perspective avec les différents moyens de mise en couche. Il est très probable que cet écart soit peu influent sur des machines équipées de rouleau mécanique. Dans ce cas, il ne semble pas nécessaire de reconditionner les poudres avant leur utilisation. Pour des machines équipées de raclette cela doit être démontré.

3.6 Conclusion

On constate finalement que l'évolution du comportement rhéologique des poudres est lié principalement à l'évolution des forces de cohésion. Les ponts capillaires formés par l'humidité rémanente et les forces de van der Waals sont prédominants sur la coulabilité des poudres. Les premiers agissent sur les plus fines particules tandis que les seconds

semblent influencer sur les plus grossières.

Le taux d'humidité rémanent est le facteur prépondérant sur le comportement rhéologique d'un lot de poudre industriel. Au dessus de 0.4 % d'humidité, les ponts capillaires prennent le dessus sur le comportement des poudres et donc altèrent leur comportement. En dessous de ce taux ($\simeq 0.04$ %), il est probable que la réduction des films d'humidité autour des particules grossières favorise les forces de van der Waals et de friction et donc réduisent également la coulabilité des poudres. Les valeurs des taux d'humidité critiques et le seuil optimal doivent encore être précisés.

Concernant la formation de porosités sphériques, il est établi que la source principale de dihydrogène est l'humidité rémanente des particules. Réduire au plus bas ce taux permet ainsi de maximiser les propriétés mécaniques des pièces édifiées en fabrication additive SLM. L'oxyde natif est stable et ne varie pas d'épaisseur et ce, même lorsque les poudres sont soumises à des conditions d'humidité et de température élevées représentatives de leur cycle de vie.

Enfin le transport et le mode de stockage agissent sur la granulométrie des poudres. La répartition volumique et en nombre des particules est ainsi différente entre les zones opposées d'un fût de 20 L. Sous l'effet des ponts capillaires les particules comprises entre 3 et 10 μm constituent des grappes. Macroscopiquement elles forment des particules grossières qui chutent au fond du conteneur, tout comme les grains monolithiques supérieurs à 30 μm . Cet effet pourrait être annihilé si le mode de stockage est modifié. On peut ainsi imaginer une protection des poudres sous-vide ou sous gaz neutre pour évacuer l'humidité au moment du conditionnement et limiter son apparition lors du transport.

Cette disparité impacte raisonnablement le comportement rhéologique des poudres. On peut donc supposer que pour un système de mise en couche peu sensible tel qu'un rouleau mécanique, cette variation n'influence pas la densité du lit de poudre. Pour des systèmes plus sensibles, comme les raclettes, cela reste à vérifier.

Finalement l'étuvage en enceinte non ventilée et sans protection gazeuse à des températures inférieures à 100 °C paraît nécessaire pour maximiser les propriétés des pièces édifiées.

CHAPITRE 4

Mise en oeuvre par procédé SLM

Sommaire

4.1	Introduction	148
4.2	Problématiques	148
4.3	Objectifs	149
4.4	Résultats	150
4.4.1	Analyse microstructurale initiale	150
4.4.2	Effet de la paramétrie d'édification et des traitements thermiques	159
4.4.3	Ajout d'élément germinant	177
4.5	Discussions	192
4.5.1	Al 6061	192
4.5.2	Al 6061 avec ajout de zirconium	195
4.6	Conclusion	198

4.1 Introduction

La mise en oeuvre d'alliage d'aluminium de la série 6XXX par fabrication additive SLM est peu abordée dans la littérature scientifique. En 2016 (au début de cette thèse) seule une étude expérimentale était publiée par Louvis et al. [14] consacrée à l'analyse des voiles d'oxydes et à la formation des porosités sphériques. Ce n'est que récemment que des travaux ont été menés sur l'édification de ce type d'alliage [56] [40]. De par la forte processabilité des alliages de la série 4XXX, grâce notamment à la forte teneur en silicium, les études sur l'influence des poudres et des paramètres d'entrée sur la microstructure et les propriétés mécaniques se sont concentrés sur cette série [36], [172], [97], [171]. Il y a donc très peu d'études qui portent sur les alliages sensibles à la fissuration à chaud.

Cependant les alliages de la série 6XXX et plus particulièrement la nuance 6061 est nécessaire pour la conception d'équipements électroniques dédiés à l'aéronautique. En effet, contrairement aux autres alliages d'aluminium tel que les 4XXX, ils sont parfaitement adaptés aux contraintes fonctionnelles de ce type de produit. A l'état T6, ils sont compatibles avec les procédés d'oxydation anodique dure (nommée par la suite OAD), et leur conductivité thermique (>160 W.m/K) et allongement à la rupture (jusqu'à 10%) sont élevés. Ces caractéristiques sont essentielles pour les applications anémobarométriques.

4.2 Problématiques

La premier verrou concerne l'absence de plage de paramètres d'édification viable pour la mise en oeuvre de la nuance 6061. Des campagnes de recherches paramétriques sont donc nécessaires pour être en capacité de construire des échantillons. Dans un premier temps le critère d'étude est la densité matière, à partir de 99% les paramètres correspondants seront jugés comme viables. L'étude doit également aboutir à une paramétrie stable permettant de réaliser des volumes représentatifs de produits finis. Les analyses microstructurales seront effectuées sur des géométries qui se rapprochent des sections moyennes des produits visés. En effet, comme l'ont démontré Delroisse et al. [54] la section et l'orientation des volumes construits agissent directement sur la microstructure des alliages d'aluminium (figure 4.1).

Comme l'ont indiqué Kah et al. [160], les alliages de la série 6XXX sont sensibles au phénomène de fissuration à chaud lorsque la vitesse de refroidissement est élevée (ex : soudage laser ou à l'arc). Si ce phénomène est avéré lors du processus SLM, la problématique sera d'identifier les leviers qui pourraient l'annihiler. La genèse de ce phénomène est détaillée dans la littérature, en revanche les facteurs microstructuraux influant, obtenus en fabrication SLM, ne sont pas connus.

Ces leviers peuvent être à la fois paramétriques ou bien au niveau de la composition chimique de l'alliage. Pour le premier, la recherche du domaine de validité servira de vecteur pour appréhender l'influence des réglages machines sur la microstructure de l'alliage et donc sur la fissuration à chaud. Pour le second, le changement de teneur ou l'ajout d'éléments peut également aboutir à des modifications microstructurales. Ces

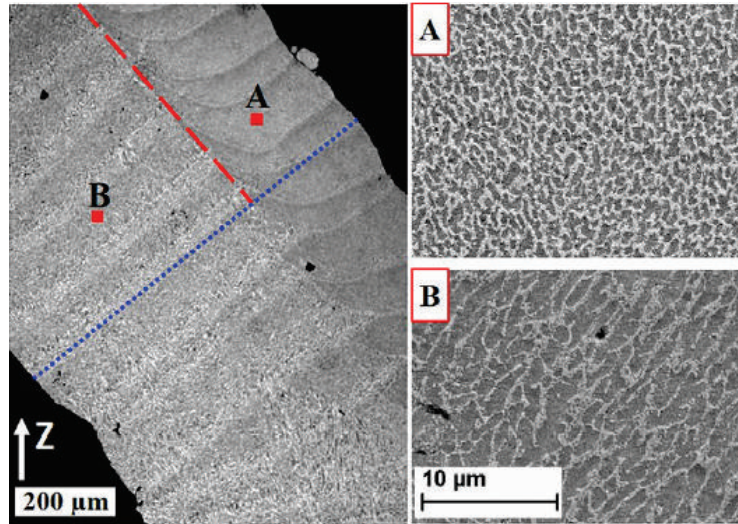


FIGURE 4.1 – Micrographie optique et par microscope à balayage du gradient de microstructure observée sur un alliage d'aluminium AS10 [54]

modifications seront bornées aux contraintes et bénéfices de l'alliage standard. Elles ne doivent pas modifier la compatibilité du matériau à l'OAD ou ses propriétés de conduction thermique et électrique.

4.3 Objectifs

Les travaux relatifs à ce chapitre ont pour objectifs principaux :

1. De définir une plage de paramètres viable pour l'étude microstructurale de l'alliage. Au vue de la multiplicité des facteurs machines agissant sur l'interaction laser/matière, l'exploration du domaine de validité devra être réalisée à partir de plan d'expérience. La résolution de plan complet par régression linéaire est retenue afin d'établir une paramétrie optimale en termes de densité matière et microstructurale.
2. De caractériser la microstructure du matériau obtenue par fabrication additive SLM. Les aspects abordés pourront être la taille et la morphologie granulaire, l'orientation cristallographique macroscopique et microscopique, les effets de ségrégation ou encore l'identification des précipités nanométriques formés.
3. D'identifier des leviers permettant d'annihiler le phénomène de fissuration à chaud, s'il est avéré. Ces leviers pourront être à la fois de nature paramétrique ou axés sur la composition chimique de l'alliage. La recherche de paramètre permettra ainsi de mieux appréhender l'effet des réglages machines sur la microstructure et donc sur les propriétés mécaniques et physiques du matériau. Si les modifications chimiques sont nécessaires, il conviendra de définir une méthode pour déterminer les seuils de composition agissant sur la fissuration à chaud.

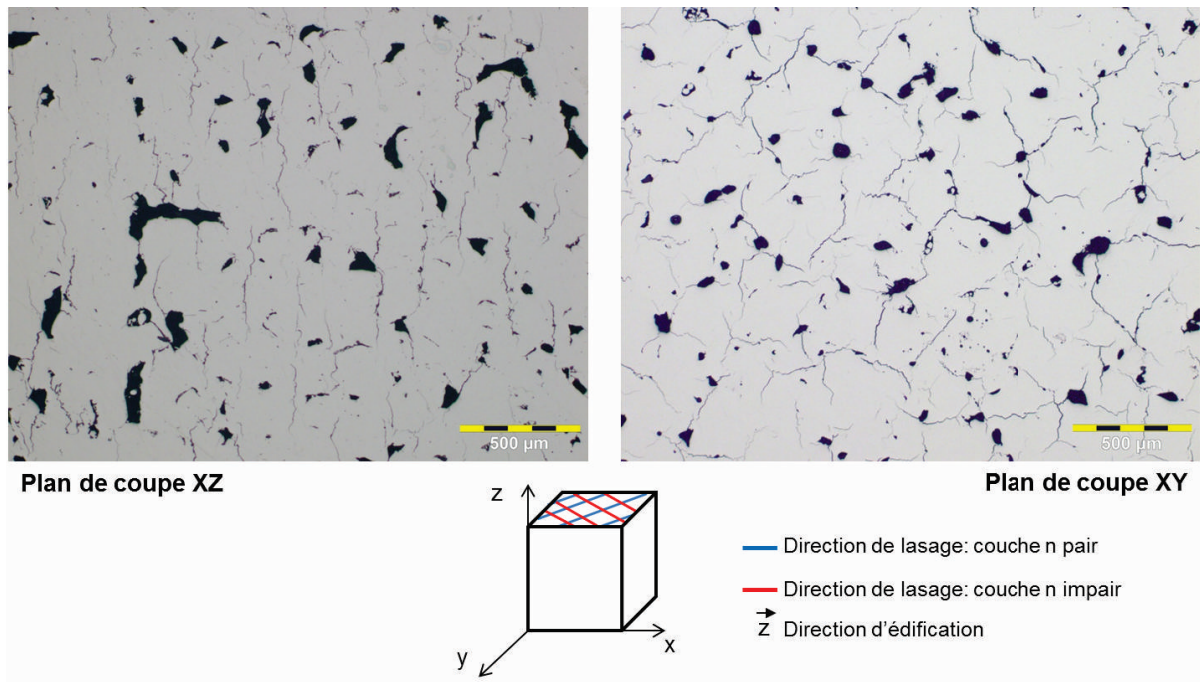


FIGURE 4.2 – Analyse au microscope optique après polissage de premiers échantillons d’Al6061 édifiés par SLM

4.4 Résultats

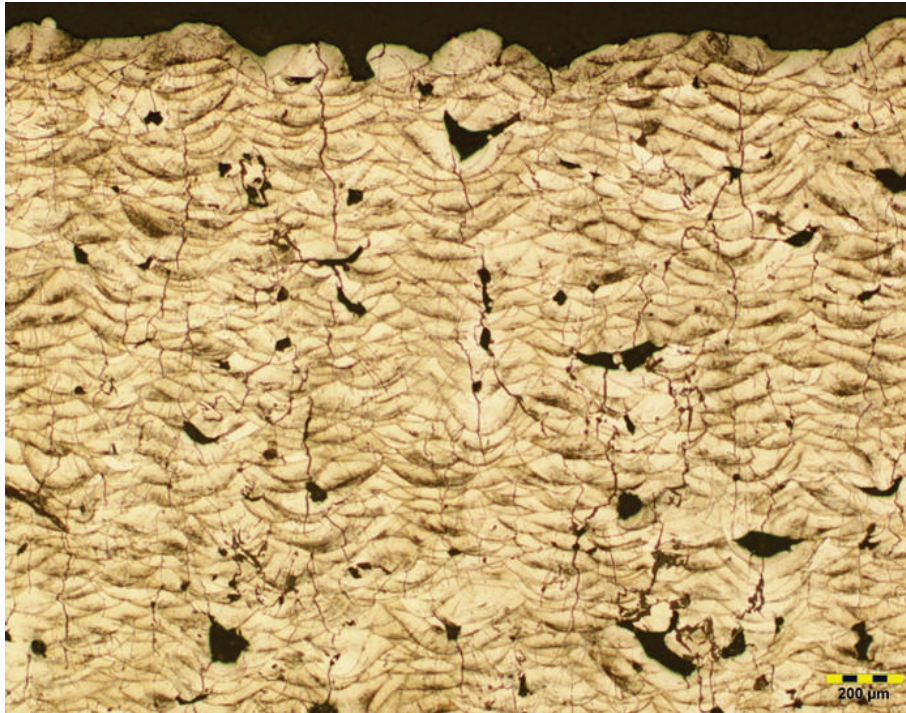
4.4.1 Analyse microstructurale initiale

A l’exception de l’analyse initiale illustrée figure 4.2, l’étude microstructurale et de texture est réalisée sur une paramétrie optimisée dont la stratégie d’obtention est présentée en section 4.4.2.1 :

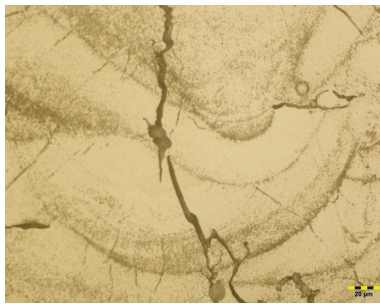
- $P=285$ W
- $V=2100$ mm/s
- $E_v=70$ µm
- $E_{pC}=30$ µm
- Stratégie lasage : A/R

Préalablement un premier lot d’échantillon est produit, à partir des paramétries d’édification proposées dans les différentes publications portant sur les alliages de fonderie de type AS7 et AS10 [99] [168] [126] [128]. Cette première fabrication a pour objectif de fournir un état des lieux de la santé matière initiale de l’Al6061 obtenue en fabrication SLM. Les paramètres utilisés sont mis en oeuvre pour une stratégie de lasage en aller-retour, et orientée à 90° entre les couches paires et impaires. L’épaisseur de couche est de 30 µm pour un taux d’oxygène réglé à 500 ppm. La puissance laser est de 150 W et la vitesse d’avance de 400 mm/s. L’écart vecteur est de 130 µm. La densité d’énergie, calculée à partir de la formule 1.4, est de 100 J/mm³.

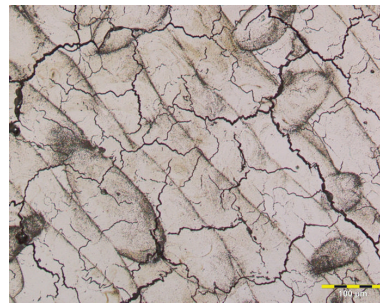
Les échantillons contiennent de porosités irrégulières grossières (quelques centaines



(a)



(b)



(c)

FIGURE 4.3 – a) Section d'Al6061 dans le plan (XZ) après attaque au réactif de Keller ; Images à plus fort grossissement : b) dans le plans (XZ) et c) dans le plan (XY)

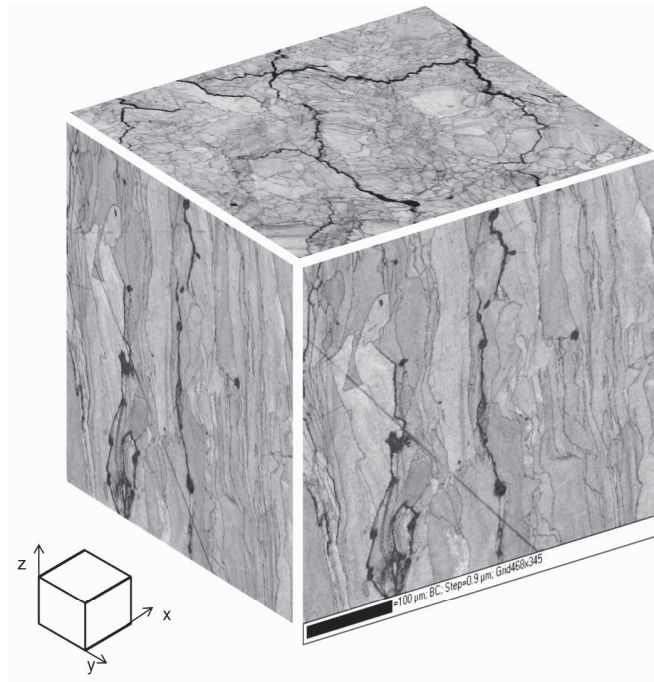


FIGURE 4.4 – Représentation 3D en contraste de bande des zones analysées par EBSD

de microns) symptomatiques d'une paramétrie non optimale (figure 4.2). On perçoit également la formation de porosités sphériques beaucoup plus fines, de quelques microns, liée à la présence de dihydrogène. En termes de répartition, les porosités irrégulières sont présentes en plus grand nombre. La forme de ces porosités change également en fonction de la direction d'analyse. Enfin contrairement aux alliages de fonderie, des fissures de plusieurs centaines de microns de longueur sont visibles dans les deux plans de coupes (figure 4.2). Ces fissures sont orientées verticalement dans le plan (XZ), orthogonal au plateau de fabrication, et traversent jusqu'à une dizaine de couches. Comme cela a été démontré par Uddin et al. [40] la surface est faïencée dans le plan (XY). Les images au microscope optique obtenues après attaque au réactif de Keller mettent en évidence une répartition désordonnée des cordons de lasage (figure 4.3). Cette répartition est une nouvelle fois représentative d'une paramétrie d'édification peu stable. En revanche dans le plan (XZ), les fissures semblent se former et se propager dans le centre des cordons de lasage (figure 4.3b). Dans le plan (XY) les fissures sont orientées suivant deux directions principales perpendiculaires l'une par rapport à l'autre. La distance des fissures parallèles est équivalente à celle de l'écart vecteur soit environ $70 \mu\text{m}$. (figure 4.3c). Tout comme les alliages d'aluminium de fonderie ou de la série 7XXX [77], la macrostructure est ellipsoïdale dans le plan horizontal et demi-cylindrique dans le plan vertical de construction. Vue de face la largeur d'un cordon est d'environ $150 \mu\text{m}$ pour une profondeur de $70 \mu\text{m}$. Par rapport au diamètre de spot théorique de $240 \mu\text{m}$, la largeur du cordon est moins importante. La profondeur du front de solidification dépasse l'épaisseur de couche initiale de $30 \mu\text{m}$. A partir de ce constat, la première étape de ces travaux consiste à optimiser et identifier l'impact des paramètres de lasage sur les trois types de défauts identifiés ici (ces travaux

sont décrits dans la section 4.4.2.1) :

1. Porosités irrégulières grossières
2. Porosités sphériques fines
3. Fissures

La paramétrie utilisée pour les analyses microstructurales est celle qui a découlé de cette optimisation. Les paramètres en question sont décrits au début de ce paragraphe.

4.4.1.1 Morphologie granulaire et texturation locale

Deux plans caractéristiques sont analysés par EBSD, l'un parallèle au plateau d'édification (XZ) et l'autre perpendiculaire (XY)(figure 4.4). Dans le plan (XZ) (figure 4.5a) la croissance de grain est colonnaire et orientée parallèlement à la direction de fabrication. La longueur des grains est de plusieurs centaines de microns pour environ 50 μm de large. Cette morphologie granulaire est proche de celle définie par Qi et al. [16] pour un alliage d'aluminium 7050, elle est en revanche différente de celle des aluminiums de fonderie. Les fissures sont dirigées dans la même direction de croissance et sont localisées aux joints de grains. En figure 4.5b, une forte densité de déformations intragranulaires est mise en exergue et confirmée à plus grande échelle (figure 4.6a). Enfin d'un point de vue des orientations cristallographiques (figures 4.5c, 4.5d et 4.5e par IPFX, IPFY et IPFZ) la croissance de grains est épitaxiale et parallèle à la direction de construction suivant $\langle 100 \rangle$. Les profils de désorientation (figure 4.6c et 4.6d) dans la direction X et Y mettent en évidence un gradient de désorientation élevé entre grains voisins. Les variations d'orientation intragranulaires confirment également la densité importante de défauts de type dislocations, conséquences des contraintes de solidification et du refroidissement hétérogène.

Dans le plan (XY), les grains sont plus fins et leur morphologie plus hétérogène (figure 4.7a). Elle est globalement cellulaire et grossière d'environ 50 μm , ce qui est cohérent avec la morphologie granulaire identifiée dans le plan (XZ). En revanche, dans certaines zones et au contact des fissures, les grains sont plus fins, allongés et perpendiculaires à la direction de propagation. Les fissures sont également localisées aux joints de grains. La texturation dans la direction d'édification suivant $\langle 100 \rangle$ est également mise en évidence figure 4.7.

Finalement la position des fissures, la morphologie et la taille des grains permettent de supposer que les fissures se forment et se propagent à chaud [164]. Il est probable que les fortes contraintes intergranulaires, génératrices du phénomène de fissuration à chaud, déforment localement la matrice d'aluminium.

4.4.1.2 Texturation globale et identification des phases

A partir d'échantillons cylindriques coupés en deux parties dans le sens de la hauteur (Diamètre = 20 mm, Hauteur = 10 mm), des analyses par diffraction aux rayons X sont effectuées (figure 4.8a). Les faces perpendiculaires au plateau de fabrication sont soumises à l'analyse. Contrairement aux études réalisées sur les alliages de fonderie [172], [35], les phases durcissantes de type Mg_2Si ne sont pas détectées. Leur quantité et/ou cohérence avec la matrice est très certainement trop faible pour capter un quelconque signal de leur présence. De plus, la taille minimale de cristallite détectable par cette technique étant de l'ordre de 10nm, leur taille est potentiellement inférieure

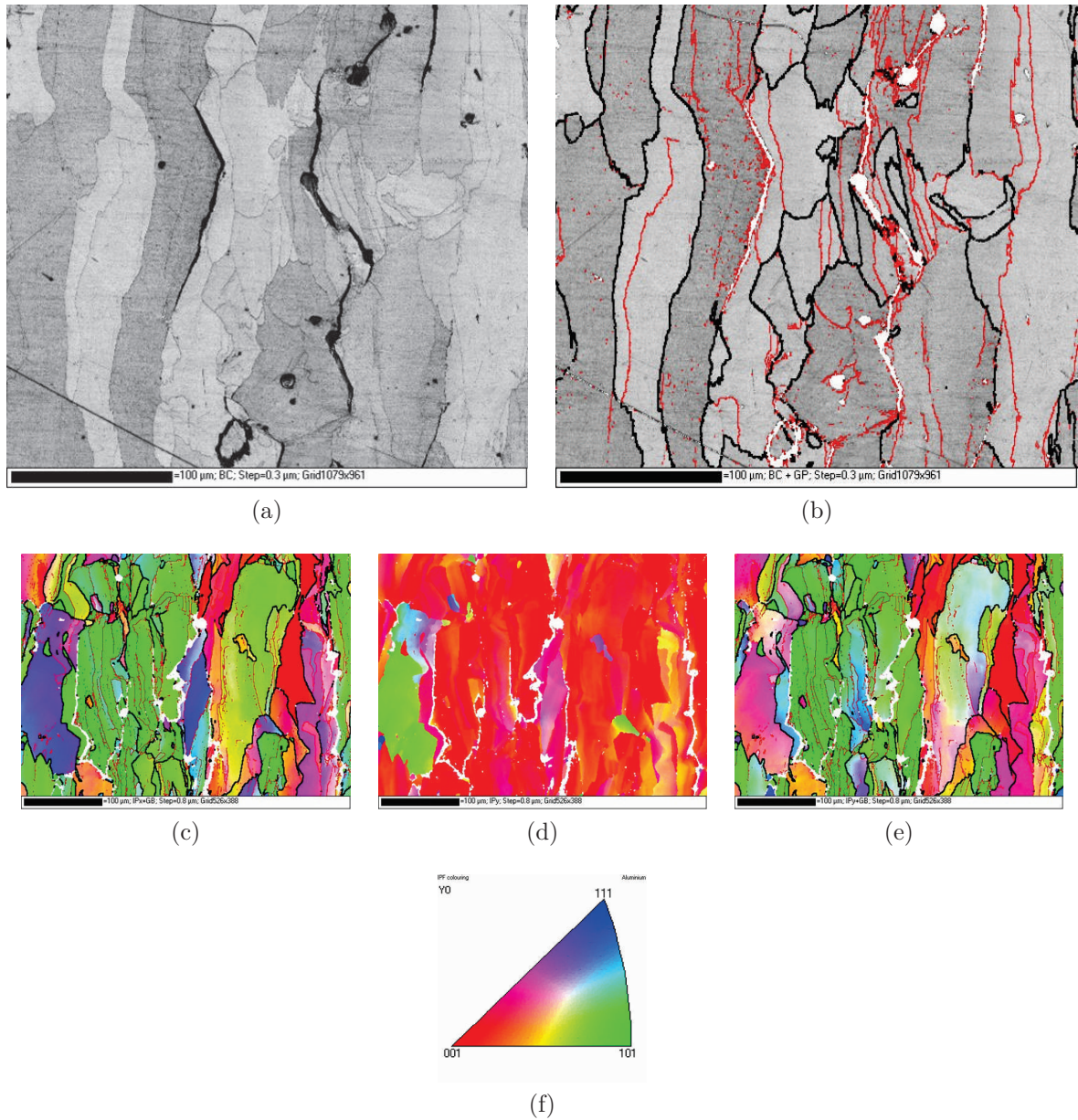
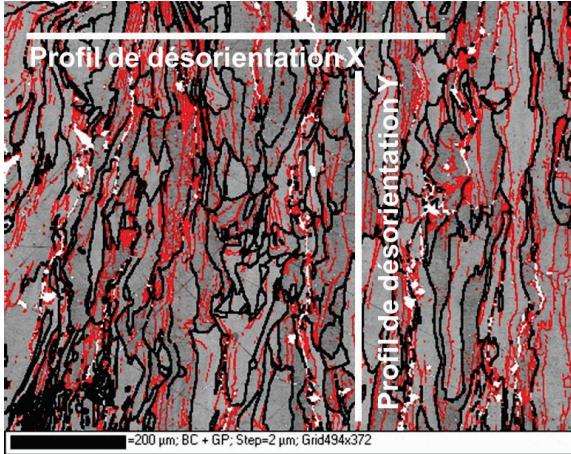
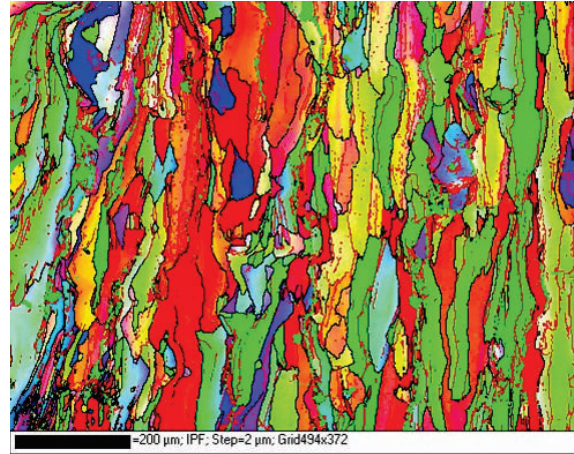


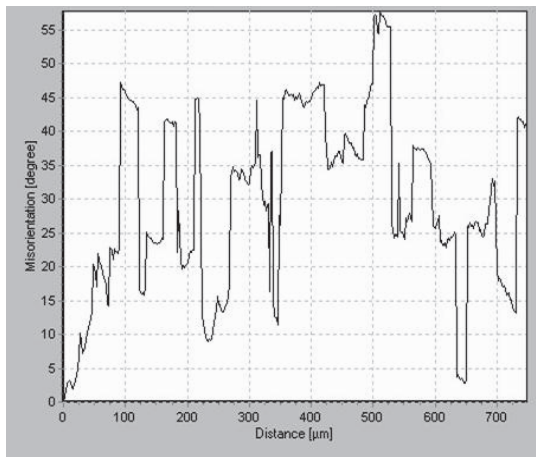
FIGURE 4.5 – Cartographie EBSD dans le plan (XZ) d'un échantillon d'Al6061 édifié avec la paramétrie optimale 4.4.1 ; a) Figure en contraste de bande avec en b) les joints de grains en noir (désorientation $>15^\circ$) et la sous-structure en rouge (désorientation $<5^\circ$) ; Figures c), d), e) distribution des plans hkl // aux directions principales d'édification respectivement X (direction du laser), Y (direction d'édification) et Z (direction de décalage laser dans le plan d'édification) ; f) Code couleur en fonction des plans principaux de la structure c.f.c



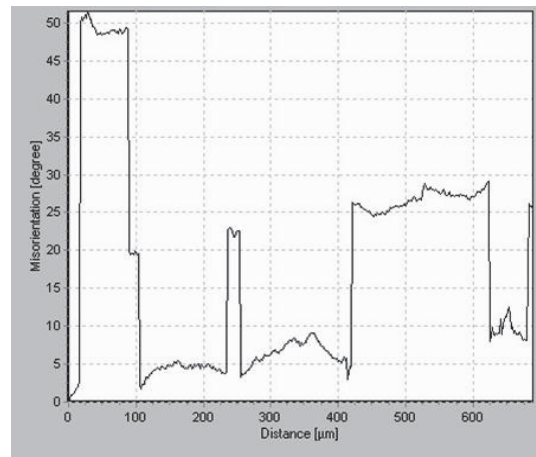
(a)



(b)



(c)



(d)

FIGURE 4.6 – a) Cartographie EBSD macroscopique avec les droites de désorientation ; b) Cartographie projetée dans le repère d'euler ; c), d) Profils de désorientation dans les directions X et Y

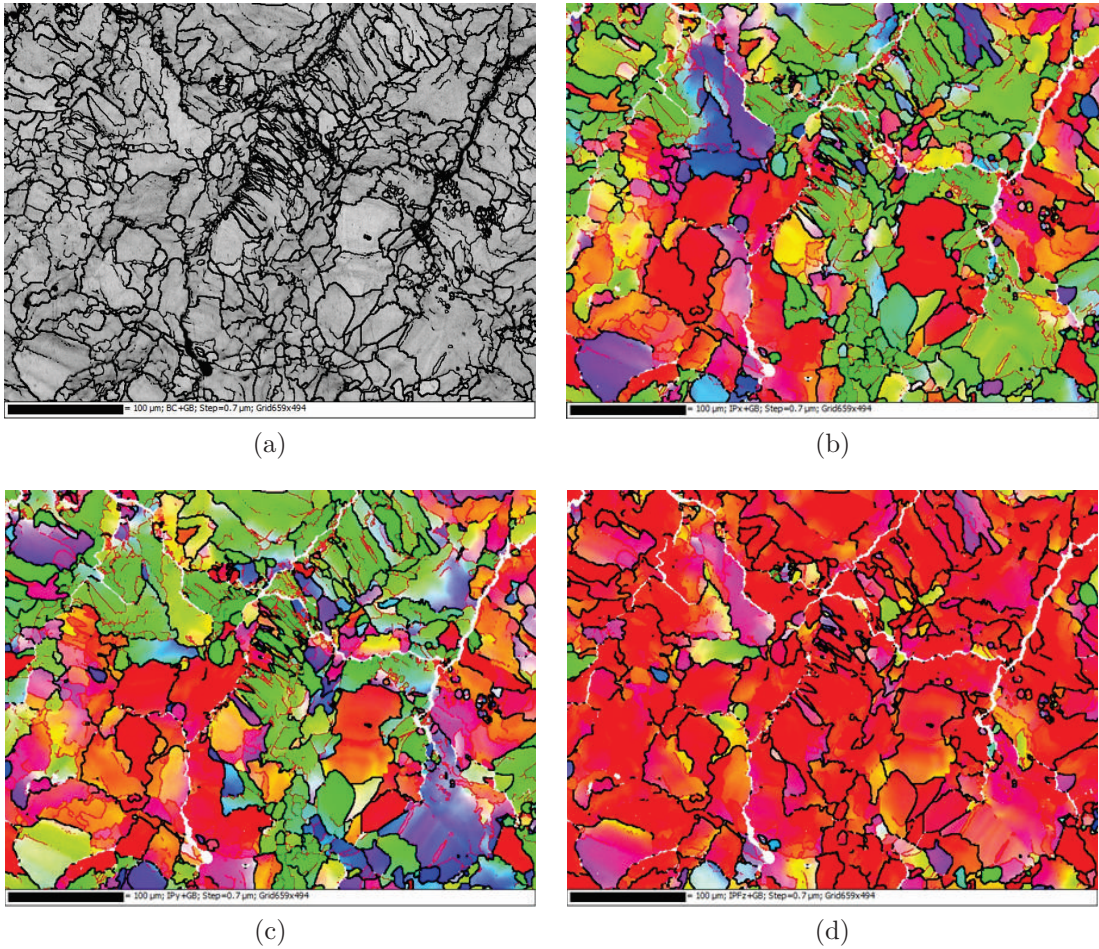
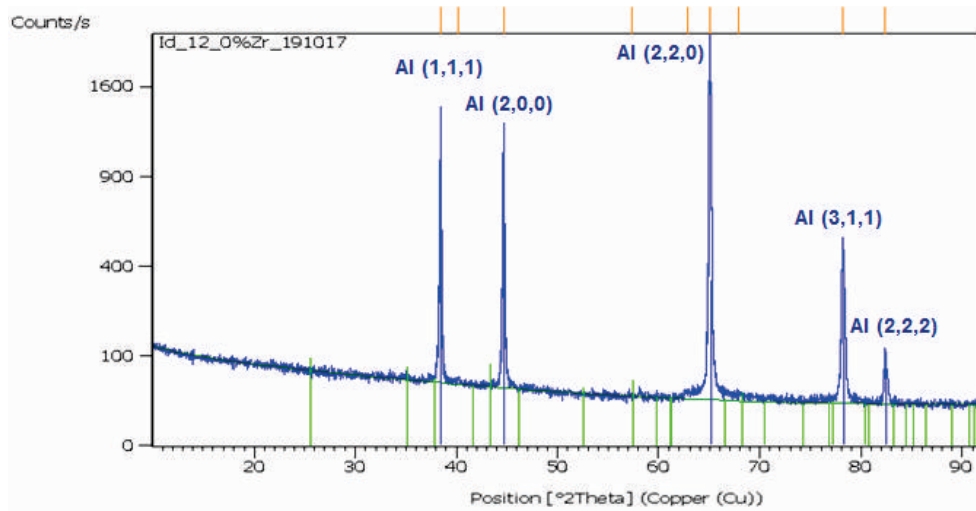
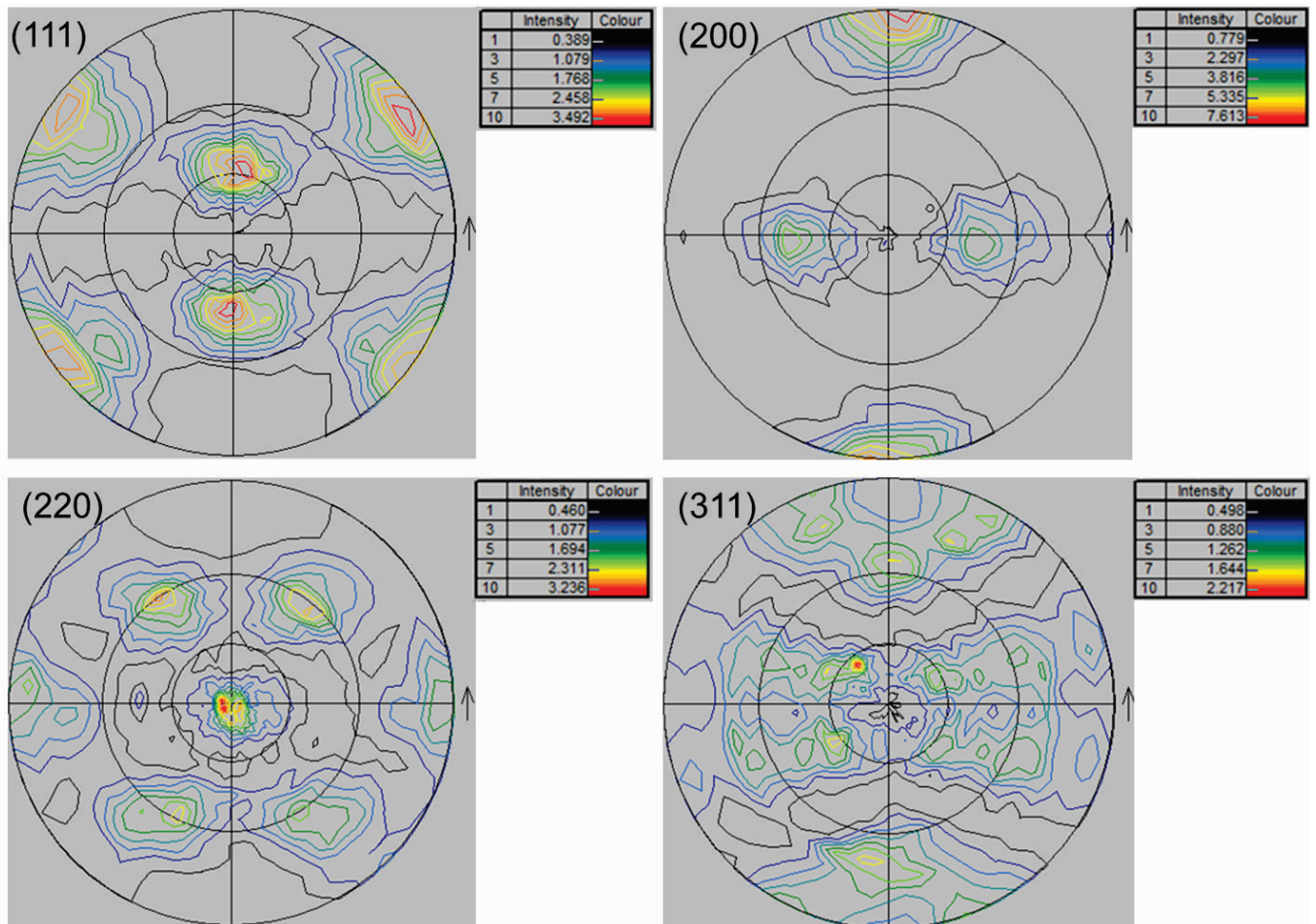


FIGURE 4.7 – Cartographie EBSD dans le plan (XY) (Paramètres de fabrication 4.4.1) ; a) Figure en contraste de bande avec délimitation des grains pour une désorientation supérieure à 15° ; Figures b), c), d) distribution des plans hkl// aux directions principales d'édification respectivement X, Y et Z



(a)



(b)

FIGURE 4.8 – a) Spectre DRX d'un échantillon d'Al6061 dont la paramétrie de fabrication est la suivante $P = 285 \text{ W}$, $V = 2100 \text{ mm/s}$, $E_v = 70 \text{ }\mu\text{m}$; b) Figures de pôles directes des plans (hkl) : (111), (200), (220), (311)

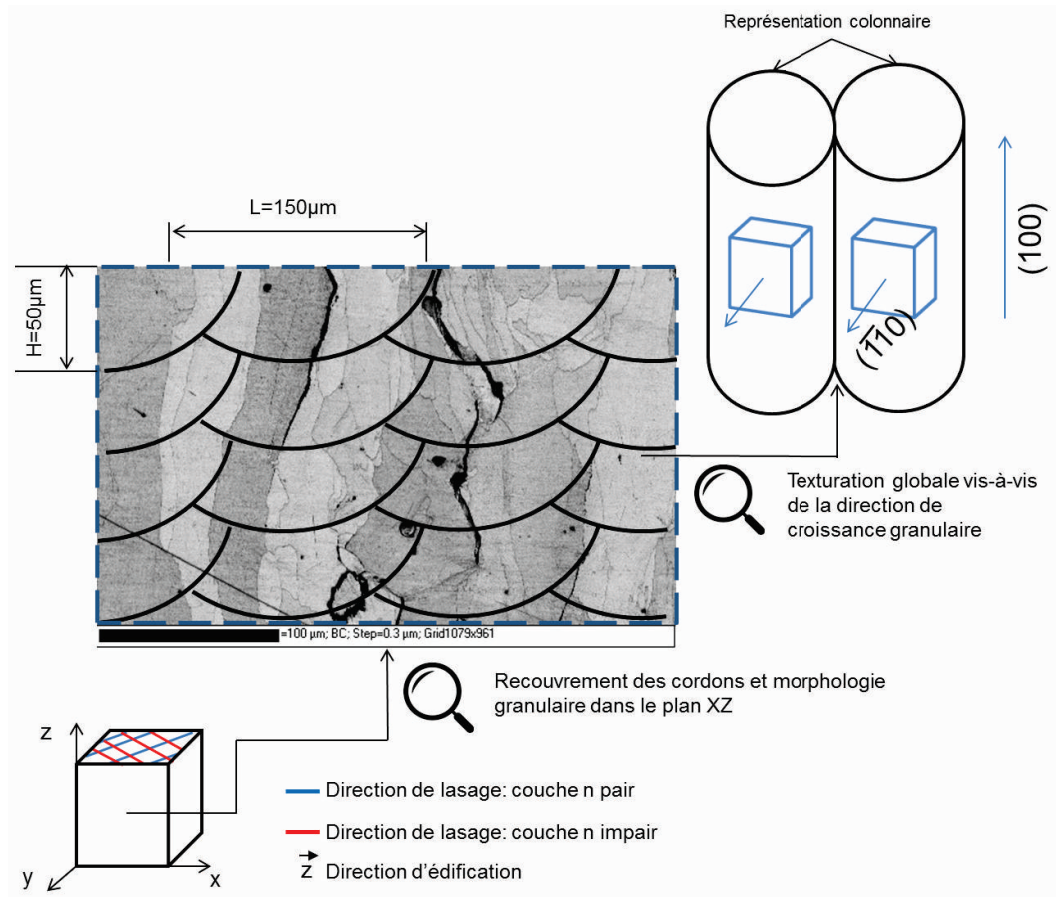


FIGURE 4.9 – Microstructure locale et globale de l’Al6061 édifée par SLM avec une paramétrie de lasage standard optimisée en fonction de la densité matière

à cette limite mais cet argument n’est pas prédominant pour expliquer leur absence. Si la dernière hypothèse est avérée alors l’état de précipitation ne peut avoir dépassé la phase β'' . Pour un état de précipitation plus avancé, les précipités sont plus grossiers et seraient donc visibles. Le Mg et le Si pourraient également être encore en solution solide du fait de la vitesse de solidification élevée.

Les figures de pôles 4.8b confirment les tendances identifiées à l’échelle locale. En effet la plus forte intensité de diffraction observée, figure de pôle (200), correspond à la famille de plan $\{001\}$ parallèle au plateau d’édification. Le plan commun de tous les grains de la microstructure parallèle au plateau, entraîne (car la maille est CFC) une direction commune verticale de tous grains qui comme on le retrouve dans la littérature croissent de manière préférentielle le long de la direction $\langle 100 \rangle$. En plus de cette information, les figures de pôles permettent d’identifier une seconde texturation dans le plan (XY). Il semblerait que la stratégie de lasage à 90° alternée entre couches paires et impaires génère une orientation moyenne des colonnes par rapport à leur axe de croissance. L’orientation variée des gradients de température a semble-t-il tendance à moyenniser l’orientation des grains. L’intensité de cette texturation suivant la direction $\langle 110 \rangle$ est deux fois plus faible que celle traduisant la direction de croissance épitaxiale

orientée verticalement $\langle 100 \rangle$.

Finalement le phénomène de fissuration à chaud se produit lors de l'édification de l'Al6061 par procédé SLM tout comme en soudage laser. Ces fissures se propagent sur plusieurs couches et par le centre des cordons dans la direction d'édification. Cette fissuration intergranulaire semble être la conséquence de la morphologie et de la taille de grains. En effet, les grains sont colonnaires et se propagent sur une centaine de microns. D'un point de vue de leur orientation globale, une forte texturation suivant la direction $\langle 100 \rangle$ parallèle à l'orientation de fabrication est identifiée. Une seconde probablement liée à la stratégie de lasage est mise en évidence dans le plan (XY) dans la direction $\langle 110 \rangle$. Ces constatations sont résumées dans la figure 4.9. Enfin, la forte vitesse de solidification ne permet pas aux phases durcissantes de précipiter selon le cycle connu amenant à l'optimal de durcissement, correspondant à la précipitation β' .

4.4.2 Effet de la paramétrie d'édification et des traitements thermiques

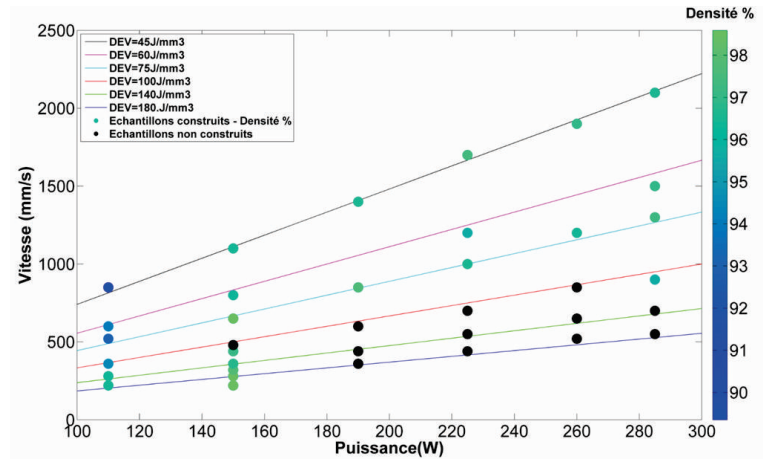
4.4.2.1 Densité matière

Afin d'évaluer l'impact des paramètres d'édification sur la densité matière que sont la puissance, la vitesse et l'écart vecteur, un plan factoriel complet est défini (cf paragraphe 2.2.2.5). L'effet de ces paramètres d'entrée est finalement corrélé aux trois types de défauts cités précédemment. Ce plan consiste pour trois écarts vecteurs ($E_v : 70 \mu\text{m}$, $E_v : 100 \mu\text{m}$ et $E_v : 130 \mu\text{m}$) et 6 niveaux de puissance laser ($P : 110 - 150 - 190 - 220 - 260 - 285 \text{ W}$) à faire varier les niveaux de vitesse en fonction de 6 densités d'énergie ($DeV : 45 - 60 - 75 - 110 - 140 - 180 \text{ J/mm}^3$). Pour le calcul des vitesses, la formule 1.4 qui exprime la densité d'énergie en fonction de la puissance, la vitesse, l'épaisseur de couche et le diamètre de spot est retenue. Ce plan d'essais est volontairement exhaustif et large en termes de domaine d'étude.

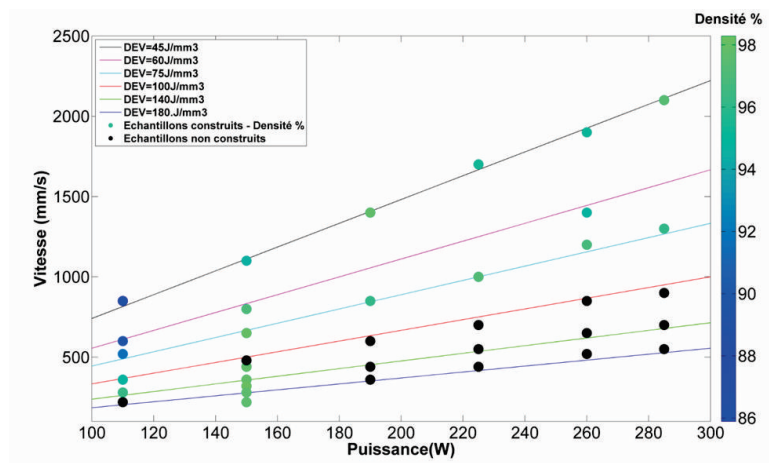
4.4.2.1.1 Approche Conventionnelle

Dans un premier temps l'analyse des résultats est effectuée de façon conventionnelle c'est à dire sans utiliser la méthode des surfaces de réponses.

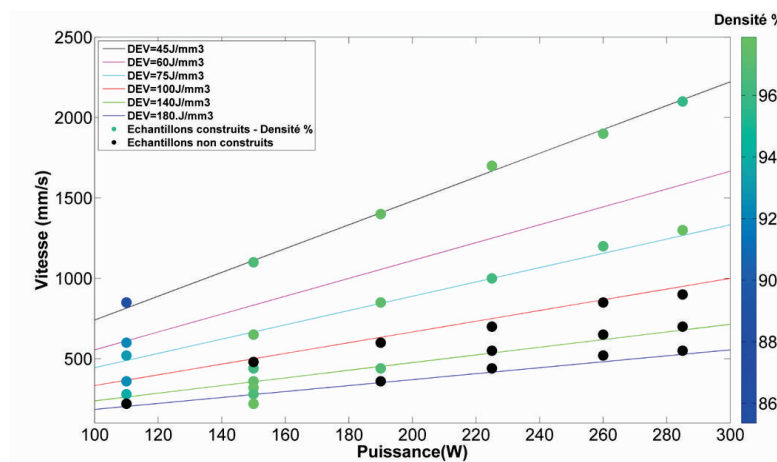
Comme l'ont indiqué Han et al. [18] les variations de densité sont équivalentes pour les 3 écarts vecteurs (figure 4.10). En outre, l'écart vecteur n'influe pas de façon significative sur la variation de la densité matière et ce pour l'ensemble du domaine d'étude. Pour les trois écarts vecteurs, une même plage de paramètres ne permet pas de construire des éléments 3D. Les échantillons ayant les mêmes paramètres de puissance et vitesse ont été stoppés lors des premières couches en raison du frottement excessif avec le rouleau de mise en couche. Ce domaine est situé dans une zone où les densités d'énergie sont élevées, entre 180 J/mm^3 et 100 J/mm^3 , et la puissance laser supérieure à 180 W . Les travaux décrits dans le chapitre bibliographique [16], nous permettent de supposer que l'impossibilité à fabriquer correspond à l'instabilité de plateau Rayleigh. Lorsque cet effet est atteint l'état de surface est particulièrement dégradé de par l'instabilité du bain de fusion mais aussi de la forte densité de projections. Ces deux



(a)



(b)



(c)

FIGURE 4.10 – Variation de la densité matière en fonction de la puissance laser et de la vitesse d’avance pour 3 écarts vecteurs : a) $E_v = 70 \mu\text{m}$, b) $E_v = 100 \mu\text{m}$, c) $E_v = 100 \mu\text{m}$

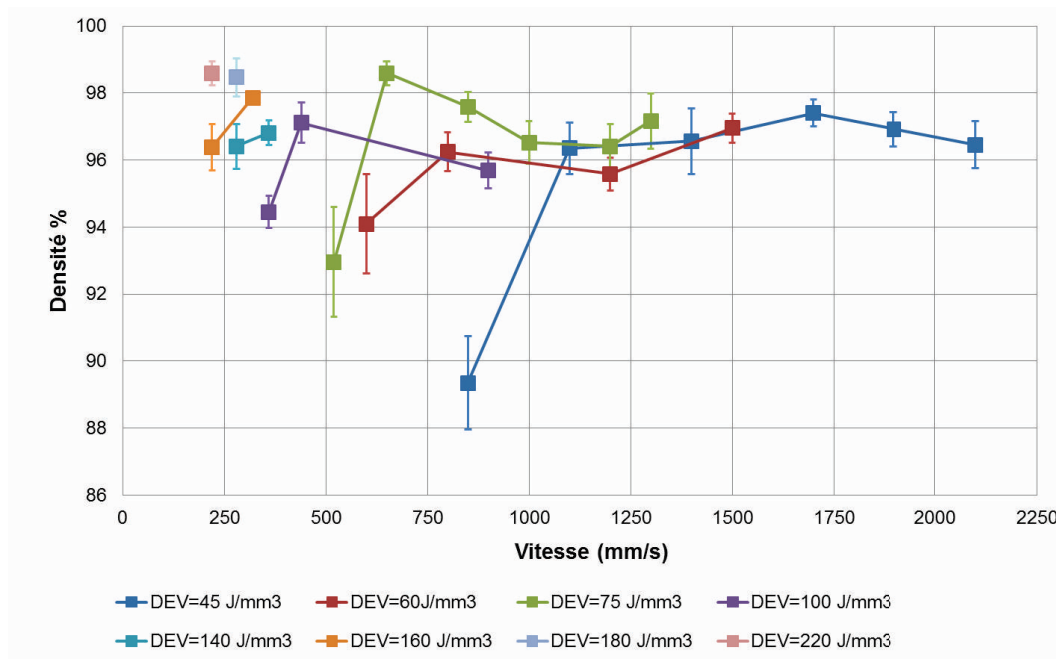


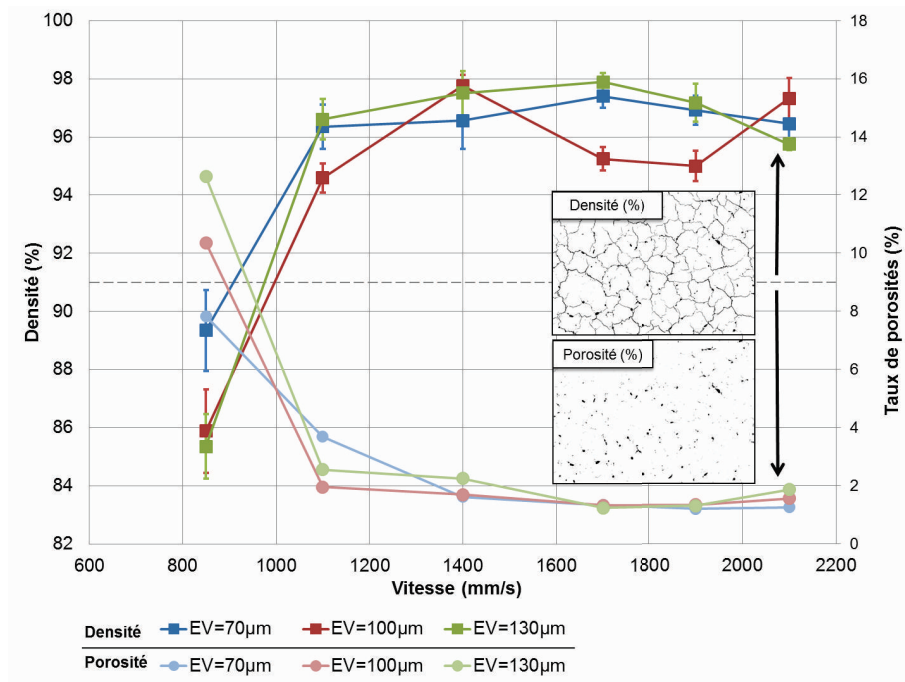
FIGURE 4.11 – Variation de la densité matière avec $E_v = 70 \mu\text{m}$

effets couplés sont générateurs de défauts en surface qui sont sources de frottement avec le rouleau de mise en couche.

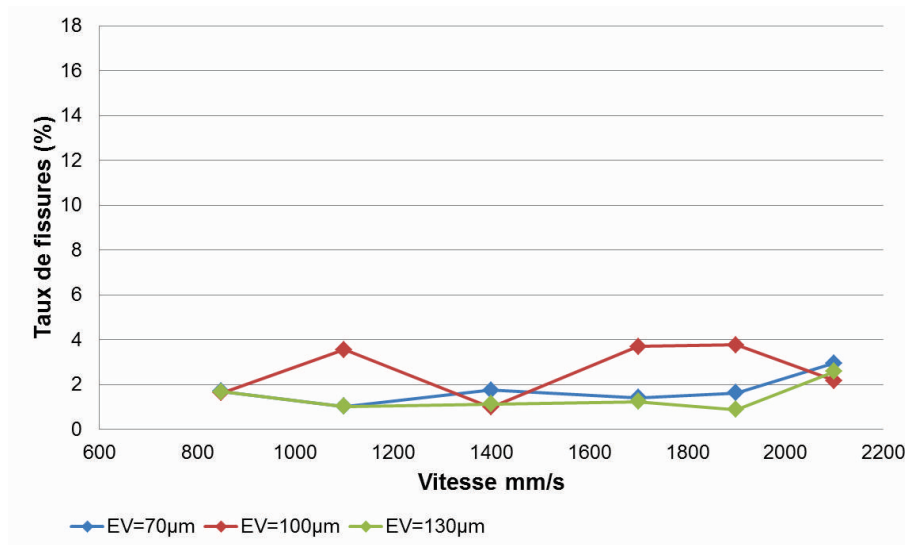
D'autre part deux domaines d'édification optimaux en termes de densité matière sont identifiables. Le premier situé dans une zone à faible densité d'énergie entre 45 J/mm^3 et 75 J/mm^3 et pour une puissance laser la plus élevée possible soit 295 W . L'autre domaine est situé à l'opposé du premier soit pour une densité d'énergie la plus élevée possible et pour une puissance laser de 150 W . Le premier a pour avantage d'être beaucoup plus productif puisque les vitesses de lasage sont plus importantes.

Pour un seul écart vecteur, en l'occurrence $70 \mu\text{m}$, plus la densité d'énergie est élevée et plus la vitesse de lasage optimale est faible (figure 4.11). Lorsque la Dev est de 100 J/mm^3 , la vitesse de lasage optimale est d'environ 400 mm/s alors que pour une Dev de 45 J/mm^3 elle est de 1600 mm/s . Pour une Dev de 45 J/mm^3 , le domaine de validité des paramètres est également le plus large. En outre à partir de 1050 mm/s la densité matière varie entre 96% et 98% et ce jusqu'à une vitesse de lasage de 2100 mm/s . Il ne semble pas exister de densité d'énergie optimale, pour tout niveau de densité, il existe une vitesse de lasage permettant d'aboutir à des densités matières optimales équivalentes.

A partir de ces premières constatations, une seconde analyse est menée afin de quantifier la variation des différents types de défauts par rapport à la vitesse de lasage. La figure 4.12 permet de mettre en corrélation la variation de la densité matière par rapport aux variations de porosités et de fissures pour une puissance de 285 W . Cette distinction est effectuée à partir d'analyse d'image, dont la méthodologie est décrite dans le chapitre 2.2.3. Les deux types de porosités, sphériques et irrégulières, sont



(a)



(b)

FIGURE 4.12 – a) Corrélation entre la variation de densité totale et le taux de de porosités pour $P = 285 \text{ W}$; b) Variation de taux de fissuration $P = 285 \text{ W}$

regroupés en un seul type de défaut car il est très difficile par analyse d'image de distinguer ces deux variantes.

La première figure 4.12a montre que le taux de porosité varie de façon équivalente à la densité de matière. En effet, la densité croît et le taux de porosité diminue lorsque la vitesse de lasage augmente jusqu'à 1400 mm/s. A partir de cette valeur, ces deux caractéristiques se stabilisent. A contrario la vitesse de lasage influe de façon restreinte sur le taux de fissuration (figure 4.12b). On peut ainsi supposer que les variations de conditions de solidification engendrées par la différence de vitesse de lasage n'influe pas sur ce type de défaut. Encore une fois l'écart vecteur n'influe pas ou peu sur le taux de fissuration et de porosités.

4.4.2.1.2 Analyse par surface de réponses

Afin d'identifier plus clairement la variation des défauts vis à vis des 3 données d'entrées utilisées dans ce plan d'essais, la méthodologie par surface de réponses est utilisée. Contrairement à l'approche conventionnelle, elle permet d'exprimer analytiquement l'interaction entre les paramètres et leur prépondérance vis-à-vis des réponses. Cette méthodologie basée sur une résolution par régression multilinéaire permet de définir un modèle représentatif de la réalité, et ce d'autant plus lorsque le nombre de niveau par paramètre est élevé. C'est l'une des raisons pour laquelle le plan initial est aussi exhaustif.

Malheureusement, l'ensemble des combinaisons de puissance, vitesse et écart vecteur soit 108 échantillons n'a pu être édifié du fait de l'instabilité de certaines d'entre elles. L'analyse ne peut donc être effectuée sur tout le domaine d'étude. C'est pourquoi deux sous-plans factoriels complets sont établis.

Plan 1 :

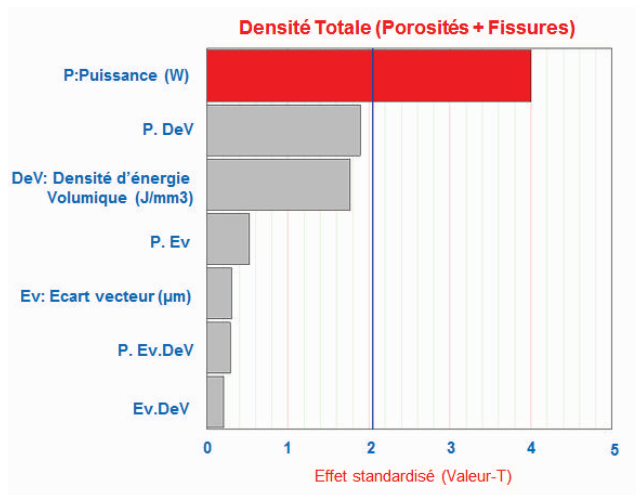
1. 2 niveaux d'énergie : 45 - 75 J/mm³
2. 3 niveaux d'écart vecteur : 70 - 100 - 130 μm
3. 6 niveaux de puissance : 110 - 150 - 190 - 230 - 260 - 285 W

Plan 2 :

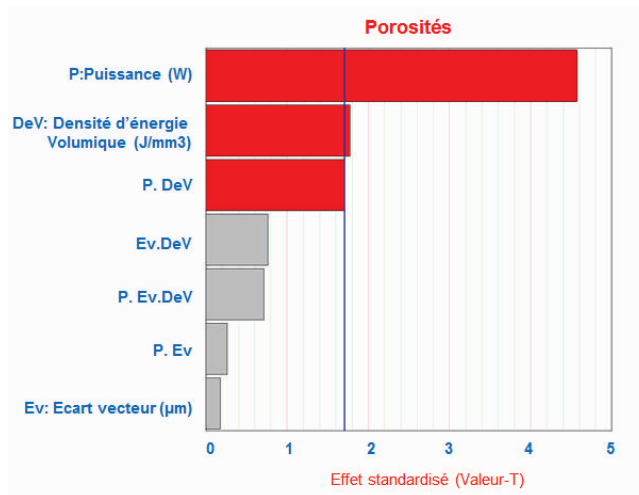
1. 4 niveaux d'énergie : 45 - 60 - 75 - 110 J/mm³
2. 1 niveau d'écart vecteur : 70 μm
3. 3 niveaux de puissance : 110 - 150 - 285 W

Le premier a pour intérêt d'évaluer l'effet de l'écart vecteur et de la puissance sur les défauts pour 2 niveaux d'énergie. Le second permet, pour une valeur d'écart vecteur, de quantifier l'effet de la densité d'énergie et de la puissance laser.

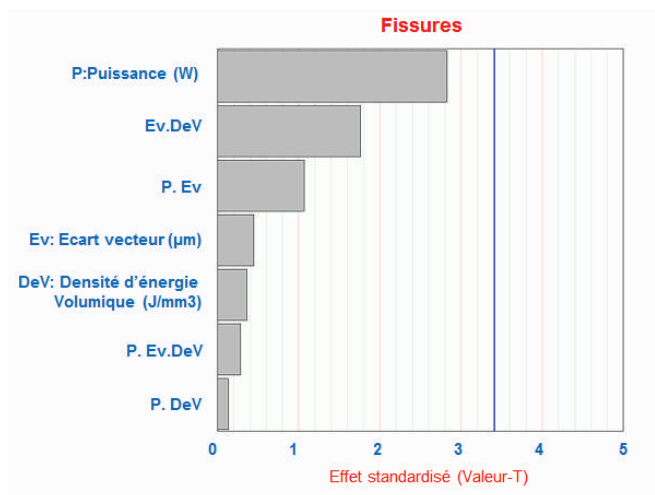
Analyse P1 : A partir du calcul des modèles, dont la méthodologie est décrite au paragraphe 2.2.2.2, les diagrammes de PARETTO sont tracés pour les deux types de défauts (porosités et fissures) et la densité globale (figure 4.13). Ces diagrammes mettent en évidence les facteurs influents à partir de la comparaison entre la valeur T, estimée pour chaque facteur, et la valeur p. Cette dernière est obtenue en réalisant un test de "Student inverse" en spécifiant un seuil critique, généralement 5 %, et le nombre de degrés de libertés du plan, ici 27.



(a)



(b)



(c)

FIGURE 4.13 – Diagramme de Pareto en fonction des niveaux de a) Densité matière, b) Porosités et c) Fissures pour le sous-plan factoriel 1

La puissance laser est d'ordre 1 par rapport à la variation de densité matière et du taux de porosité (figure 4.13a et 4.13b). Dans les deux cas la valeur T le caractérisant est plus de 2 fois supérieure au seuil critique. L'interaction entre la puissance et la DeV est de second ordre. Comme l'a décrit l'approche conventionnelle l'écart vecteur a une influence très restreinte. En ce qui concerne la fissuration, aucun des facteurs ne semble avoir une influence prépondérante par rapport aux autres (figure 4.13c).

Cette difficulté à identifier des facteurs prépondérants par rapport au phénomène de fissuration s'explique également par la très faible représentativité du modèle. La valeur de R^2 est de 0.14 tandis que pour la densité et les porosités elle est respectivement de 0.44 et 0.60. Ainsi l'occurrence de fissuration est reliée à un modèle peu prédictif vis-à-vis des principaux paramètres de mise en œuvre. Le suivi des porosités l'est en revanche beaucoup plus.

Le modèle de prédiction du taux de porosité en fonction des paramètres du plan d'essais et de leur interaction est le suivant :

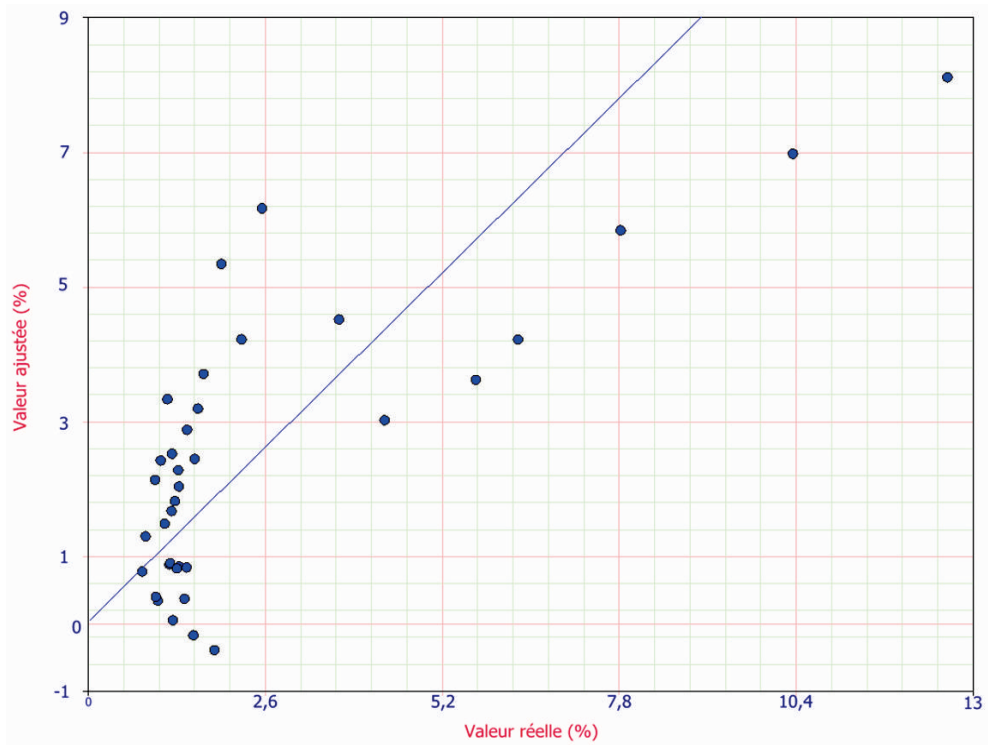
$$Y = P * (-0.023) + Ev * (0.016) + DeV * (-2.06) + P.Ev * (-0.00007) + P.DeV * (0.0077) + Ev.DeV * (0.50) + P.Ev.DeV * (-0.00019) + 6,9 \quad (4.1)$$

La figure 4.14a met en exergue la différence entre les valeurs de porosités théoriques, données par le modèle, et les valeurs expérimentales. Plus les points sont proches de la partie droite du graphe et plus le modèle est prédictif pour la combinaison de paramètres concernée. Ainsi les résidus, qui expriment les écarts entre les valeurs théoriques et expérimentales, augmentent lorsque le niveau de porosités croît. Le modèle surestime l'expérience pour des taux de porosité compris entre 2 % et 4 % puis, pour des valeurs supérieures, la sous-estime.

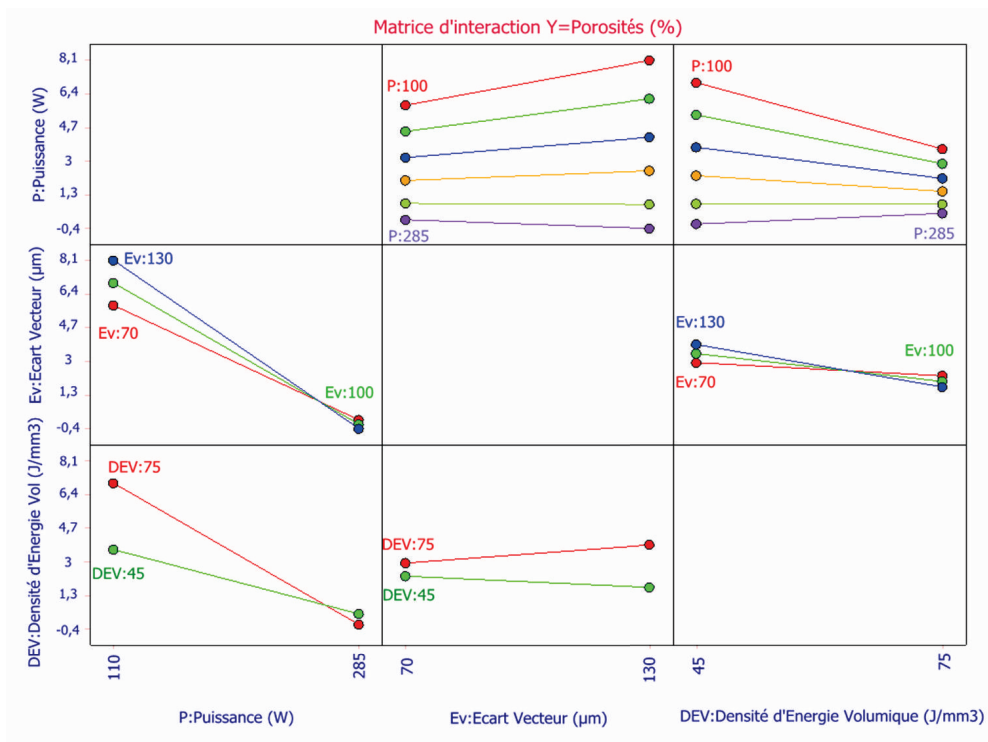
L'approche par surface de réponse permet d'exprimer la variation de la réponse en fonction des interactions entre deux paramètres ou de façon dissociée à travers une matrice d'interaction (figure 4.14b). Ce que ne permet pas une approche standard. Chaque point de cette matrice est défini à partir des valeurs moyennes théoriques des combinaisons de paramètres identiques pour les deux facteurs variants. Autrement dit la matrice d'interaction entre deux facteurs est obtenue à partir des valeurs moyennes respectant les combinaisons de facteurs définis. Par exemple pour une DeV de 75 J/mm^3 et une puissance de 110 W, 3 essais respectent cette combinaison pour les 3 écarts vecteurs. La valeur indiquée dans la matrice est la moyenne théorique de ces trois échantillons.

Plusieurs phénomènes sont observés :

1. Lorsque la puissance laser augmente, le taux de porosité diminue et ce pour les deux densités d'énergie et pour les trois écarts vecteurs. A faible puissance, plus la densité d'énergie et l'écart vecteur sont bas et plus le taux de porosité est faible. Les niveaux de porosités convergent vers une valeur minimale pour les deux niveaux de DeV et les 3 niveaux d'écart vecteur à $P=285 \text{ W}$.
2. La variation de l'écart vecteur est peu significatif pour l'ensemble du domaine. En revanche même si la variation est limitée, lorsque la densité d'énergie est de 45 J/mm^3 et la puissance élevée ($P > 230 \text{ W}$) le taux de porosité diminue en même temps que l'écart vecteur augmente. A l'inverse lorsque la densité d'énergie est de 75 J/mm^3 et la puissance inférieure à 230 W le taux de porosité augmente lorsque l'écart vecteur croît.

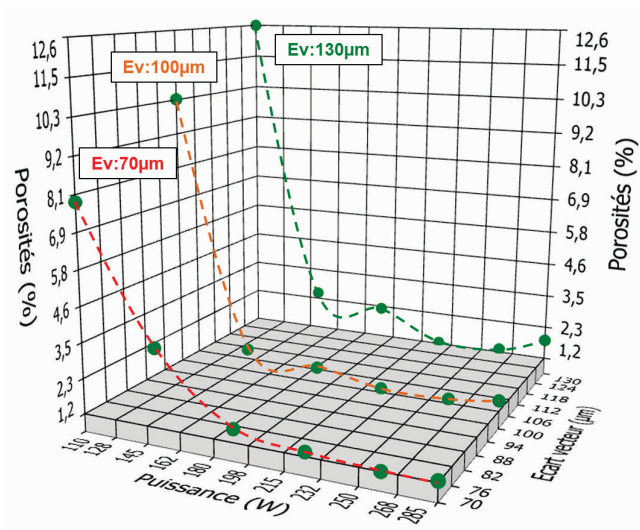


(a)

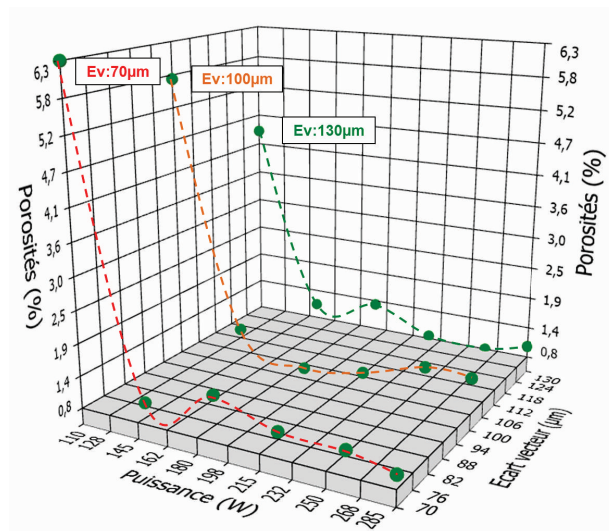


(b)

FIGURE 4.14 – a) Diagramme des valeurs ajustées par rapport aux valeurs expérimentales ; b) Matrice d'interaction du plan factoriel P1



(a)



(b)

FIGURE 4.15 – Variation du taux de porosité pour deux densités d'énergie : a) $DeV = 45 \text{ J/mm}^3$, b) $DeV = 75 \text{ J/mm}^3$, en fonction de la puissance et de l'écart vecteur

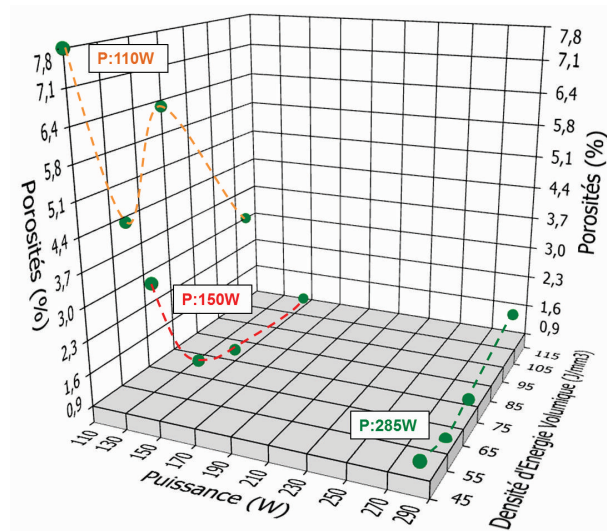


FIGURE 4.16 – Variation du taux de porosité en fonction de la puissance et de la densité d'énergie pour $E_v = 70 \mu\text{m}$

3. Enfin le niveau de porosités augmente lorsque la densité d'énergie croît pour des puissances supérieures ou égale à 260 W. Lorsque la puissance laser est inférieure, l'effet est inversé.

On peut enfin expliciter plus simplement ces variations par les graphes 3D, figures 4.15, qui mettent en relation l'écart vecteur, la puissance et le taux de porosité pour les deux niveaux de DeV. L'information supplémentaire donnée par ces graphes est que la diminution du taux de porosité est rapide de 110 à 160 W et plus faible ensuite. Contrairement aux informations données par la matrice d'interaction, l'évolution n'est pas linéaire. Les matrices d'interaction donnent la tendance générale entre les extrémités du domaine d'étude. En revanche, il est nécessaire de tracer les graphes d'évolution détaillés pour appréhender plus précisément ces évolutions. On peut ainsi faire l'hypothèse que pour les deux valeurs de DeV, le mode de transfert de chaleur est proche de l'effet de balling lorsque la puissance laser est de 100 W. Lorsque ce niveau est dépassé, la construction des cordons est stabilisée et converge vers un mode conductif.

Analyse P2 : Le plan factoriel P1 a mis en évidence que la fissuration est un phénomène indépendant des paramètres de fabrication. Le seul défaut contrôlable est donc le taux de porosité plus que la densité matière. Il est défini que l'écart vecteur est un paramètre peu influent sur ce type de défaut. La puissance et la densité d'énergie sont les deux facteurs prépondérants. Le plan P1 couvre une large plage de puissance de 110 W à 285 W. En revanche seules deux densités d'énergie sont étudiées. C'est pourquoi le plan factoriel P2 a pour intérêt de valider pour un seul écart vecteur les variations vues dans P1 pour une plage de densité d'énergie plus large, de 45 J/mm^3 à 110 J/mm^3 .

Le modèle obtenu a une nouvelle fois un bon pouvoir prédictif vis-à-vis du taux de porosité. La valeur du coefficient de régression R^2 est de 0.6. Le calcul des valeurs de T, met également en évidence que la puissance est le facteur d'ordre 1. La valeur T

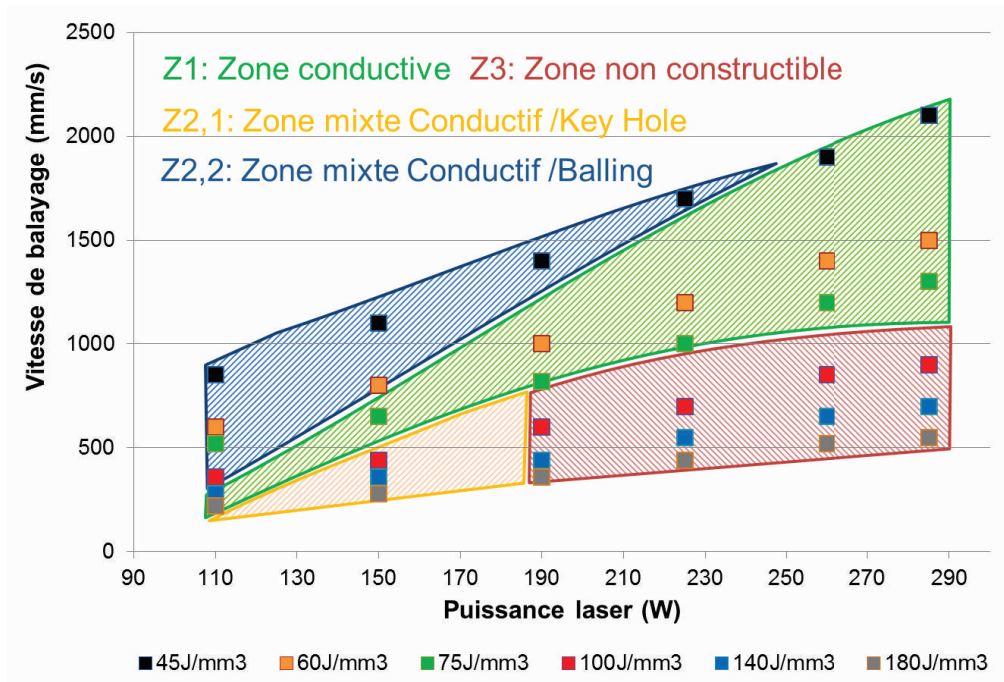


FIGURE 4.17 – Répartition des modes de transfert de chaleur dans le domaine d'étude

obtenue est de 2,7 pour un T critique de 2,36. La figure 4.16 confirme les constatations faites précédemment. En revanche, plus la DeV est élevée et moins la variation de puissance a un effet important sur le taux de porosité. Pour une DeV de 110 J/mm^3 , le taux de porosité varie de 3 % à 1,3 %. Lorsque le niveau d'énergie est de 45 J/mm^3 , la variation se situe entre 1,3 % et 7,8 %.

De plus, contrairement au plan P1 la variation de DeV sur un domaine large n'affecte que très peu le taux de porosité lorsque la puissance laser est de 285 W. Pour une puissance de laser de 150 W, le taux de porosité diminue de façon abrupte lorsque la DeV augmente entre 45 J/mm^3 et 65 J/mm^3 . Cette variation est moins nette à $P = 110 \text{ W}$, puisqu'il est probable que la construction des cordons soit instable.

Finalement l'approche par surface de réponse nous permet de décrire un domaine d'édification optimale (figure 4.17). Ce domaine est très peu variable en fonction de l'écart vecteur excepté lorsque la puissance laser est de 110 W. Le phénomène de fissuration n'est clairement pas modifiable au travers des paramètres d'édification étudiés. Le taux de fissure n'est pas prédictible et très peu variant. Cette étude met en évidence que le domaine de validité des paramètres est d'autant plus large lorsque la puissance laser est élevée. Nous pouvons faire l'hypothèse, comme cela a été décrit par DebRoy [7], que les zones 2.1 et 2.2 soient des zones instables dites mixtes entre le mode conductif stable et les effets de Key Hole et Balling. Dans la zone 2.2, les porosités sont plutôt sphériques et dans la zone 2.1 irrégulières. D'un point de vue de la productivité il est préférable de retenir des densités d'énergie les plus faibles possibles. Pour une puissance laser donnée, la vitesse de lasage est maximisée. Les paramètres optimaux finalement retenus sont :

1. $P = 285 \text{ W}$
2. $V = 2100 \text{ mm/s}$
3. $E_v = 70 \text{ }\mu\text{m}$
4. $E_p C = 30 \text{ }\mu\text{m}$
5. Stratégie lasage : A/R

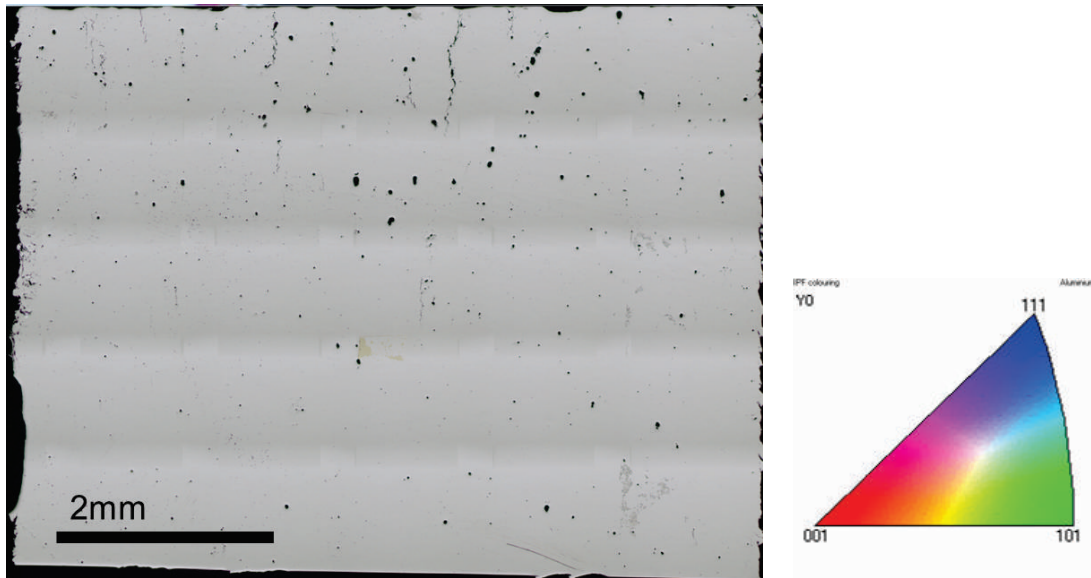
4.4.2.2 Microstructure locale et globale

Les travaux d'optimisation paramétrique ont démontré que le phénomène de fissuration à chaud est indépendant des paramètres de fabrication "classique" (dans le domaine d'étude). Ce phénomène est exacerbé lorsque la paramétrie retenue appartient au domaine de lasage dit conductif.

Conditions de Key Hole : En revanche, lorsque la densité d'énergie est très importante, et donc le phénomène de "Key Hole" initié, le taux de fissure est réduit à 0,5 % (figure 4.18a). La densité d'énergie utilisée est de 630 J/mm^3 soit 14 fois supérieure à celle optimale en termes de densité matière dans le domaine conductif. La puissance laser est de 150 W pour une vitesse d'avance de 80 mm/s . Comme cela a été décrit par Weingarten et al. [128], de nombreuses porosités sphériques grossières symptomatiques de ce mode d'édification sont visibles. A la fin de la construction, c'est à dire sur le haut de l'échantillon, les fissures apparaissent et la densité de porosités croit. On voit donc que, contrairement au mode conductif, la variation des conditions de solidification, induites par le support de fabrication, joue un rôle primordial sur l'apparition des défauts. En effet, il est probable que l'augmentation de la distance entre la surface lasée et le plateau de fabrication réduise la vitesse de solidification et le gradient de température. Or comme le décrit le critère de Hunt, lorsque le produit de ces variables diminue la microstructure devient plus grossière. Cet effet serait donc cohérent avec l'apparition des fissures, puisque le phénomène de fissuration à chaud est sensible à la taille de grains.

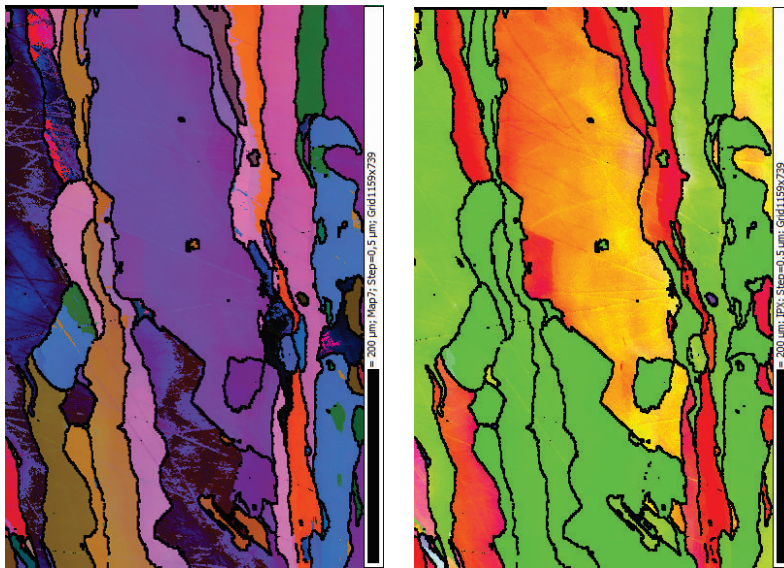
L'analyse EBSD effectuée figure 4.18c sur le bas de l'échantillon ne confirme pas cette hypothèse. La morphologie granulaire est toujours globalement colonnaire et la longueur des grains supérieure à la centaine de microns. Malgré tout la morphologie et la taille des grains est plus inhomogène que dans le mode conductif, ce qui vérifie une partie des constatations faites par Qi et al. [16] sur l'Al7050. Les fluctuations de chaleur perturbent l'homogénéité granulaire mais ne permettent pas de réduire sensiblement la taille de grains. La texturation d'orientation est par contre différente de celle du mode conductif (figure 4.18d). La majorité des plans (101) est orienté perpendiculairement au plateau de fabrication. Une rotation à 45° de la direction préférentielle de croissance s'est produite.

Préchauffage laser Afin de modifier les conditions de solification, le préchauffage du lit de poudre par le faisceau laser est testé. Pour l'analyse de cette technique un nouveau plan factoriel complet à 2 facteurs est défini. Il consiste à faire varier la puissance laser de 50 W à 150 W pour 3 niveaux de vitesse : 280 mm/s , 560 mm/s , 1120 mm/s . Les échantillons sont des parallélépipèdes de 10 mm de haut et de $10 \text{ mm} * 2 \text{ mm}$ de surface. La stratégie de lasage est la même que pour l'édification. Les échantillons sont



(a)

(b)



(c)

(d)

FIGURE 4.18 – a) Cartographie au microscope optique d'un échantillon édifié en mode "Key Hole" dans le plan perpendiculaire au plateau support ; b) Code couleur, fonction des plans principaux de la structure c.f.c, utilisé pour les images IPF ; c) Cliché EBSD dans le repère d'Euler correspondant à l'échantillon dans la zone à proximité du plateau ; d) Distribution des plans (hkl) parallèles à la direction d'édification

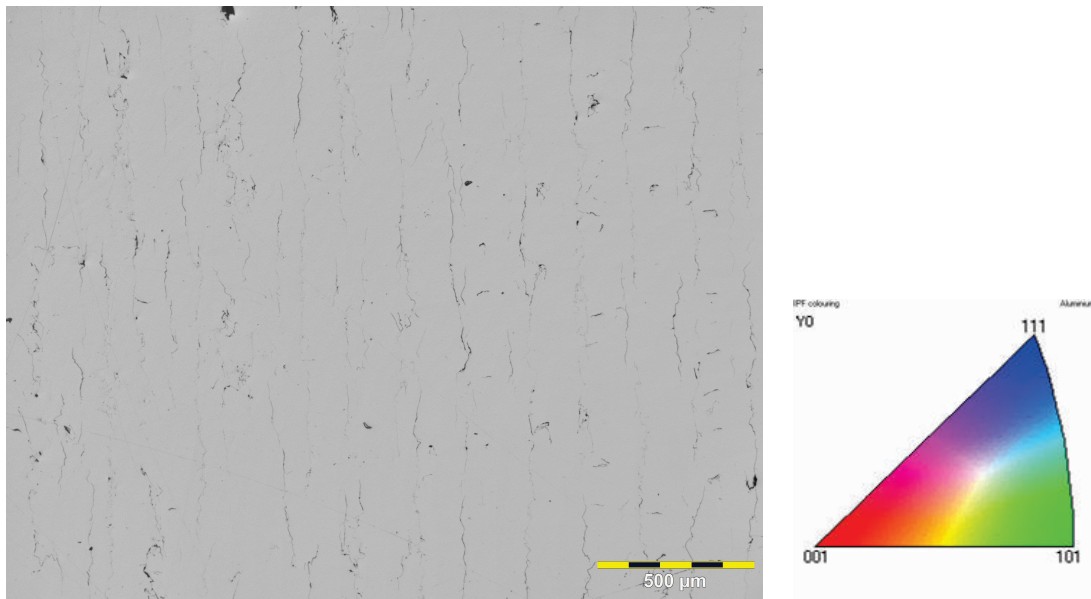
relativement fins pour minimiser le temps de latence entre le préchauffage de la surface et la consolidation. Le temps de latence maximal entre le début du préchauffage et celui de la fusion est fixé à 0,5 s. Les paramètres d'édification sont ceux retenus lors de l'étude par surface de réponse.

La paramétrie optimale de prélasage pour minimiser le taux de fissure, après analyse au microscope des échantillons, est obtenue pour $P = 50 \text{ W}$ et $V = 280 \text{ mm/s}$. Le taux de fissure mesuré est de 0.6 % (figure 4.19a). Cette paramétrie est la plus dense en énergie mais la puissance laser utilisée la plus faible. On peut ainsi supposer qu'il est nécessaire de chauffer le plus fortement possible la surface du lit de poudre tout en évitant d'atteindre la fusion des particules.

Le nombre de fissures est très proche de celui obtenu par le mode conducteur, en revanche elles sont plus fines. Le taux surfacique mesuré est donc relativement bas. Les analyses EBSD en contraste de bande et par IPF montrent, figure 4.19, que la morphologie et la taille des grains n'est pas modifiée. La sous-structuration est également équivalente. L'orientation des directions de croissance $\langle 100 \rangle$ est moins marquée à l'échelle locale. Il est probable que le préchauffage laser réduise la vitesse de solidification et donc les contraintes intergranulaires, ce qui serait cohérent avec la finesse des fissures.

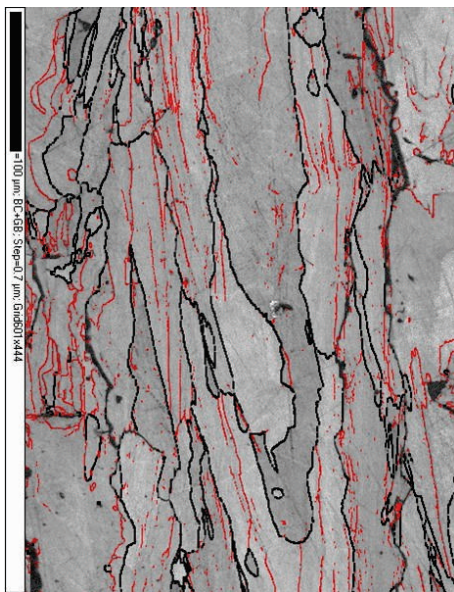
Stratégie de lasage Thijs et al [34] ont démontré que le changement de stratégie de lasage pouvait influencer la texturation dans la direction d'édification mais aussi par rapport au plan (XY). Ici nous avons constaté une forte texturation dans la direction d'édification suivant $\langle 100 \rangle$ et dans le plan (XY) suivant $\langle 110 \rangle$. La stratégie de lasage correspondante est en aller-retour pour des directions de lasage orientées à 90° entre les couches paires et impaires. Une seconde stratégie d'édification, illustrée figure 4.20a, est ainsi testée pour vérifier l'effet cité par Thijs. Cette stratégie consiste à discrétiser la surface des échantillons en n hexagones inscrits dans un diamètre de 5 mm. Ces hexagones sont ensuite lasés suivant la stratégie initiale. La position des hexagones change de façon aléatoire entre chaque couche. Un recouvrement de $100 \mu\text{m}$ entre chaque hexagone est effectué.

La texturation globale de l'échantillon obtenue avec une stratégie de lasage hexagonale est équivalente à celle obtenue avec une stratégie en aller-retour (figure 4.20b). En revanche l'indice de texture calculé dans les deux directions principales $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$ est réduit de près de 10%. Les zones à forte intensité sont moins concentrées que celles avec la paramétrie standard. Les changements de position de départ et d'arrêt des cordons et la réduction de leur taille réduisent donc l'intensité de la texture. Une autre approche pourrait être de faire varier les directions de lasage couche après couche pour à minima réduire la texturation dans le plan (XY). La croissance épitaxiale des grains et leur morphologie ne paraît pas modifiable à travers la paramétrie de lasage.

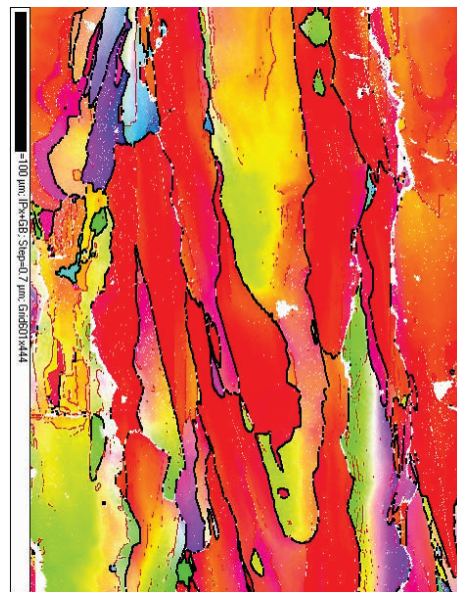


(a)

(b)

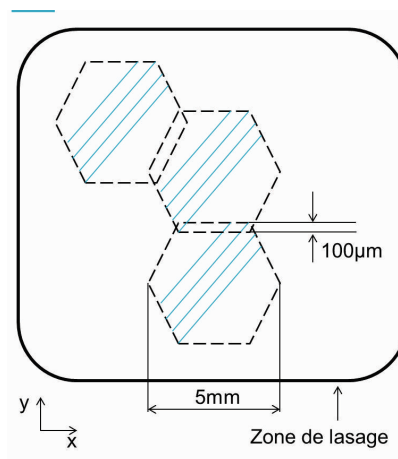


(c)

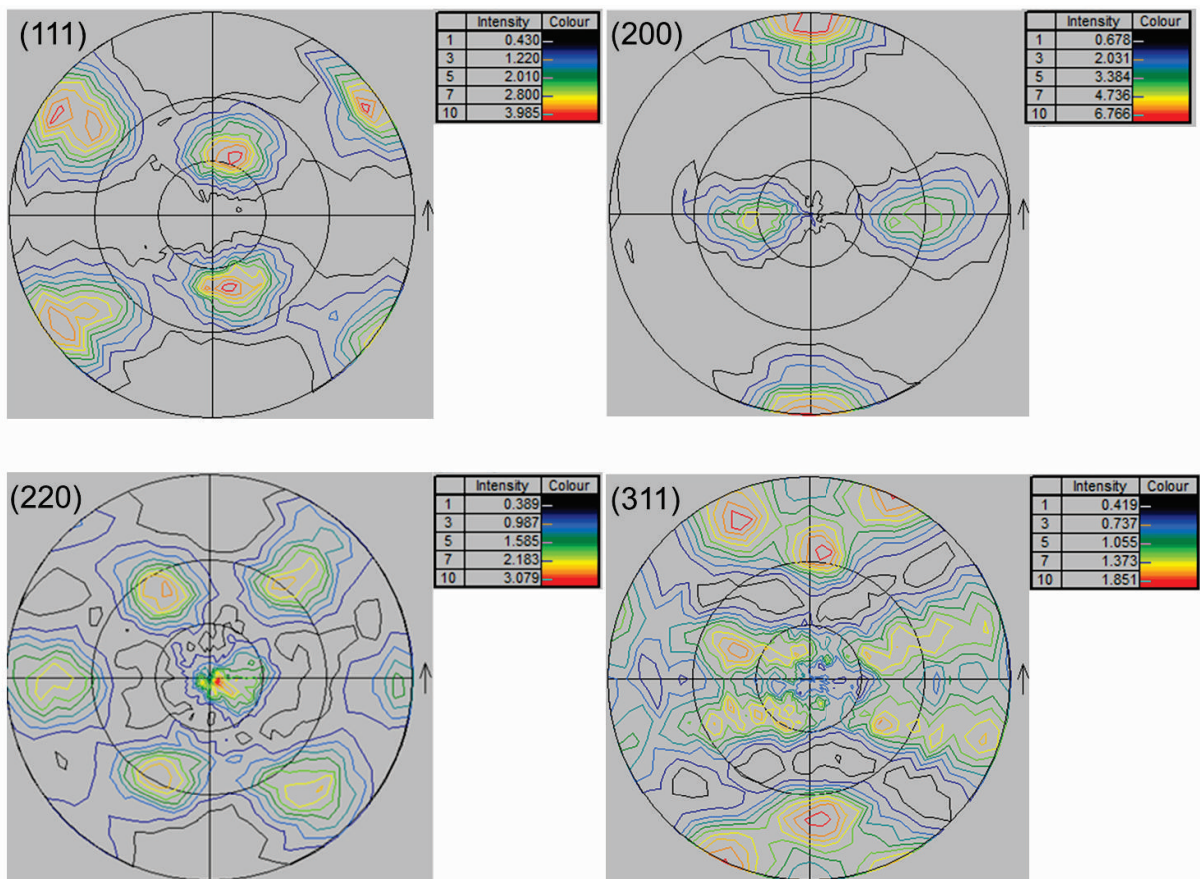


(d)

FIGURE 4.19 – a) Analyse au microscope optique d'un échantillon pré-lasé observé dans le plan perpendiculaire au plateau support ; b) Code couleur, fonction des plans principaux de la structure c.f.c, utilisé pour l'IPF ; c) Cliché EBSD en contraste de bande (joints de grains définis pour une désorientation $>15^\circ$ et une sous-structure $<5^\circ$) ; d) Distribution des plans (hkl) parallèles à la direction d'édification



(a)



(b)

FIGURE 4.20 – a) Illustration de la stratégie de lasage hexagonale; b) Figures de pôles directes des plans (hkl) : (111), (200), (220), (311) obtenue à partir d'un échantillon édifié avec la stratégie de lasage correspondante

Effet des traitements thermiques : Deux traitements thermiques post fabrication sont effectués avant de désolidariser les échantillons du plateau par électroérosion :

1. Revenu de 2h à 300°C, noté SR
2. Mise en solution à 530°C pendant 2h - trempe à l'eau - Revenu T6

Suite aux deux traitements thermique, la morphologie et la taille de grains restent globalement inchangées (figure 4.21). Cette non variation est cohérente avec les constatations faites par Kimura et al. [33] et Yang et al. [35] sur les alliages de fonderie. Les fissures sont toujours visibles, d'orientations et tailles équivalentes à l'état brut. Ceci confirme que la fissuration se forme à chaud et non à froid lors de la désolidarisation des échantillons (là où les contraintes se "relachent").

Dans le plan (XY), la taille de grains a tendance à croître sous l'effet du traitement d'homogénéisation à 300 °C. Cet effet est exacerbé dans les zones les plus éloignées des fissures. A proximité, la taille de grains demeure plus fine. En revanche, les grains allongés et orientés perpendiculairement aux fissures ne sont plus visibles. La sous-structuration visible dans le plan (XY) est également réduite.

Après mise en solution, trempe et revenu T6, des porosités sphériques d'une dizaine de microns se forment, principalement aux joints de grains. Il est probable qu'à haute température, le dihydrogène présent dans les porosités ou encore en solution solide s'expand ou diffuse et coalesce dans les zones de défaut. L'aluminium, ayant perdu une partie de sa ténacité, facilite la croissance de ces porosités. En revanche la température de mise en solution retenue dans le cadre des travaux n'agit pas sur la taille de grains ni sur leur morphologie.

En termes de texturation locale, les deux traitements ne modifient pas l'orientation initiale des grains colonnaires suivant $\langle 100 \rangle$ dans la direction d'édification.

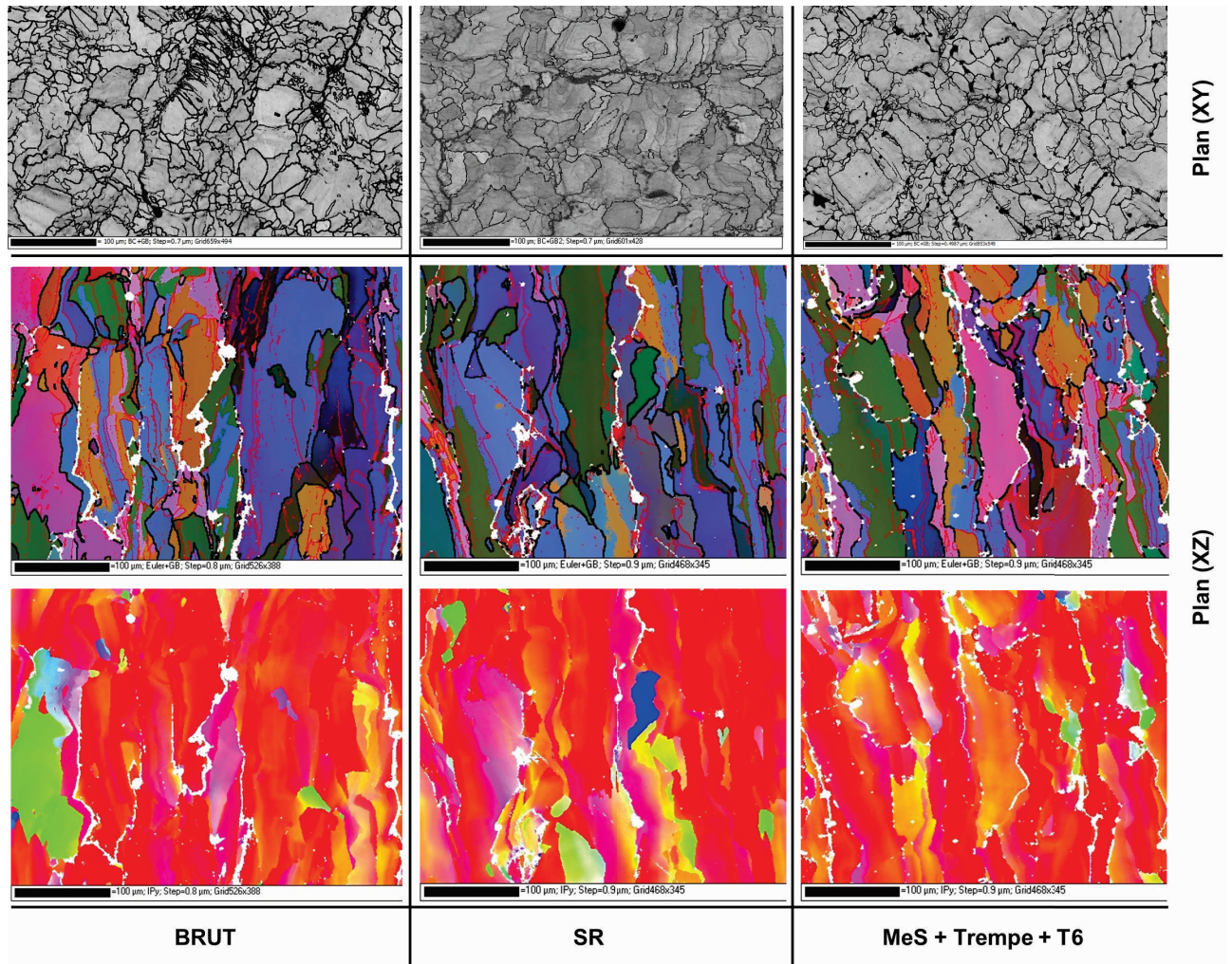


FIGURE 4.21 – Evolution des microstructures d'Al6061 après traitement thermique ; Figures dans le plan (XY) obtenue par cartographie EBSD et en contraste de bande ; Figures dans le plan (XZ) obtenues par cartographie EBSD dans le repère eulérien et par figure de pole inverse

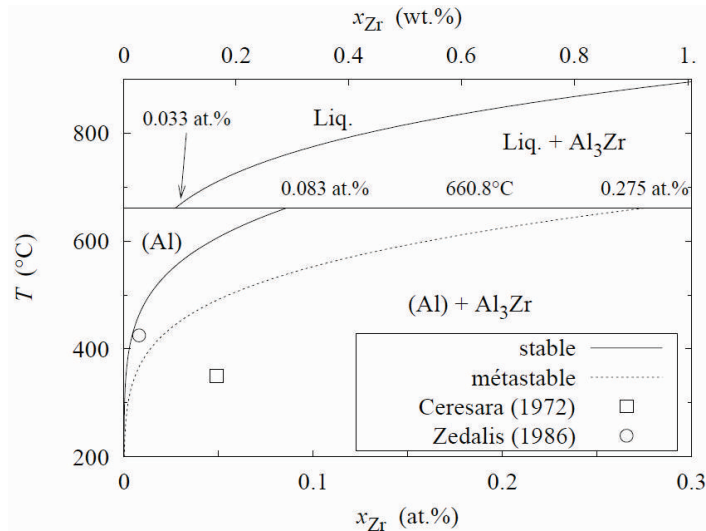


FIGURE 4.22 – Diagramme de phase Al-Zr [55]

4.4.3 Ajout d'élément germinant

Les travaux précédents ont montrés que le changement des paramètres de fabrication ne permet pas d'annihiler complètement le phénomène de fissuration à chaud. L'une des hypothèse initiales, qui sera discutée plus tard, est que la taille de grains est l'un des facteurs prépondérants sur l'apparition de ce phénomène. En effet, comme le décrit le modèle Rappaz-Drezet-Grenaud (RDG) [32], les fissures apparaissent lorsque le liquide n'est plus en capacité de combler les zones interstitielles en tensions. Hors puisque la taille de grains est élevée et non modifiée par la paramétrie étudiée, le liquide n'a que très peu de voies de circulation pour combler les effets du retrait et des contraintes thermiques.

La seconde piste étudiée est donc d'ajouter un élément germinant dans la composition initiale de l'Al6061. Plusieurs solutions sont envisagées : l'ajout de Zirconium, de Scandium ou encore de TiB₂ qui sont des constituants connus pour affiner la taille de grains des alliages de coulée. Ces éléments ont pour trait commun d'avoir une faible solubilité dans l'aluminium et de conduire à la précipitation de composés ordonnés appelés dispersoïdes. Ces éléments ont pour propriétés d'être anti-recristallisants et également durcissants [55]. Pour tester l'ajout de ces éléments, le mélange de poudre par agitateur tridimensionnel est retenu car facilement applicable. Cette technique consiste à ajouter dans un récipient deux ou plusieurs lots de poudres puis de les mélanger à travers des mouvements répétés dans les trois dimensions. Un mélangeur trubula T2F est utilisé dans le cadre de cette étude.

Après recherche de poudres dont la granulométrie est proche de celle de l'Al6061, une poudre de Zirconium-Aluminium pré-allié Zr90wt%/Al10wt% est retenue. Cette poudre est pré-alliée car le comportement de la poudre micronique de zirconium est trop pyrophorique pour que la poudre de matériau pur soit manipulée.

Le composé le plus riche en aluminium du diagramme de phase Al-Zr est l' Al_3Zr . Ce composé possède une structure stable DO₂₃, structure tétragonale centrée basée sur la

maille c.f.c. avec 8 atomes par maille élémentaire. Elle possède un paramètre de maille $a=4.001 \text{ \AA}$ très proche de celui de l'aluminium ($a = 4,032 \text{ \AA}$) et une différence de densité atomique inférieure à 1 %. Elle a donc un pouvoir de germination élevé. La limite de solubilité du zirconium dans l'aluminium est très basse (figure 4.22), elle est de 0,083 at% à la température du péritectique ($T = 661 \text{ }^\circ\text{C}$) [55]. En plus d'être un site de germination favorable, l' Al_3Zr apparaît donc pour des taux locaux de zirconium faible. Sa stabilité à haute température lui assure possiblement un fort pouvoir anti-recristallisant lors des passages successifs du laser.

Trois mélanges sont testés à 1 wt%, 2 wt% et 5 wt% de Zr par rapport à la composition globale de l'alliage théorique. Ils sont respectivement notés A,B et C. Les poudres sont mises au turbula pendant 24h. Elles sont ensuite transportées avec précaution vers la machine d'impression pour limiter tout effet de ségrégation.

4.4.3.1 Densité matière

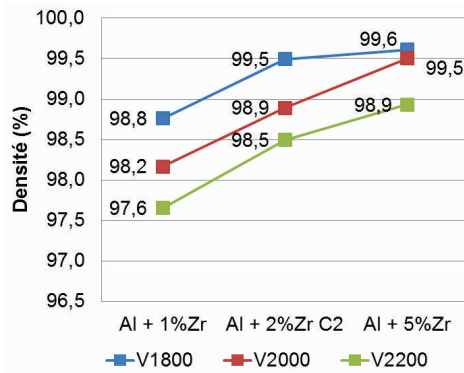
Pour la mise en oeuvre des trois mélanges, la puissance laser retenue est de 285 W. La stratégie de lasage et l'épaisseur de couche sont les mêmes que pour l'Al6061 seul. Trois vitesses sont testées 1800 mm/s, 2000 mm/s et 2200 mm/s soit en densité d'énergie volumique 53 J/mm^3 , 48 J/mm^3 et 43 J/mm^3 .

La densité matière augmente systématiquement lorsque le taux de zirconium croît et ce pour les trois paramétries implémentées (figure 4.23a). Cette augmentation est la plus marquée entre 1 wt% et 2 wt% de zirconium. Pour les trois mélanges, la densité matière maximale est obtenue lorsque la densité d'énergie est la plus importante. Finalement la densité maximale est de 99,6 % soit 2 % de plus que l'Al6061 sans élément additionnel. Pour une même paramétrie, le taux de porosité et de fissures décroît drastiquement entre l'Al6061 seul et l'ajout de 2 wt% de Zr (figure 4.23b). Entre 2 wt% et 5 wt% de Zr, le taux de porosité est stable, en revanche le taux de fissure décroît d'environ 80 %. Pour le mélange C, le phénomène de fissuration est annihilé (figure 4.23c). Lorsque le taux de Zr théorique est de 2 wt% la répartition des fissures est disparate et leurs longueurs inégales.

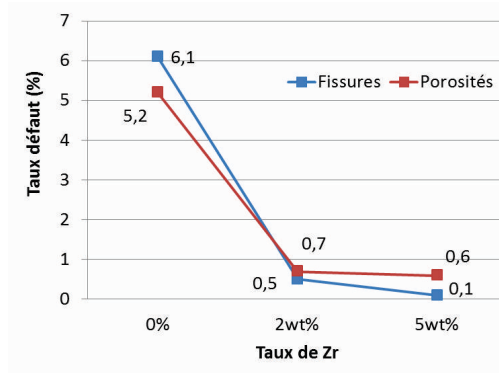
Globalement l'ajout de Zr a un effet bénéfique sur la densité matière et plus particulièrement sur le taux de fissure.

4.4.3.2 Microstructure locale et globale

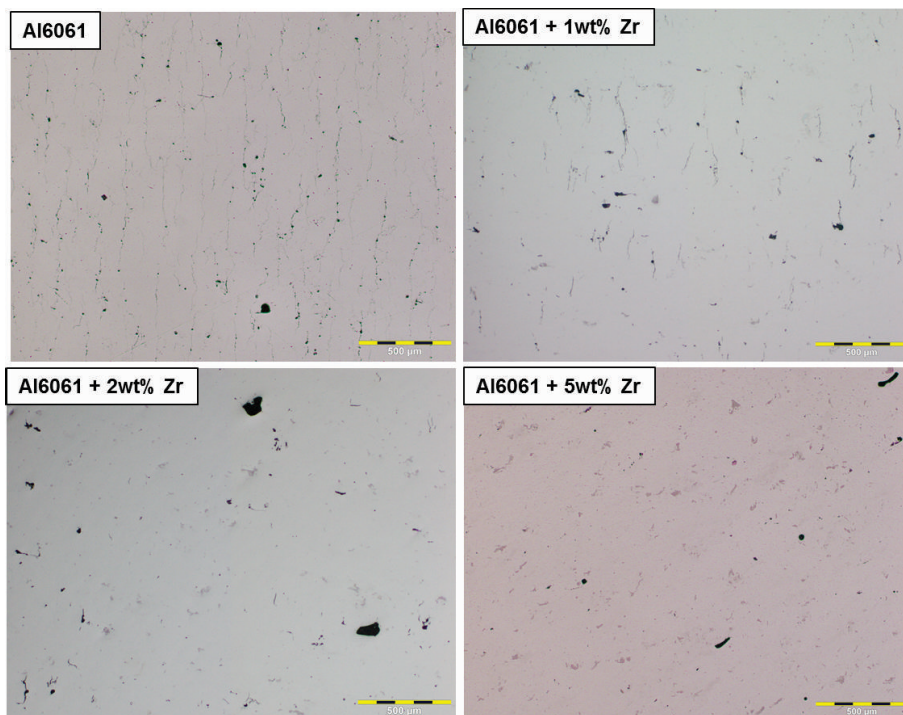
Les analyses EBSD menées sur les échantillons issus des 3 mélanges montrent une décroissance importante de la taille de grains lorsque le taux de Zr augmente (figure 4.24). La taille de grains initiale de plusieurs centaines de microns est réduite à quelques microns voire moins. Elle est inhomogène pour les échantillons A et B. Le mélange de poudre n'est probablement pas complètement homogène à l'échelle locale, ainsi en fonction des zones de lasage la composition de l'alliage fondu n'est peut-être pas équivalente. En revanche les variations granulaires en termes de morphologie et de taille sont homogènes lorsque le taux de Zr est de 5 wt%. Contrairement à l'alliage de référence les fronts de solidification des cordons sont révélés à travers la variation de morphologie et de taille de grains. La figure 4.25 à plus fort grossissement montre que les grains sont équiaxes et submicroniques au front de solidification. Au coeur du cordon, la croissance de grains semble être de nouveau colonnaire sur quelques dizaines de microns et orientée vers le centre du cordon plutôt que verticalement. Cette variation est également visible



(a)



(b)



(c)

FIGURE 4.23 – a) Variation de la densité matière en fonction des 3 mélanges d'Al6061-Zr et de 3 niveaux de vitesses ; b) Variation du taux de porosité et de fissures en fonction de la quantité de Zr ajoutée ($P = 285 \text{ W}$, $V = 1800 \text{ mm/s}$, $E_v = 70 \mu\text{m}$) ; c) Imagerie au microscope optique dans le plan (XZ)

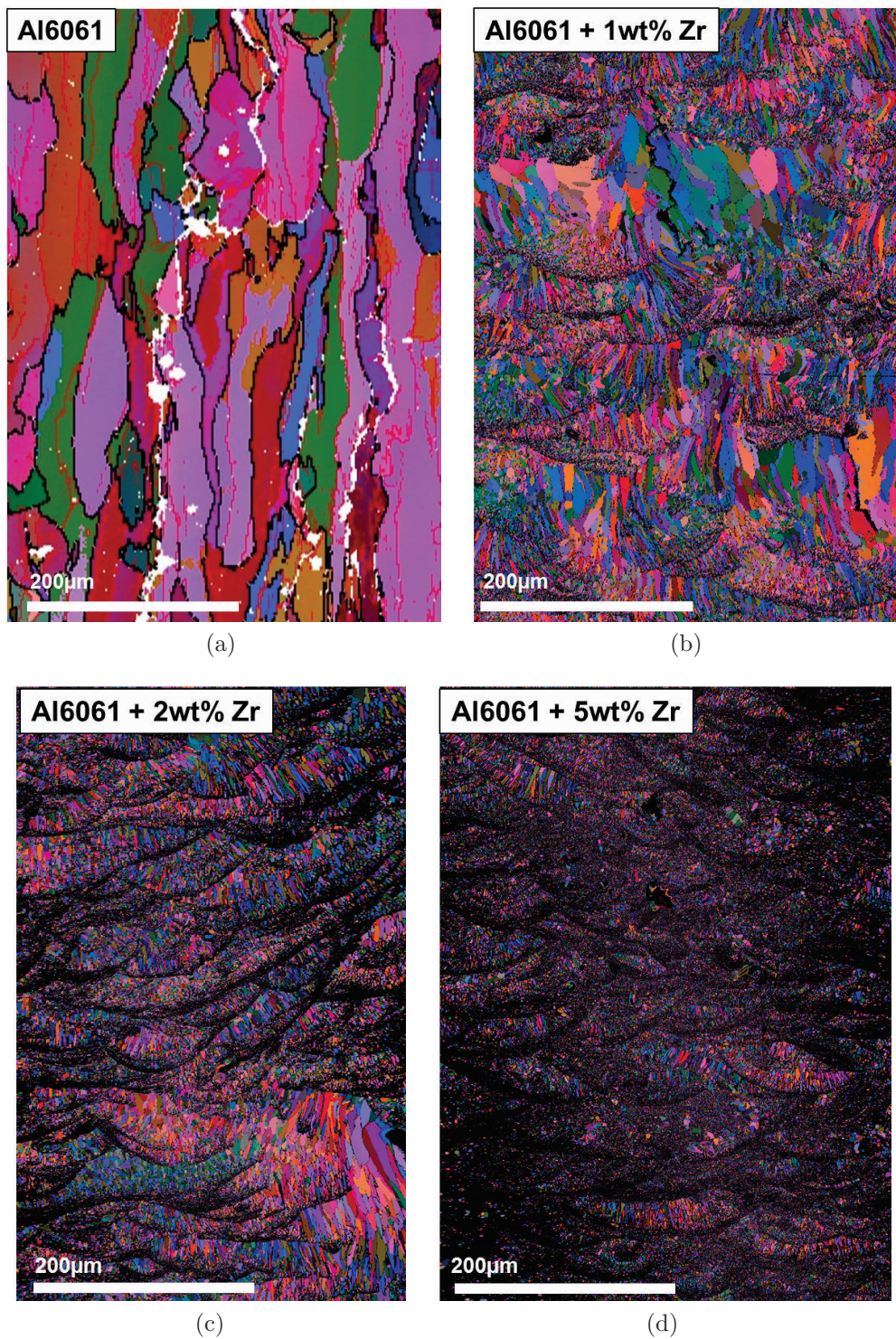
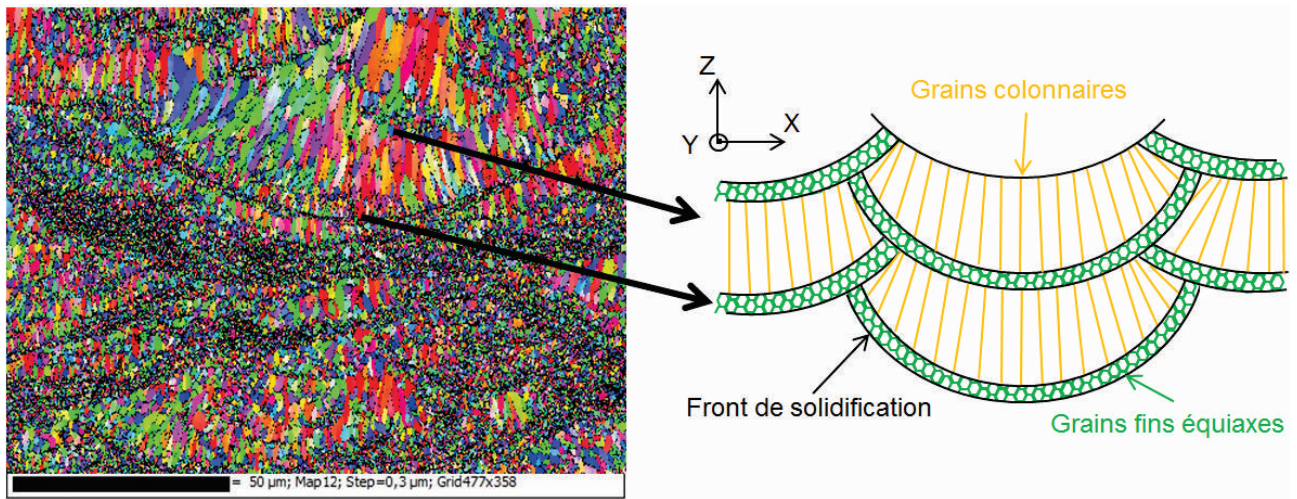
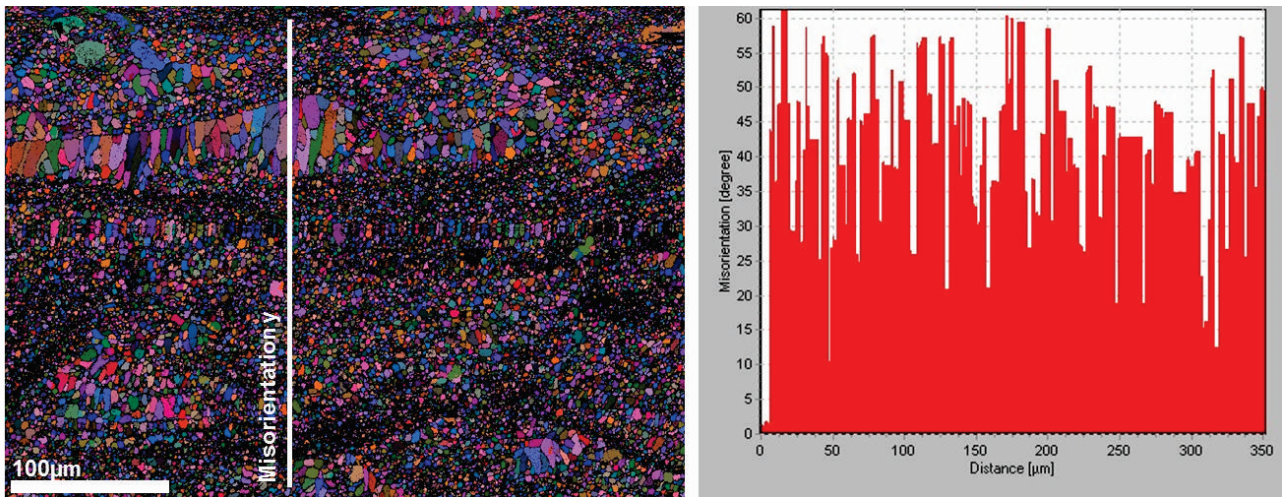


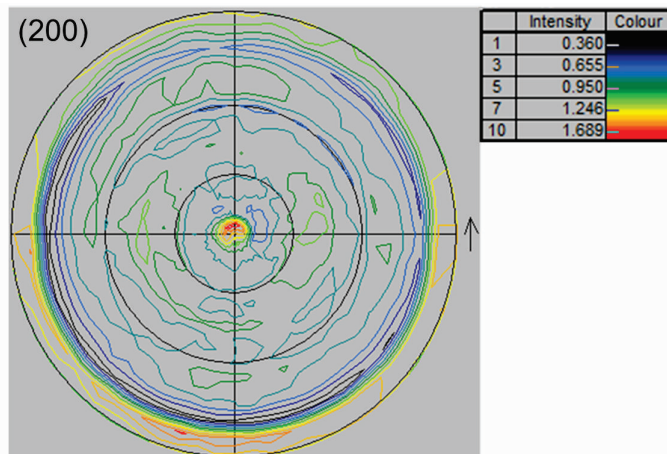
FIGURE 4.24 – Cartographie EBSD-Euler dans le plan (XZ) en fonction du taux massique de Zr ajouté à l’alliage de référence par agitateur tridimensionnel : a) Al6061 brut, b) 1wt%, c) 2wt%, d) 5wt%



(a)



(b)



(c)

FIGURE 4.25 – a) Variation de la morphologie, de la taille de grains et de la distribution des plans $(hkl)//$ à la direction d'édification, révélé par cartographie EBSD dans le plan (XZ) pour un taux massique de Zr de 5wt%; b) Profil de désorientation dans la direction d'édification; c) Figure de pôle directe du plan (200) pour une stratégie de lasage en allé/retour ($P = 285$ W, $V = 1800$ mm/s; $E_v = 70$ μm)

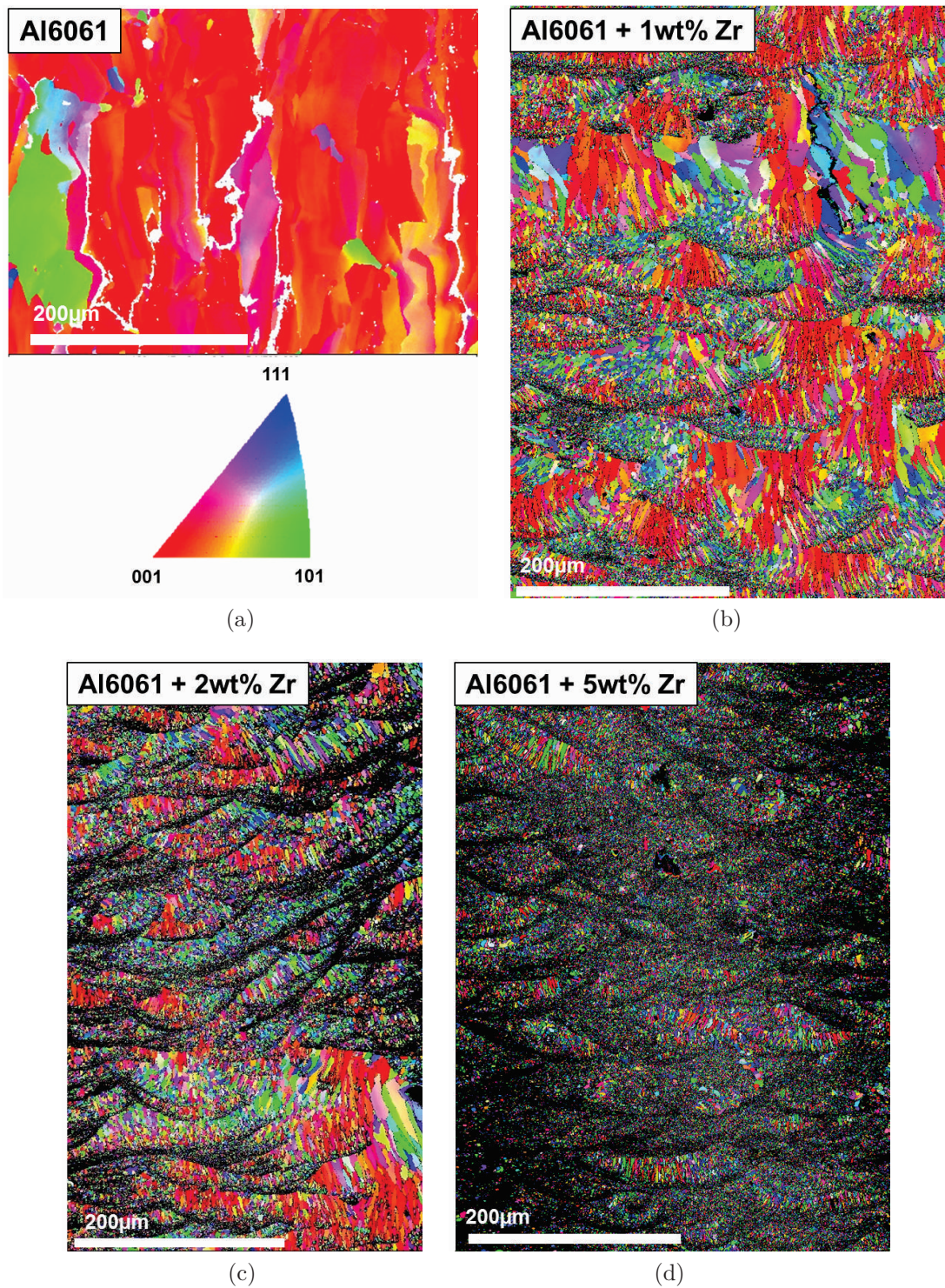


FIGURE 4.26 – Distribution des plans (hkl)// à la direction d'éédification observée dans le plan (XZ) en fonction du taux massique de Zr ajouté : a) Al6061 brut, b) 1wt%, c) 2wt%, d) 5wt%

pour les autres mélanges mais de façon plus disparate. D'autre part, l'apparition de fissures se fait là où la taille de grains est la plus importante. Même si elle est réduite, au minimum, de l'ordre de 75 % dès l'ajout de 1wt% de Zr cela ne semble pas suffire pour palier au phénomène de fissuration à chaud. En effet, pour le mélange A (figure 4.24b) la fissure visible apparaît là où la croissance est colonnaire (épitaxique), parallèle à la direction de construction, et se propage sur plus de deux épaisseurs de cordons. Globalement le Zr agit bien comme un élément germinant et anti-recristallisant. En revanche cet effet varie en fonction de la composition des mélanges de poudre mais aussi probablement en fonction des conditions de refroidissement à l'échelle du cordon. Les travaux menés par la suite auront pour objectif de confirmer ou infirmer à ces hypothèses. En termes de texturation locale, l'orientation des grains est de plus en plus hétérogène lorsque le taux de Zr croît (figure 4.26a). L'orientation préférentielle des grains suivant $\langle 100 \rangle$ parallèlement à la direction d'édification apparaît lorsque les grains sont colonnaires, dirigés verticalement et se propagent sur au moins deux épaisseurs de couche. Avec 5 wt% de Zr (figure 4.25b) cette texturation n'est plus visible, même si la croissance de grains est colonnaire. Comme le montre le profil de désorientation, la distribution des orientations est très hétérogène et ce même lorsque les grains sont fins. La croissance préférentielle suivant $\langle 100 \rangle$ ne prend pas le dessus sur les orientations aléatoires de début de cristallisation. Les mesures effectuées par diffraction aux DRX confirment les constatations faites à l'échelle locale (figure 4.25c). La distribution des orientations dans le plan parallèle au plateau de fabrication est répartie de manière homogène. L'orientation préférentielle de la famille de plan $\{001\}$ perpendiculairement à la direction d'édification n'est également plus visible. Il est possible que la proximité de la structure et des paramètres de mailles des phases d' Al_xZr_y avec l'aluminium c.f.c ne permette pas de les identifier par DRX.

4.4.3.3 Analyse des précipités intra-cordon

Afin d'identifier les facteurs influents sur le gradient morphologique et surfacique granulaire intra-cordon, illustré figure 4.27d, une première analyse est effectuée par microscopie électronique en transmission sur l'échantillon C. Pour ce faire deux lames sont préparées par sonde ionique focalisée (FIB); l'une au centre du cordon, notée C pour colonnaire, l'autre au front de solidification, notée E pour équiaxe (figure 4.27c). Les premières images macroscopiques obtenues en champ clair montrent déjà plusieurs éléments différenciant entre les deux zones.

Au front de solidification, là où les grains sont équiaxes et submicroniques, les porosités sont concentrées aux joints de grains et plus précisément au point triple (figure 4.27a). Comparativement au coeur du cordon, elles sont plus grossières et plus nombreuses. Dans la zone colonnaire, les grains sont composés de particules nanométriques globulaires et décorés de liserés (figure 4.27b). Ces particules intragranulaires sont également visibles au front de solidification en revanche elles sont moins nombreuses et parfois de forme plus parallélépipédique.

Plusieurs quantifications chimiques sont effectuées dans les deux zones sur les particules présentes aux joints de grains et au coeur, notées respectivement figures 4.28, précipités intergranulaires et intragranulaires. Ces quantifications sont comparées à celles effectuées dans la matrice de chaque zone.

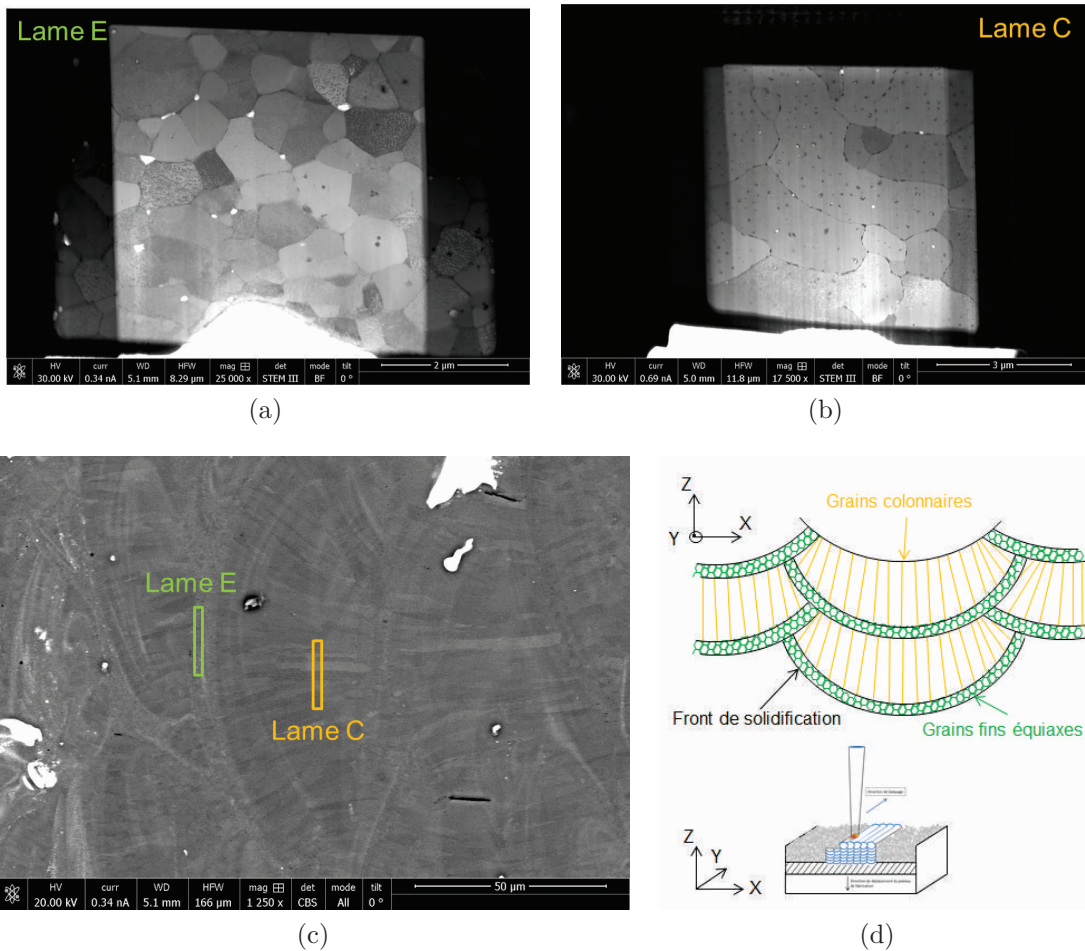
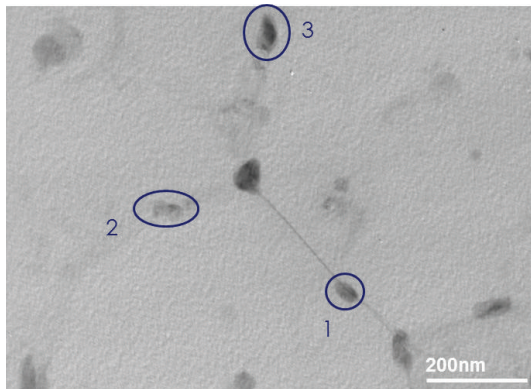


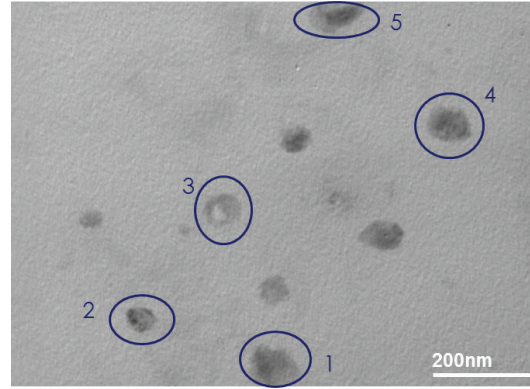
FIGURE 4.27 – Visualisation par microscopie électronique en transmission en champ clair des lames E (figure a) et C (figures b); c) Localisation des lames par rapport au gradient de morphologie granulaire dans le plan (XZ); d) Représentation schématique de cette variation à l'échelle du cordon

éléments	Précipités Intergranulaires	Précipités Intragranulaires	Quantification Lame	Inter-Lame	Intra-Lame
Al (wt%)	85,7	86,1	96,3	-10,6	-10,2
Zr (wt%)	0,0	0,0	1,0	-1,0	-1,0
Ti (Wt%)	1,5	0,6	0,0	1,5	0,6
Si (Wt%)	1,0	5,2	0,6	0,4	4,6
Mg (Wt%)	0,4	2,4	1,5	-1,1	0,9
Mn (Wt%)	2,4	0,9	0,1	2,3	0,8
Fe (Wt%)	9,0	4,9	0,6	8,4	4,3

(a)



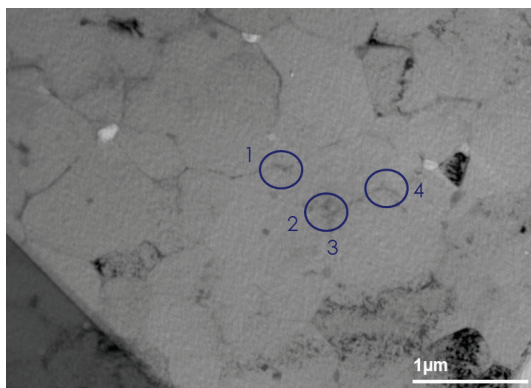
(b)



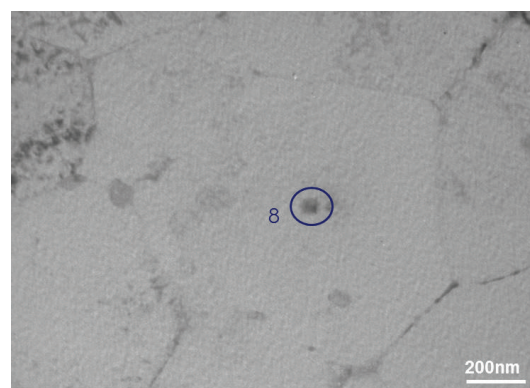
(c)

Eléments	Point Triples	Précipité intragranulaire	Quantification Lame	PT-Lame	Intra-Lame
Al (wt%)	73,8	52,3	90,7	-16,9	-38,4
Zr (wt%)	0,05	44,2	0,5	-0,5	43,7
Ti (Wt%)	0,2	0,2	0	0,2	0,2
Si (Wt%)	3,5	0	0,4	3,1	-0,4
Mg (Wt%)	2,5	0,3	1,4	1,1	-1,1
Mn (Wt%)	0,05	0	0	0,1	0,0
Fe (Wt%)	8,8	0,9	0,9	7,9	0,0
Cr (Wt%)	1,1	1,2	0,4	0,7	0,8
Zn (Wt%)	8,9	0,8	5,7	3,2	-4,9

(d)



(e)



(f)

FIGURE 4.28 – a) Récapitulatif et comparatif des moyennes des quantifications chimiques effectuées sur les différents types de précipités identifiés lame C, figures b) et c) précipités intergranulaires et intragranulaires utilisés pour la quantification; d) Récapitulatif et comparatif des moyennes des quantifications chimiques effectuées sur les différents types de précipités identifiés lame E, figures e) et f) précipités intergranulaires et intragranulaires utilisés pour la quantification

Premièrement les particules intergranulaires au coeur du cordon sont riches en fer et manganèse. Les particules nodulaires, d'une cinquantaine de microns, sont plus concentrées en silicium et également en fer. Chimiquement les deux types de particules sont donc différents (figure 4.28a).

Au front de solidification (figure 4.28d), les particules aux joints de grains sont constituées majoritairement de fer, silicium et zinc. Les particules intragranulaires carrés sont riches en zirconium, ce qui confirme la présence de particules de type AlZr qui de par leur fonction de germinant et d'anti-recristallisant permettent d'affiner la taille de grains. Ces particules d'une cinquantaine de microns ne sont pas visibles dans la zone colonnaire. Dans cette dernière la matrice est constituée relativement de 1 wt% de zirconium (figure 4.28). Une part du zirconium apporté est donc soit toujours en solution solide ou en précipités plus fins non visibles à un grossissement macroscopique en champ clair.

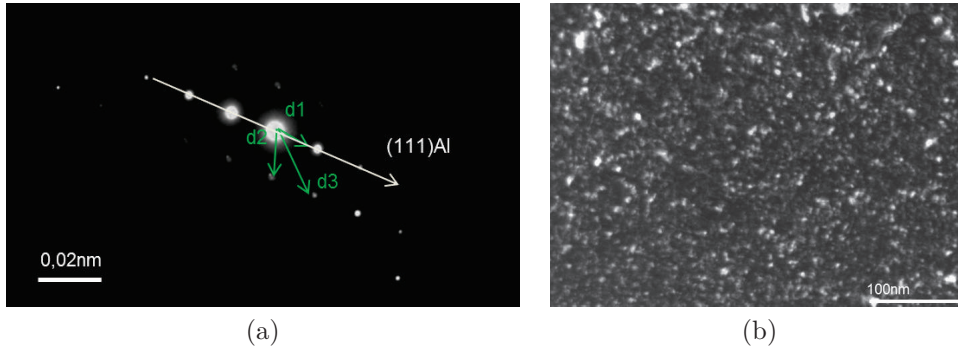
A partir de ces premières quantifications, des analyses par diffraction sont effectuées. Pour chaque cliché de diffraction est associée une image en champ sombre et un tableau comparatif entre les mesures expérimentales et les données théoriques fournies par les fiches ICDD [222].

Coeur du cordon - Lame C : Contrairement aux images macroscopiques, de très fins précipités intragranulaires d'une dizaine de nanomètres sont observés. Ils sont répartis de façon homogène et dense. La phase de ces précipités est l' Al_2Zr de structure hexagonale P63/mmc dont les paramètres de mailles sont $a = 5,281 \text{ \AA}$ et $c = 8,742 \text{ \AA}$ (figure 4.29). Les précipités sont orientés de façon identique et sont semi-cohérents avec la matrice suivant les plans $(200)_{Al_2Zr}$ et $(111)_{Al}$. Contrairement aux données de la littérature [55], les précipités sont répartis de façon homogène dans la matrice et ne sont pas alignés suivant la direction des dislocations.

Seul un cliché de diffraction des précipités grossiers a permis d'identifier une phase, les autres analyses n'ont pas abouti. Les phases dont les paramètres ont été comparés aux données expérimentales sont de type Mg_xSi_y ; $Al_xFe_ySi_z$; Al_xZr_y ; $Al_xMg_ySi_zCu_w$. La phase du précipité identifiée par focalisation du diaphragme (figure 4.29e) est l' $Al_{81}Fe_{23}Si_{15}$ de structure hexagonale P63/mmc dont les paramètres de maille sont $a = 12,3 \text{ \AA}$ et $c = 26,32 \text{ \AA}$. Aucune cohérence avec la matrice n'est identifiée. Ces résultats sont en accord avec les analyses chimiques effectuées précédemment.

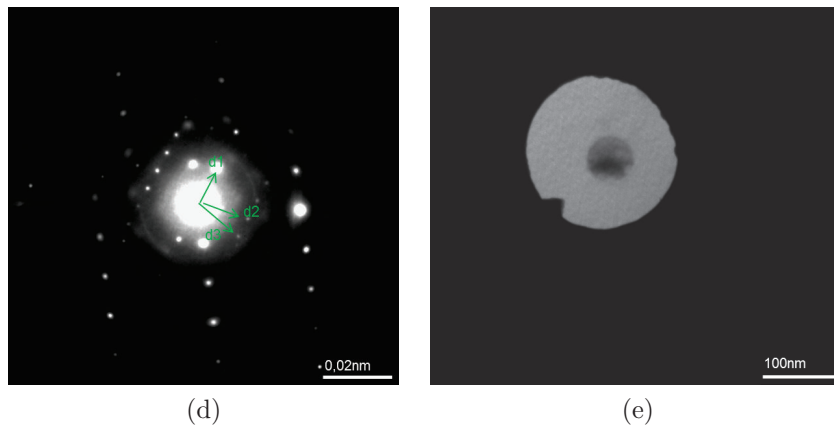
Les précipités aux joints de grains riches en fer et manganèse n'ont également pas été identifiés par méthode traditionnelle, c'est à dire en comparant les mesures expérimentales faites sur les diagramme de diffraction par rapport aux données théoriques.

Front de solidification - Lame E : Tout comme dans la zone colonnaire, de très fins précipités intragranulaires d'une dizaine de nanomètres sont observés. Ils sont également répartis de façon homogène et dense. En revanche la phase d'AlZr identifiée est plus riche en zirconium, elle est de type Al_3Zr_5 de structure hexagonale P63/mmc dont les paramètres de maille sont $a = 8.18 \text{ \AA}$ et $c = 5,7 \text{ \AA}$ (figure 4.30). Ces précipités sont plus fins que ceux d' Al_3Zr stables de structure DO_{23} , identifiés dans la littérature



$ d1 _{\text{mesuré}}=2,28\text{Å}$; $ d1 (200)_{\text{théorique}}=2,29\text{Å}$ $ d2 _{\text{mesuré}}=2,49\text{Å}$; $ d2 (103)_{\text{théorique}}=2,45\text{Å}$ $ d3 _{\text{mesuré}}=1,48\text{Å}$; $ d3 (213)_{\text{théorique}}=1,49\text{Å}$	$R1^{\wedge}R2_{\text{mesuré}}=74^{\circ}$; $R1^{\wedge}R2_{\text{calculé}}=74^{\circ}$ $R1^{\wedge}R3_{\text{mesuré}}=36^{\circ}$; $R1^{\wedge}R3_{\text{calculé}}=35,6^{\circ}$ $R2^{\wedge}R3_{\text{mesuré}}=31^{\circ}$; $R2^{\wedge}R3_{\text{calculé}}=29,9^{\circ}$
---	--

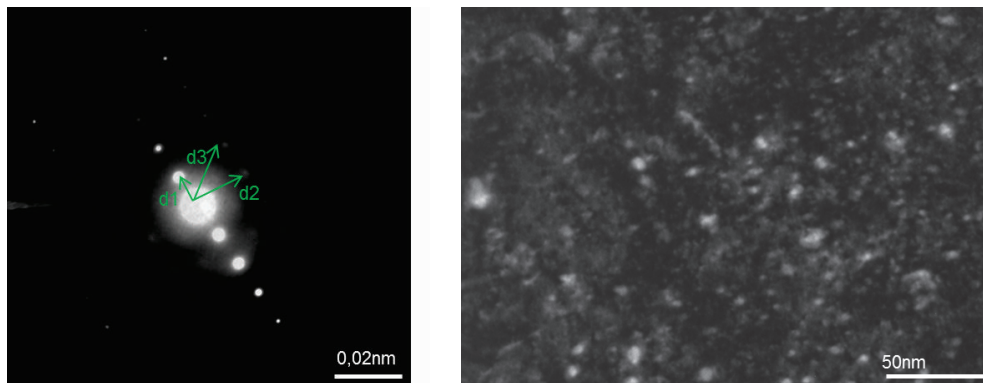
(c)



$ d1 _{\text{mesuré}}=4,78\text{Å}$; $ d1 (105)_{\text{théorique}}=4,71\text{Å}$ $ d2 _{\text{mesuré}}=1,85\text{Å}$; $ d2 (418)_{\text{théorique}}=1,86\text{Å}$ $ d3 _{\text{mesuré}}=1,87\text{Å}$; $ d3 (513)_{\text{théorique}}=1,89\text{Å}$	$R1^{\wedge}R2_{\text{mesuré}}=79^{\circ}$; $R1^{\wedge}R2_{\text{calculé}}=76^{\circ}$ $R2^{\wedge}R3_{\text{mesuré}}=22^{\circ}$; $R2^{\wedge}R3_{\text{calculé}}=23^{\circ}$ $R1^{\wedge}R3_{\text{mesuré}}=100^{\circ}$; $R1^{\wedge}R3_{\text{calculé}}=99^{\circ}$
---	---

(f)

FIGURE 4.29 – Précipités P63/mmc d' Al_2Zr observés au MET au coeur du cordon : a) figure de diffraction, b) figure en champ sombre et c) comparaison entre les mesures expérimentales et les données théoriques; Précipités P63/mmc d' $Al_{81}Fe_{23}Si_{15}$ observés au MET au coeur du cordon : d) figure de diffraction, e) figure en champ sombre et f) comparaison entre les mesures expérimentales et les données théoriques

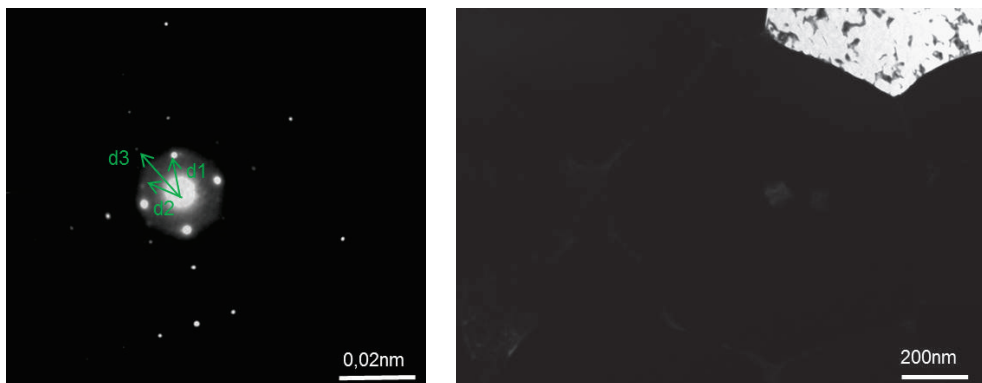


(a)

(b)

$ d1 _{\text{mesuré}} = 2,84 \text{ \AA}$; $ d1 _{(002)}_{\text{théorique}} = 2,85 \text{ \AA}$ $ d2 _{\text{mesuré}} = 1,72 \text{ \AA}$; $ d2 _{(400)}_{\text{théorique}} = 1,77 \text{ \AA}$ $ d3 _{\text{mesuré}} = 1,48 \text{ \AA}$; $ d3 _{(402)}_{\text{théorique}} = 1,50 \text{ \AA}$	$R1^{\wedge}R2_{\text{mesuré}} = 90^{\circ}$; $R1^{\wedge}R2_{\text{calculé}} = 90^{\circ}$ $R2^{\wedge}R3_{\text{mesuré}} = 30^{\circ}$; $R2^{\wedge}R3_{\text{calculé}} = 30^{\circ}$ $R1^{\wedge}R3_{\text{mesuré}} = 59^{\circ}$; $R1^{\wedge}R3_{\text{calculé}} = 58^{\circ}$
--	--

(c)



(d)

(e)

$ d1 _{\text{mesuré}} = 2,84 \text{ \AA}$; $ d1 _{(112)}_{\text{théorique}} = 2,89 \text{ \AA}$ $ d2 _{\text{mesuré}} = 2,67 \text{ \AA}$; $ d2 _{(221)}_{\text{théorique}} = 2,65 \text{ \AA}$ $ d3 _{\text{mesuré}} = 1,72 \text{ \AA}$; $ d3 _{(131)}_{\text{théorique}} = 1,73 \text{ \AA}$	$R1^{\wedge}R2_{\text{mesuré}} = 72^{\circ}$; $R1^{\wedge}R2_{\text{calculé}} = 74^{\circ}$ $R2^{\wedge}R3_{\text{mesuré}} = 35^{\circ}$; $R2^{\wedge}R3_{\text{calculé}} = 35^{\circ}$ $R1^{\wedge}R3_{\text{mesuré}} = 37^{\circ}$; $R1^{\wedge}R3_{\text{calculé}} = 39^{\circ}$
--	--

(f)

FIGURE 4.30 – Précipités $P63/mmc$ d' Al_3Zr_5 observés au MET au front de solidification : a) figure de diffraction, b) figure en champ sombre et c) comparaison entre les mesures expérimentales et les données théoriques ; Précipités $cmcm$ d' $Al_2Fe_3Si_4$ observés au MET au front de solidification : d) figure de diffraction, e) figure en champ sombre et f) comparaison entre les mesures expérimentales et les données théoriques

sous forme de bâtonnet de dimensions 500 nm par 50 nm. En revanche la morphologie et la structure identifiée ici, pour les deux états d'AlZr des deux zones d'analyse (lames E et C), est très proche de celle des précipités d' Al_3Zr de structure $L1_2$ dont le rayon moyen varie entre 10 et 30nm [55]. Contrairement à la zone au coeur du cordon, les précipités Al_3Zr_5 identifiés ne sont pas cohérents avec la matrice.

Enfin concernant les précipités grossiers intragranulaires et aux joints de grains, la phase identifiée est l' $Al_2Fe_3Si_4$ de structure orthorhombique Cmc m dont les paramètres de maille sont $a = 3,7 \text{ \AA}$, $b = 12,38 \text{ \AA}$ et $c = 3,67 \text{ \AA}$. Comme l'indique la figure 4.30e ces précipités sont carrés et identiques aux liserés. Contrairement aux analyses chimiques, les précipités grossiers intragranulaires identifiés par diffraction ne sont pas de type AlZr. Il est probable que deux types de précipités grossiers coexistent, le premier à base de fer le second au zirconium. Ce second type n'a pas été identifié lors des analyses des clichés de diffraction.

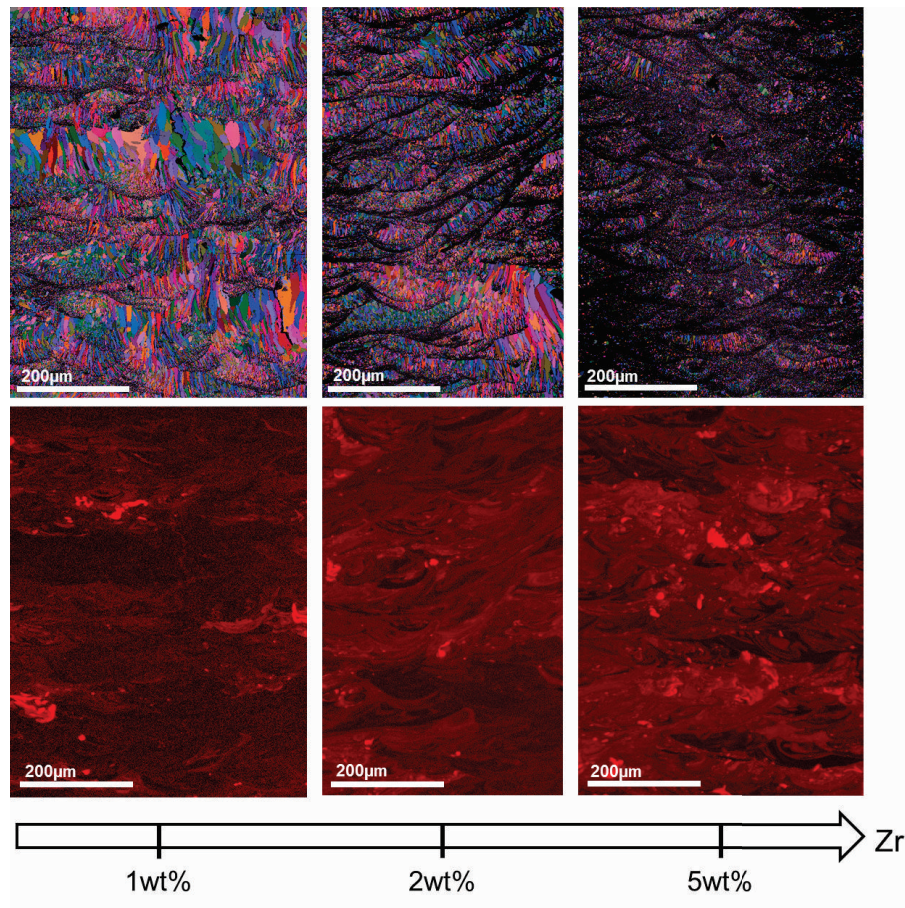
4.4.3.4 Corrélation entre la taille de grains et le taux d'élément germinant local

Une seconde analyse est effectuée afin d'identifier les facteurs influents sur la variation de la surface des grains au sein du cordon de lasage. Cette analyse consiste à réaliser une analyse EBSD couplée à une cartographie EDX dans le but de corrélérer qualitativement et quantitativement la taille de grains au taux local d'élément de Zr.

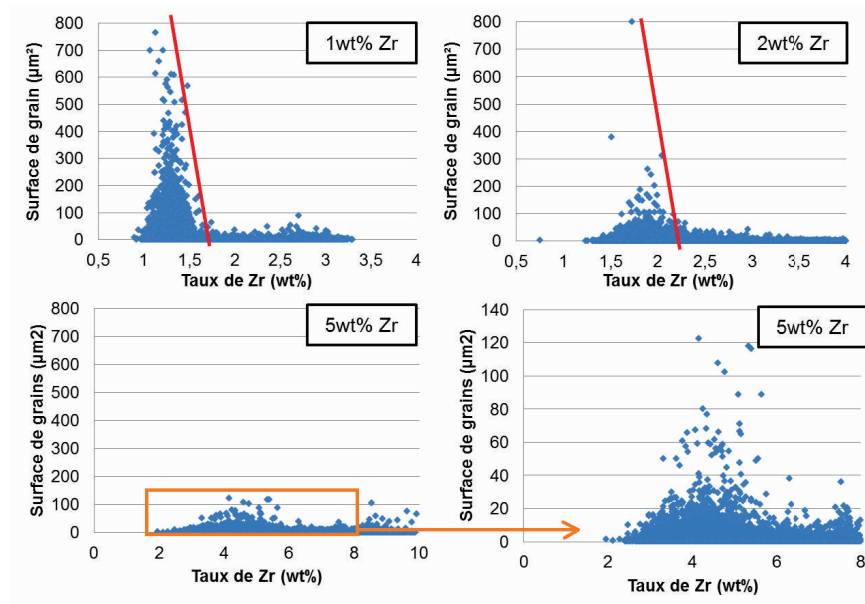
Pour les 3 mélanges d'Al6061 + Zr, le taux de Zr semble varier proportionnellement avec la taille de grain (figure 4.31a). Comme le montre la variation de niveau de rouge relatif à chaque image, plus la taille des grains est fine et plus la concentration de Zirconium locale semble élevée. Certains des fronts de solidification sont révélés par le changement de taille et de morphologie granulaire mais aussi par la variation du taux de zirconium. Les autres éléments tels que le silicium, le fer ou encore le magnésium sont répartis de façon homogène. Le taux de Zr semble croître à proximité du front de solidification.

La présence de particules infondues ou partiellement fondues riche en Zr issues probablement des particules d'Al/Zr sont également visibles. Pour les mélanges A et B, la disparité de taille et de morphologie des grains entre les différentes couches est vraisemblablement la conséquence du mélange de poudres hétérogène. Pour un ajout de 5 wt% de Zr, les fronts de solidification sont visibles sur l'ensemble de la surface analysée. Ceci suppose que l'apport est suffisamment important pour que la taille de grains soit affinée et ce même lorsque le taux local est inférieur au taux nominal. En revanche, un gradient de morphologie et de taille des grains persiste pour l'échantillon C. Globalement une multitude de compositions d'alliages qui dépassent largement le nombre de mélange défini préalablement sont analysables localement.

Afin de corrélérer quantitativement la taille de grains au taux de Zr local, la méthode décrite dans la section 2.2.4.5 est appliquée pour les 3 mélanges étudiés. Cette méthode permet pour chaque zone analysée d'obtenir environ 150 000 données de comparaison. La figure 4.31b montre que l'affinement de la surface de grains en fonction du taux de Zr massique est non linéaire et localement abrupte. Au dessus d'un taux de 1,8 wt%, la surface des grains ne dépasse pas $100 \mu m^2$ pour les trois mélanges. Puisque la



(a)



(b)

FIGURE 4.31 – a) Cartographie EBSD-Euler associée à la cartographie EDX fonction du taux de zirconium pour les 3 mélanges d'Al6061/Zr ; b) Tracés des surfaces de grains fonction des taux de zirconium associés

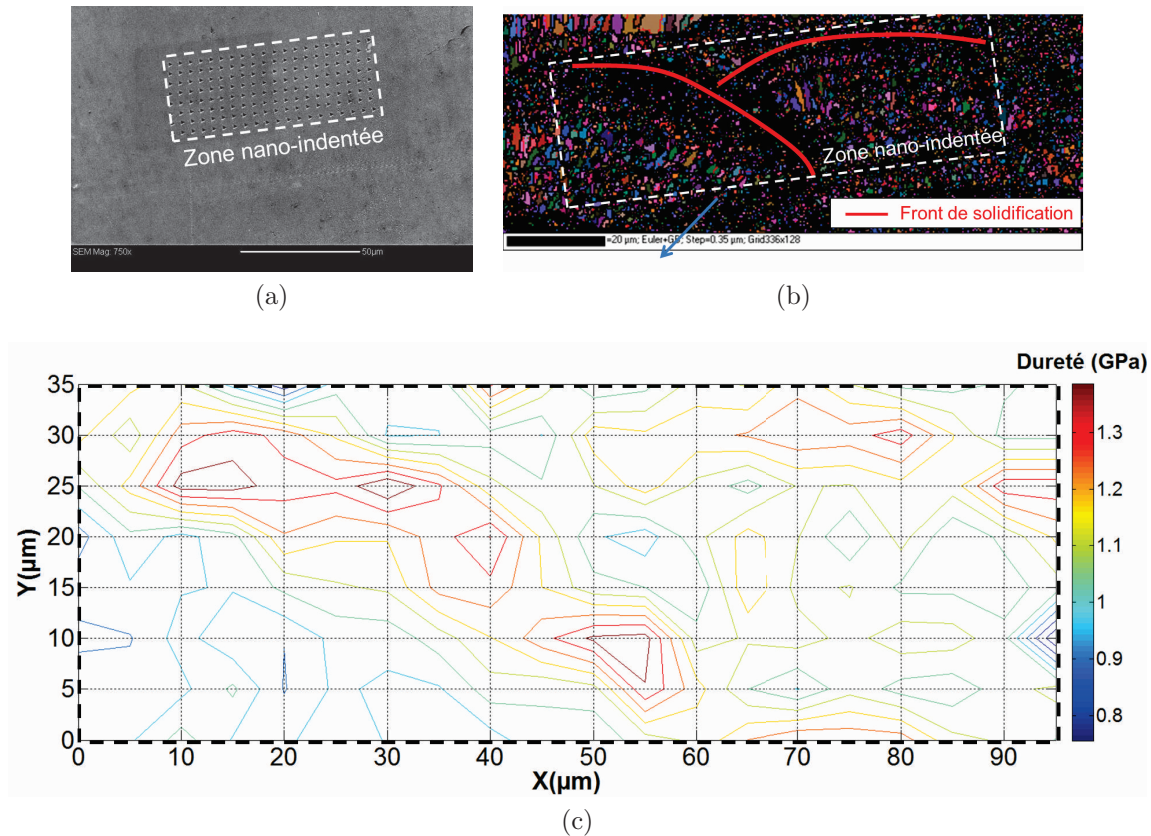


FIGURE 4.32 – a) Imagerie au microscope électronique à balayage de la zone de nano-indentation ; b) Cartographie EBSD-Euler de la zone nano-indentée ; c) Représentation des valeurs de dureté en fonction de la position des indentations

fissuration à chaud apparaît lorsque la longueur des grains est supérieure à la hauteur d'un cordon soit pour une surface supérieure à $100 \mu m^2$, la fissuration à chaud est annihilée dès 2wt% de Zr. Cette densité est 20 fois supérieure à la concentration du mélange péritectique. En deçà la taille de grains est disparate pour un même taux de Zr (voir mélange A).

En revanche même si la taille de grains est fortement réduite, la taille de grains varie entre $10 \mu m^2$ et $120 \mu m^2$ pour des taux massiques compris entre 4 et 6 %. La variation surfacique n'est donc pas uniquement liée à la composition chimique mais aussi probablement aux conditions de solidification.

4.4.3.5 Corrélation entre la taille de grains et la dureté locale

Des mesures par nano-indentation sont effectuées afin d'évaluer les propriétés mécaniques locales du matériau. Dans le plan (XZ) un mapping est réalisé sur une zone choisie aléatoirement au coeur de l'échantillon. La zone analysée est un rectangle de $30 \mu m * 90 \mu m$ discrétisée en 160 points de mesures espacés de $5 \mu m$ (figure 4.32a). Cette analyse est menée sur l'échantillon C le plus riche en Zr.

Les résultats obtenus montrent premièrement que la dureté locale n'est pas homogène

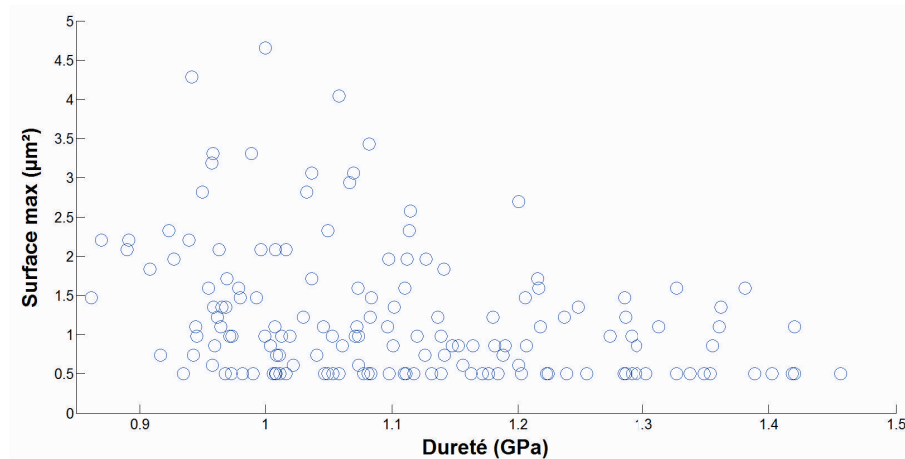


FIGURE 4.33 – Corrélation entre la dureté locale mesurée par nano-indentation et la surface moyenne des grains voisins à $\pm 2\mu\text{m}$

et varie entre 0.8 GPa et 1.4 GPa (figure 4.32c). Cette variation est fonction de la taille de grains et donc de la position dans le cordon de lasage. Au front de solidification, là où la taille de grains est la plus fine la dureté est la plus élevée (figure 4.32b). Comme le montre la figure 4.32c la position des fronts de solidification est révélée sur la carte des duretés.

Ces premières constatations qualitatives sont complétées par une approche quantitative qui consiste à associer pour chaque mesure de dureté une surface de grain (taille de grains). La taille des indentations dépassant parfois celles des grains, les mesures de dureté sont corrélées à la moyenne des surfaces des grains distant à $\pm 2\mu\text{m}$ de la localisation de la mesure. Pour les grains grossiers seule la surface d'un grain est prise en compte. Le script matlab est détaillé annexe 7.4.

Pour les valeurs de dureté supérieures à 1.2 GPa, la surface de grains ne dépasse pas $2\mu\text{m}^2$ (4.33). Les mesures moyennes de dureté les plus faibles correspondent bien aux surfaces de grains les plus élevées. En revanche en deçà de 1,2 GPa, plusieurs niveaux de dureté sont associés aux mêmes valeurs de surfaces de grains des plus fins aux plus grossiers. L'effet Hall-Petsch n'est donc probablement pas le seul à influencer sur le niveau de dureté. La nature des précipités ou leur densité agissent également sur les valeurs de dureté indépendamment de la surface des grains.

4.5 Discussions

4.5.1 Al 6061

Comme les autres alliages d'aluminium corroyés des séries 2XXX, 5XXX et 7XXX la microstructure de l'Al6061 est grossière, colonnaire et épitaxiale orientée parallèlement à la direction d'édification. Cette morphologie granulaire est préjudiciable vis à vis du phénomène de fissuration à chaud. En effet, lors de la solidification un fin film liquide interdendritique est emprisonné entre les grains en croissance. Lorsque la fraction de

solide critique est atteinte les contraintes intergranulaires élevées sont exercées sur peu d'interface, contrairement à une microstructure fine et équiaxe. Comme l'ont indiqué Gourlay et Dahle [227], les grains grossiers ont également une faible propension à s'accommoder des contraintes générées par la contraction volumique. Les contraintes de solidification ne sont pas compensées par des modifications d'orientation des grains, elles sont donc concentrées aux zones d'interface. Enfin l'Al6061 possède une large plage de solidification et plus particulièrement un large intervalle de fragilité, noté BTR pour Brittle Temperature Range, compris entre 570°C et 600°C [228]. La borne basse de cet intervalle correspond à la température où la fraction de solide " f_s " est telle que le liquide ne peut plus circuler à cause de la perte de perméabilité. La borne haute correspond à la température où la fraction de solide est suffisante pour que la résistance mécanique augmente. C'est dans cet intervalle que les cavités se forment et se propagent, et ceci de façon exacerbée puisque la largesse de cet intervalle génère de longues interfaces interdendritiques.

Ainsi la propagation des grains sur plusieurs centaines de microns et le large intervalle de solidification, conséquence en partie de l'ajout d'élément ayant peu d'effets sur la germination (Cu, Mg, Zn, Si), génèrent le phénomène de fissuration à chaud [56]. La position de ces fissures aux joints de grains, dans les plans XY et XZ, ainsi que leur présence après traitement de mise en solution et avant désolidarisation des échantillons du plateau confirme leur formation à chaud.

Les conditions de solidification telles que la vitesse de refroidissement (R) et le gradient thermique (G) sont peu propices à la formation de grains fins et/ou équiaxes. Lorsque l'on se réfère au critère de Hunt, la microstructure équiaxe est générée par un faible ratio G/R et la finesse des grains par un produit G*R important. En fonderie conventionnelle, la solidification débute au contact des parois du moule là où le gradient thermique est le plus élevé puis progresse vers des zones à plus faibles gradients. D'après Yang et al. [229] les gradients thermiques en fabrication additive SLM sont de l'ordre de $10^6 - 10^7 K/m$, soit six fois supérieurs à ceux en fonderie sable. Le déséquilibre entre R et G reste donc probablement trop important pour atteindre un ratio G/R suffisamment faible. D'autre part la haute conductivité thermique de l'aluminium et la grande diffusivité des éléments d'alliages limitent la surfusion nécessaire à la nucléation de grains équiaxes.

L'étude paramétrique a mis en évidence que ce schéma de solidification est inchangé sur un large domaine d'étude. Les paramètres de puissance, vitesse et écart vecteur agissent uniquement sur la formation de porosités régulières ou irrégulières. La densité d'énergie est d'ailleurs le critère prépondérant pour prédire leur formation. On constate malgré tout que l'édification en mode "key hole" ou le préchauffage laser permettent de réduire faiblement le taux de fissure. Pour ces deux conditions le même effet est recherché, il consiste à réduire le gradient thermique et donc la vitesse de solidification.

- En ce qui concerne le mode "Key Hole", la vitesse d'avance du laser est sensiblement réduite ce qui permet d'apporter une quantité d'énergie plus élevée que dans le mode conducteur, de plus de 10 fois, et donc de réduire le gradient thermique. La vitesse d'avance du front est en revanche également diminuée ce qui ne permet

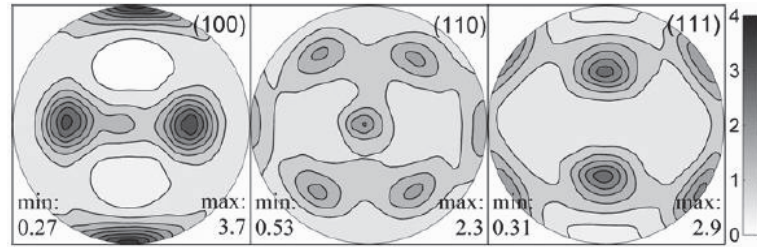


FIGURE 4.34 – Texture d’un alliage d’aluminium AS10 édifié avec une stratégie de lasage en aller-retour sans rotation à 90° entre les couches [34]

pas de converger vers un ratio G/R suffisamment faible. La réduction du taux de fissure est donc potentiellement la conséquence des fluctuations de chaleur qui perturbent l’homogénéité granulaire. Le plasma formé au coeur du cordon, lors de l’interaction entre le laser et la fumée dégagée, engendre une multitude de conditions de solidification et de direction de refoidissement. La morphologie granulaire est donc perturbée. Ce phénomène a également été observé par Tin Qi sur l’alliage 7050 [16]. L’orientation granulaire préférentielle est également modifiée. La majorité des plans (101) est orienté perpendiculairement au plateau de fabrication, une rotation de 45° s’opère par rapport à la texturation initiale.

- Pour le préchauffage laser, la morphologie granulaire est inchangée. Les fissures sont par contre moins marquées ce qui semble indiquer que les contraintes intergranulaires sont plus faibles, conséquence d’une vitesse de refroidissement réduite. Encore une fois le préchauffage ne permet pas de modifier suffisamment les conditions de lasage nécessaires à la surfusion.

En termes de texturation la croissance préférentielle des grains d’aluminium c.f.c suivant la direction $\langle 100 \rangle$ suit le flux de chaleur dominant qui est orienté du haut vers le bas. L’historique de croissance est conservé à chaque nouvelle couche, la texturation est donc très marquée dans ce sens. Une seconde texturation est également présente conséquence de la stratégie de lasage. Les directions de lasage dans le plan XY orientées à 90° entre couches paires et impaires génèrent deux directions préférentielles de dissipation de la chaleur. L’orientation angulaire autour de l’axe $\langle 100 \rangle$ est donc moyennée par ces deux directions d’où la texturation visible suivant $\langle 110 \rangle$. L’intensité de ces textures est légèrement réduite de l’ordre de 10% avec une stratégie hexagonale. En revanche les pôles restent similaires à ceux observés pour la stratégie classique. Des résultats similaires ont été obtenus par Thijs et al. [34] sur l’AlSi10Mg édifié avec une stratégie en aller-retour sans rotation à 90° entre les couches (figure 4.34). Lorsque la direction de lasage varie à $\pm 90^\circ$ entre les couches, la texture de fibre suivant $\langle 100 \rangle$ est remplacée par une texture cubique $\langle 100 \rangle$ moins dense. Cette différenciation par rapport à l’Al6061 est due à la morphologie granulaire qui n’est pas dans le cas de l’AlSi10 colonnaire et épitaxique mais radiale et limitée à la hauteur d’un cordon de lasage. En conclusion, la stratégie de lasage a un impact sur la texturation planaire du fait de la forme allongée du bain de fusion, engendrée par le déplacement de la source de chaleur, et par la morphologie granulaire. Une direction préférentielle de dissipation du flux de chaleur dans le plan

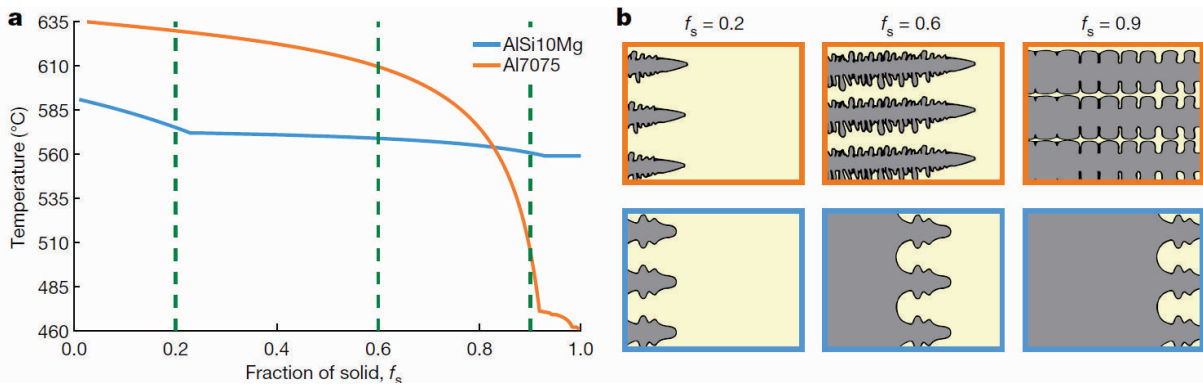


FIGURE 4.35 – a) Courbe de solidification de l’Al7075 et AS10; b) Représentation schématique de l’impact d’un large intervalle de solidification sur la morphologie des dendrites et donc sur la sensibilité à la fissuration à chaud [56]

XY est ainsi générée.

4.5.2 Al 6061 avec ajout de zirconium

A partir de 2 wt% de zirconium ajouté à la composition chimique initiale de l’Al6061, la fissuration à chaud est complètement annihilée. Deux hypothèses sont envisageables quant à l’effet du Zirconium sur ce phénomène.

Hypothèse 1 : Réduction de l’intervalle de solidification :

La première concerne la réduction de l’intervalle de solidification et/ou la modification de la courbe de solidification. L’intervalle de fragilité des alliages de corroyage est particulièrement important mais aussi contrairement aux alliages d’aluminium de fonderie [56] (figure 4.35), l’augmentation de la fraction de solide dans cet intervalle est abrupte. Dans le cas des aluminiums de fonderie, l’évolution de la fraction de solide est continue dans la zone de susceptibilité. Il est donc possible que l’ajout de Zr réduise l’intervalle de solidification ou réduise la fraction de solide dans la zone critique. Les deux courbes d’évolution avec et sans Zr sont ainsi tracées (figures 4.36). Pour ce faire le modèle de solidification de Scheil-Guliver est utilisé à l’aide du logiciel Thermocalc. On observe que les courbes de solidification sont similaires. Comme le montre le diagramme de phase binaire de l’Al-Zr, figure 4.22, ce résultat est cohérent puisque la réaction péritectique se produit pour des fractions massiques de zirconium faible. Ainsi, le zirconium agit sur la solidification de l’alliage lorsque la fraction de solide est faible, bien avant l’intervalle de fragilité. Il ne permet donc pas de réduire l’intervalle de solidification, ni modifier l’évolution de la fraction de solide au dessus de 0.8. Ceci vient infirmer la première hypothèse.

Hypothèse 2 : Effet bénéfique de la diminution de la taille de grains :

Concernant la seconde hypothèse, il est établi que le changement de morphologie granulaire a un impact bénéfique sur la fissuration à chaud. La réduction de la taille des grains de l’ordre de 200 fois et la croissance équiaxe permettent effectivement de

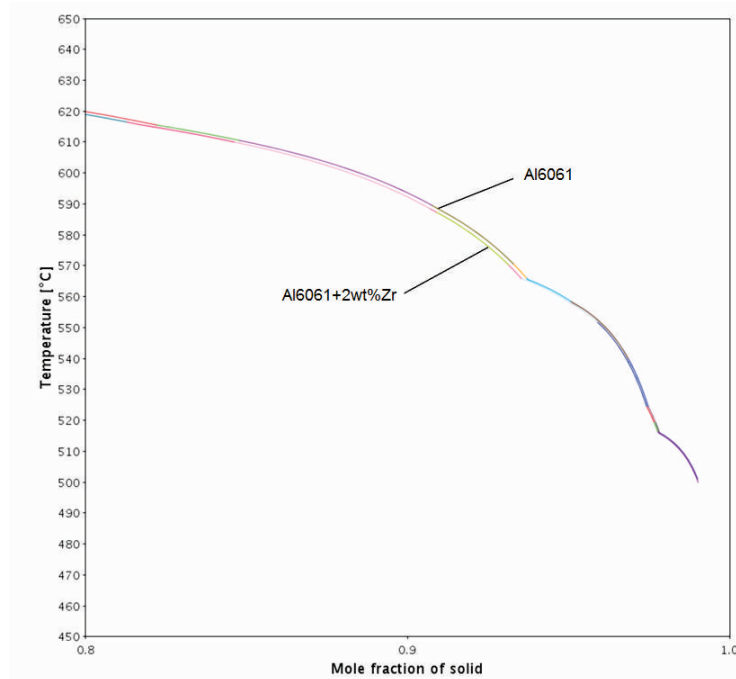


FIGURE 4.36 – Courbe de solidification de l’Al6061 et l’Al6061+2wt% de Zr

réduire la sensibilité à la fissuration à chaud, malgré l’intervalle de fragilité identique à celui de l’alliage de référence. La morphologie équiaxe facilite la circulation du film liquide aux zones d’interface ce qui permet de limiter l’effet d’emprisonnement. D’autre part les contraintes de solidification à l’état semi-solide sont plus facilement absorbées par la finesse de la microstructure équiaxe puisque celle-ci a une plus forte propension à se réorienter et à se réarranger. Enfin, le retrait volumique est exercé sur de nombreuses interfaces contrairement à la microstructure grossière et colonnaire de l’Al6061.

L’affinement de la microstructure à l’échelle macroscopique n’est pas la conséquence des conditions de solidification mais de la présence des précipités d’Al-Zr. Comme cela a été démontré par l’étude paramétrique, la variation des conditions de solidification ne modifie pas la morphologie granulaire. Pour que celles-ci soient suffisamment modifiées le plateau support doit être chauffé à haute température (500°C), comme cela a été montré par Uddin et al. [40]. La fissuration à chaud de l’Al6061 est complètement annihilée, mais les propriétés mécaniques de l’alliage brut de fabrication sont particulièrement basses ($R_m < 150$ Mpa) du fait de la présence de particules grossières de type Al-Si-O non cohérentes avec la matrice, ce mode de fabrication à chaud reste sans intérêt majeur.

Les précipités d’Al-Zr agissent comme des sites de nucléation à basse énergie qui favorisent la démultiplication des germes d’aluminium lors de la solidification. Cependant leur présence n’est pas suffisante. En effet, le nombre de précipités germinant doit être important afin que le déplacement rapide du front de solidification ne précède pas la formation de nouveaux grains [56]. C’est pourquoi la quantité de zirconium minimale nécessaire pour agir sur la morphologie granulaire est particulièrement élevée par rapport à la concentration dite péritectique (20 fois plus importante). De plus une

part du Zr est encore en solution solide. Des résultats similaires ont été obtenus par Yang et al. [229]. Pour un aluminium de la série 5XXX, de type Scalmalloy, l'apport de 0,2 wt% de Zirconium ne suffit pas à affiner la taille de grains et à annihiler la fissuration à chaud. La microstructure demeure colonnaire et épitaxiale. En revanche lorsque 1,08 wt% de scandium est ajouté à cette composition la microstructure est identique à celle observée dans notre étude. Tout comme le zirconium, le scandium a une faible solubilité dans l'aluminium (0.4 wt% à la température eutectique) et forme un précipité d' Al_3Sc à fort pouvoir de germination et favorisant les mécanismes de zener pinning [55]. En revanche contrairement au zirconium, la quantité minimale pour affiner la taille de grains est deux fois moins importante. Comme l'indique Clouet [55], le pouvoir anti-recristallisant du Sc est amélioré en présence du Zr. Cet effet du zirconium sur les alliages Al-Sc s'explique par le fait que l'addition de zirconium conduit à la formation d'une distribution plus dense de précipités plus fins et limite les mécanismes de coalescence de ces précipités. La présence du Zr dans les Scalmalloy permet donc probablement de réduire la quantité de Sc nécessaire pour affiner la taille de grains.

Malgré l'ajout conséquent de 5 wt% de Zr, bien au delà des 2 wt% nécessaires pour suffisamment affiner la taille de grains, la morphologie granulaire demeure bimodale à l'échelle du cordon. Les grains sont submicroniques au front de solidification et d'une dizaine de microns au coeur, orientés radialement suivant les directions de refroidissement. Le nombre de germes est donc probablement plus important au front de solidification d'où l'affinement de la taille de grains dans cette zone. De plus, leur plus grande quantité permet de tenir la taille de grains plus efficacement qu'au coeur lors des réchauffements liés aux passages successifs du laser. Les conditions de solidification ont donc probablement un impact non négligeable sur la morphologie granulaire. Ceci reste à confirmer.

En termes de précipitation, la constitution et les dimensions des composés sont différentes entre les deux zones. Au front de solidification, les dispersoïdes d'Al-Zr sont plus riches en zirconium. Contrairement à la phase stable d' Al_3Zr , les précipités identifiés ici sont de structure hexagonale. Les paramètres de maille des dispersoïdes d' Al_3Zr_5 (a=8.18 AA, c=5,7 AA) et d' Al_2Zr (a=5,2 AA, c=8,7 AA) identifiés au coeur et au bord du cordon sont proches mais inversées en termes de directions. Les différences de stochiométrie sont probablement la conséquence des conditions de solidification. En revanche le pouvoir germinant ou anti-recristallisant des deux types de composés semble identique, puisque la structure, les paramètres de maille inversés et la densité atomique sont proches. Il est probable que l'approche par mélange de poudre ait une influence non négligeable sur la nature des dispersoïdes identifiés après solidification. Une caractérisation microstructurale de la poudre d'Al-Zr binaire aurait pu donner une première indication, ce qui n'a pas été fait dans cette étude par manque de temps.

En comparaison, les travaux effectués par Spierings et al. [230] mettent en évidence la présence de composés stables de type Al_3ScZr , intragranulaires et intergranulaires, lors de la mise en oeuvre du Scalmalloy. D'autres précipités de type AlMgO à proximité des phases nucléantes sont également observés. D'après Spierings, ces précipités dont les paramètres de maille sont deux fois supérieures à l' Al_3ScZr sont les germinants de ces

derniers. Ici, ce type de précipités n'a pas été identifié. En revanche les composés d'AlZr possèdent tous deux un paramètre de maille deux fois plus grand, dans l'une des deux directions, par rapport à la phase d'aluminium c.f.c, ce qui permettrait d'expliquer leur pouvoir germinant.

Enfin concernant les mesures de dureté les valeurs maximales mesurées par nano-indentation sont 40% supérieures à celle du 6061 T6. L'affinement de la taille de grains permet d'augmenter le nombre de joints de grains par unité de volume, ce qui renforce la matrice par effet Hall-Petch. Les niveaux de dureté varient en fonction de la position dans le cordon. Au front de solidification la dureté est la plus forte, là où les grains sont les plus fins mais aussi là où la densité de dispersoïdes est la plus élevée. L'évolution de dureté n'est donc pas uniquement liée à l'affinement de la taille de grains mais aussi au durcissement structural. L'effet durcissant s'explique alors par le fait que ces précipités bloquent les dislocations, la déformation plastique s'exécutant par le mécanisme de contournement d'Orowan [231]. Cette hypothèse est d'ailleurs confirmée par les travaux récents de Zhang et al.[38] sur l'ajout de Zr dans un alliage d'aluminium de la série 2XXX. La limite d'élasticité mesurée est supérieure de 30 % à celle calculée d'après la formule de Hall-Petch qui intègre l'effet de la taille de grains. La densité de précipités a donc un effet prépondérant.

4.6 Conclusion

Pour conclure, la fissuration à chaud de l'Al6061 par procédé SLM est engendrée par les conditions extrêmes de solidification mais aussi par les spécificités des alliages de corroyage. La formation et la propagation des fissures aux zones d'interfaces des grains colonnaires en sont la conséquence.

Afin de pallier ce phénomène, trois leviers principaux sont envisageables :

1. La modification des conditions de solidification
2. La réduction de l'intervalle de fragilité
3. La modification de la taille et de la morphologie granulaire

Modification des conditions de lasage : La variation des paramètres de lasage ne permet pas de les modifier suffisamment. Seul un chauffage à haute température réduit sensiblement le ratio G/R et donc annihile la formation de fissures.

Réduction de l'intervalle de fragilité : Ce second levier n'a pas été étudié car seuls des éléments tels que le silicium ou le magnésium, pour des taux massiques élevés, le permettent. Ils ont un effet néfaste sur la conductivité thermique ou encore la compatibilité à l'oxydation anodique, surtout lorsque la teneur ajoutée est proche de l'eutectique. L'Al 6061 perdrait ainsi ses caractéristiques physiques fondamentales adaptées aux besoins de l'aéronautique. L'ajout de Zr ne modifie pas cet intervalle ni la courbe de solidification dans la zone de fragilité.

Modification de la taille et de la morphologie granulaire : Finalement seul le troisième levier, par ajout d'élément germinant, annihile la fissuration à chaud.

La taille de grains est réduite de près de 200 fois et la morphologie granulaire passe de colonnaire à équiaxe au front de solidification. En revanche, le taux de Zr nécessaire pour atteindre cette transformation est 20 fois supérieur à la concentration dite péritectique. L'avance rapide du front de solidification et la vitesse de refroidissement élevée en sont les causes.

Malgré l'ajout conséquent d'élément germinant jusqu'à 2-3wt%, la morphologie granulaire demeure bi-modale. Elle est fine et équiaxe au front de solidification ; colonnaire et plus grossière au coeur du cordon. Pour expliquer cette variation, deux hypothèses sont envisageables :

- La première concerne l'impact des conditions de solidification sur la densité de précipitations. La réduction de la vitesse d'avance du front de solidification ou du gradient thermique permettrait de favoriser la précipitation de dispersoïdes et donc de germes. La quantité de Zr en solution solide serait ainsi réduite.
- La seconde pourrait être l'impact direct des conditions de solidification sur la morphologie granulaire. Comme l'exprime l'indice de Hunt les variations des ratios G/R et G^*R agissent sur la morphologie et la taille de grains. Leur changement à l'échelle du cordon pourrait donc expliquer cette différenciation.

Aussi l'indice de Peclet, estimé à 4,6 pour une diffusivité thermique de $6,4 \cdot 10^{-5} m^2/s$, indique que le transfert de chaleur par convection domine par rapport à la conduction. Hors, la convection est activée principalement par l'évolution des gradients thermiques ce qui validerait cette théorie. Elle est également avancée par Yang et al [229] pour expliquer les variations de morphologie granulaire au coeur d'un cordon de Scalmalloy. Ils ont en effet démontré que lorsque le plateau est chauffé à 200 °C et la densité d'énergie augmentée, la quantité de grains colonnaires est très fortement réduite. Logiquement le gradient thermique diminuerait et donc G/R aussi ce qui expliquerait la transformation équiaxe.

CHAPITRE 5

Modélisation analytique du champ de température et corrélation microstructurale

Sommaire

5.1	Introduction	202
5.2	Objectifs	202
5.3	Méthode	202
5.3.1	Calcul du champ de température	202
5.3.2	Corrélation microstructurale	205
5.4	Résultats	208
5.4.1	Estimation des conditions de solidification	208
5.4.2	Corrélation entre les conditions de solidification et la microstructure observée	210
5.5	Discussion	215
5.5.1	Variation microstructurale et modèle de CET	215
5.5.2	Cycle de solidification et hypothèses formulées	218
5.6	Conclusion	221

5.1 Introduction

L'affinement de la taille de grains et le changement de morphologie à l'échelle macroscopique, des alliages d'aluminium de corroyage, est possible par l'ajout d'élément germinant. Ce changement radical permet d'annihiler la fissuration à chaud mais aussi de réduire sensiblement la texturation granulaire suivant les deux plans principaux de construction (XZ) et (XY). En revanche à l'échelle du cordon la morphologie granulaire est bi-modale et la surface des grains varie. Les grains colonnaires au cœur du cordon sont longs d'une dizaine de microns et sont orientés radialement. Leur présence engendre une texturation résiduelle suivant $\langle 100 \rangle$. A l'inverse, les grains au front de solidification sont équiaxes, submicroniques et d'orientations aléatoires. Le niveau de dureté est également différent en fonction de la zone de mesure dans le cordon. En revanche le taux de Zr varie mais il ne semble pas ségréger au bord du bain de fusion.

Deux hypothèses sont envisageables pour expliquer ces variations mais aucune n'a pu être discriminée à travers les travaux réalisés jusqu'à présent.

5.2 Objectifs

L'objectif principal de ce chapitre est donc d'identifier si c'est la surfusion ou la densité de dispersoïdes qui agit sur le changement de morphologie granulaire dans un cordon. Le second objectif est de pouvoir à travers une approche analytique corrélérer les conditions de solidification au choix de la paramétrique de lasage.

5.3 Méthode

Afin de clarifier les hypothèses formulées, la méthode retenue consiste à comparer les conditions de solidification au front à la microstructure observée. Pour cela le champ de température généré par l'interaction entre le laser et le lit de poudre est estimé.

5.3.1 Calcul du champ de température

Deux types d'approches sont envisageables, l'une par calcul analytique, l'autre par simulation numérique plus complexe. Les phénomènes physiques (conservation de la masse, de l'énergie et de la quantité de mouvement) sont pris en compte par simulation numérique et résolus dans un espace temporel et spatial défini. L'analyse thermique par éléments finis et la simulation par couplage thermo-fluidique, généralement effectuée à l'échelle de la poudre, sont les deux méthodes couramment utilisées. En revanche, l'ensemble des interactions entre le laser et le bain de fusion et les phénomènes générés (plasma, effet de bernouilli,...) ne sont pas tous pris en considération. De plus, cette approche est relativement consommatrice en tant de calcul et peu adaptée aux screening de paramètres de lasage.

A l'inverse la résolution analytique, dans un formalisme mathématique simplifié, permet de réduire sensiblement le temps de calculs tout en prenant en considération la physique primaire mise en jeu lors de la fusion/solidification. Rosenthal [232] est le premier à proposer une solution qui permet d'estimer un champ de température dans un substrat infini sous l'effet d'une source de chaleur ponctuelle en mouvement. Cette solution analytique initialement mise au point pour la soudure considère uniquement le

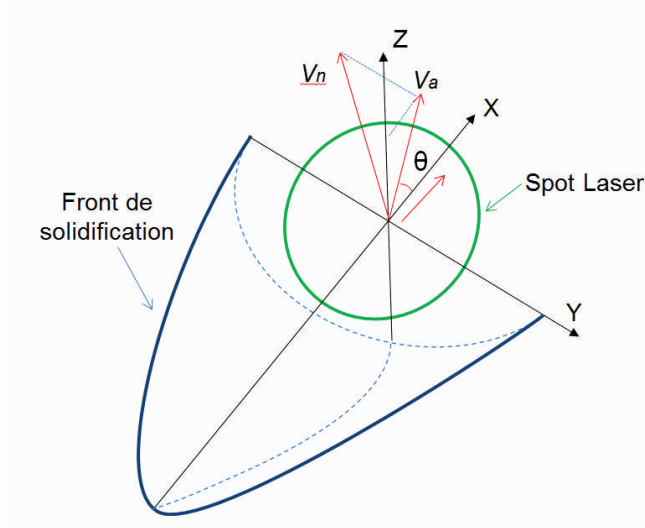


FIGURE 5.1 – Positionnement du front de solidification par rapport à l’axe central du spot laser

transfert de chaleur par conduction. Ainsi l’effet de la radiation et la convection entre la surface et le bain de fusion ne sont pas intégrés, tout comme les mouvements de liquide dans le bain et l’évaporation. D’autres simplifications sont également faites : les propriétés thermiques du matériau soudé et de la couche de poudre (avant lasage) sont indépendantes de la température, l’enthalpie de changement d’état n’est pas considérée et la source de chaleur est ponctuelle. La prévision du champ de température sous l’irradiation de la source de chaleur est donc très approximative, en revanche cette approche est suffisante pour estimer les variations de température au front de solidification. Cline et Anthony [233], ont ensuite modifié la solution de Rosenthal en intégrant une source de chaleur à répartition gaussienne stable, ce qui permet d’affiner la prédiction du champ de température à proximité d’un laser ou d’un champ d’électrons. Plus récemment Dykhuizen et Dobranich [234] ont utilisé une méthode similaire.

Ici la solution initiale de Rosenthal est retenue afin de simplifier l’implémentation du calcul. Cette approche a préalablement été utilisée par Liu et To [144] pour prédire la texture d’un AlSi10Mg édifié par SLM mais aussi par Bontha et al. [235] pour évaluer l’effet des paramètres de fabrication sur le changement de microstructure du TA6V. Pour cette dernière étude les conditions de solidification estimées sont comparées à des bases de données connues du TA6V quant aux changements de morphologie en fonction des ratios G/R et R^*G . Dans notre étude, les conditions de solidification données par la solution de Rosenthal sont directement corrélées à la microstructure observée. Le champ de température quasi-stationnaire positionné par rapport à la source de chaleur est exprimé ainsi (figure 5.1) :

$$T(x, y, z) = T_0 + \frac{\eta P}{2\pi k} * e^{-\lambda V x} * \frac{e^{-\lambda V x \sqrt{x^2 + y^2 + z^2}}}{\sqrt{x^2 + y^2 + z^2}} \quad (5.1)$$

η (m^{-1})	K (W/m.k)	ρ (Kg/ m^3)	C (J/Kg.k)
0.09	167	2700	997

Tableau 5.1 – Caractéristiques physiques de l’Al6061 utilisées pour le calcul du champ de température

avec :

- x,y,z (m) la position locale d’un point positionné par rapport à la source de chaleur
- T_0 (K) la température initiale du substrat
- η (m^{-1}) le coefficient d’absorption du substrat
- P (W) la puissance de la source de chaleur en l’occurrence ici le laser
- K (W/m.k) la conductivité thermique du substrat
- V (m/s) la vitesse d’avance du laser suivant x
- $1/(2\lambda)$ (m^2/s) la diffusivité thermique du substrat

$$\lambda = \frac{\rho C}{2k} \quad (5.2)$$

avec :

- ρ (Kg/ m^3) la masse volumique du substrat
- C (J/Kg.k) la chaleur spécifique massique

Tel qu’est formulé le modèle analytique la section du bain de fusion dans les deux directions est forcément demi-circulaire. Le champ de température calculé est celui qui succède à l’avancée du laser. Les valeurs thermophysiques retenues pour l’estimation du champ de température sont celles de l’Al6061 T6 à l’état solide (tableau 5.1). La puissance laser appliquée est de 285W pour une vitesse d’avance de 2m/s.

La position du front de solidification est définie à partir de la température de solidus de l’alliage. Lorsque T calculé est égal à T_s , soit $900K \pm 5.10^{-5}$, les valeurs de x,y,z correspondantes sont retenues et intégrées dans une matrice (x,y) qui regroupe l’ensemble des valeurs de positions de z. Ces valeurs sont considérées comme les positions du front de solidification.

A partir de ces données, les conditions de solidification associées sont calculées de la manière suivante :

$$G = \sqrt{\frac{DT^2}{Dx} + \frac{DT^2}{Dy} + \frac{DT^2}{Dz}} \quad (5.3)$$

$$R = V * \cos\theta \quad (5.4)$$

avec G le gradient thermique, R la vitesse d’avance du front de solidification, θ l’angle formé entre V_n la normale au bain de fusion et , V_a la direction d’avance du laser (figure 5.1). Ce dernier est exprimé de la façon suivante :

$$\cos(\theta) = \frac{\frac{DT}{Dx}}{\sqrt{\frac{DT^2}{Dx} + \frac{DT^2}{Dz}}} \quad (5.5)$$

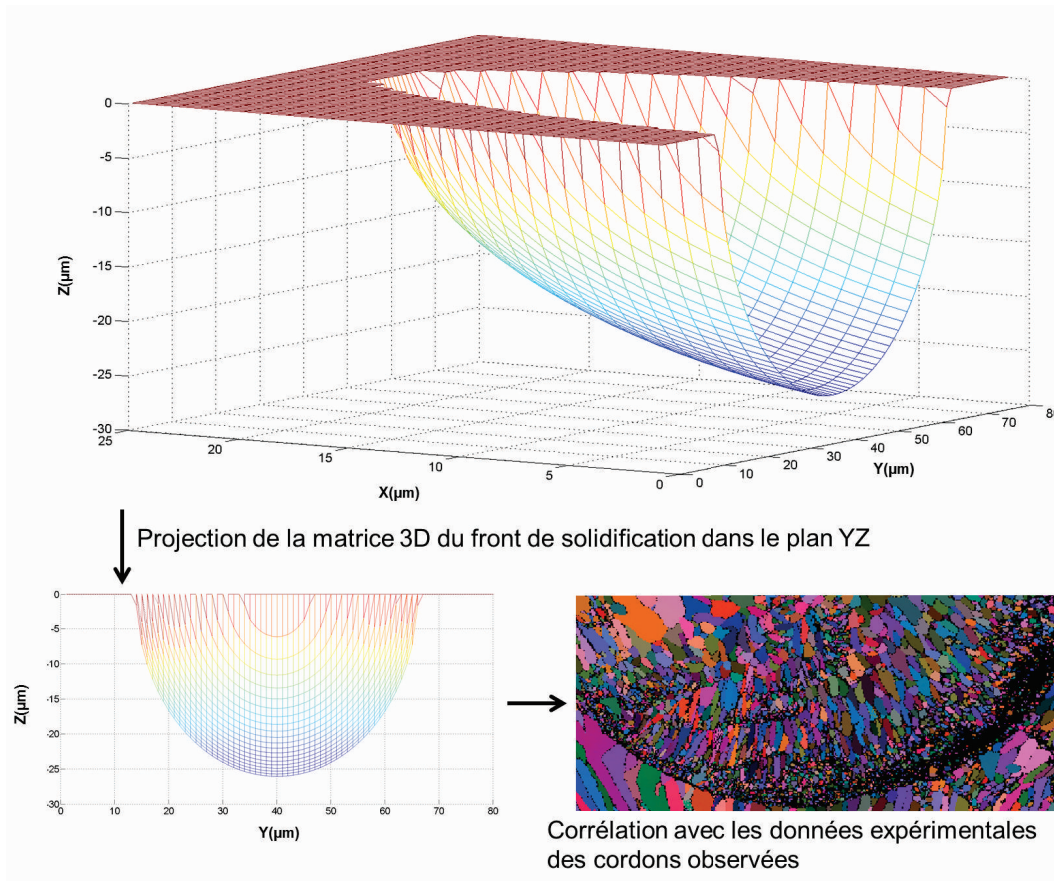


FIGURE 5.2 – Corrélation entre les données théoriques du champ de température obtenues à partir du modèle de Rosenthal et les données expérimentales obtenues par microscopie électronique à balayage

$$\theta = \text{actang}\left(\frac{DT/Dz}{DT/Dx}\right) \quad (5.6)$$

5.3.2 Corrélation microstructurale

Ainsi, afin de corréler ces valeurs aux cordons visualisés en microscopie par diffraction des électrons rétrodiffusés, les données de solidification du cordon 3D sont projetés dans le plan YZ (figure 5.2). En outre les images 2D des cordons solidifiés analysés pour les différents mélanges de Zr sont considérés comme l'émanation des conditions de solidification au front de solidification projetées dans ce même plan. Le pas de tranchage retenu est de 1 μm .

Dans le but de corréler les données expérimentales (surface de grains, taux de Zr, ratio d'aspect, ...) aux données théoriques obtenues par le modèle de Rosenthal, les repères géométriques des deux bases sont superposées. Pour cela la position d'un des cordons visualisés sur une image EBSD est repéré par l'un de ses coins. La taille du cordon théorique dans le plan YZ est retenue (longueur, largeur), les données expérimentales comprises dans cet espace repéré par rapport au coin du cordon à analyser sont

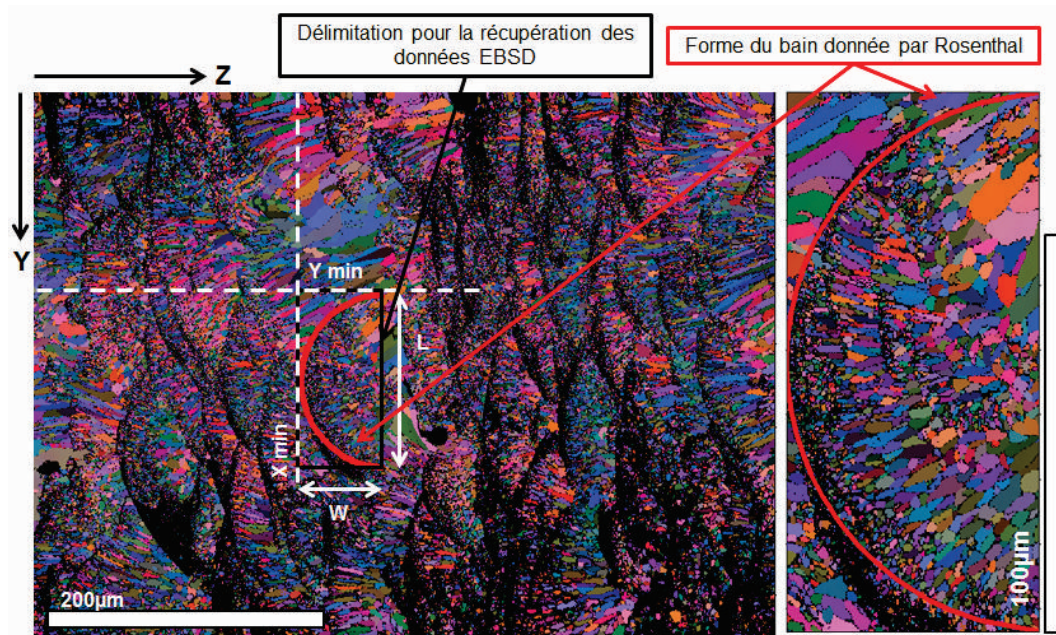


FIGURE 5.3 – Positionnement et superposition du modèle théorique par rapport au cordon visualisé

prélevées dans la base de données complète de l'image en question. Concrètement la position du cordon visualisée par EBSD est repérée par un pointeur dont la position est enregistrée par le script matlab (figure 5.3).

Avant de lancer la corrélation, l'échelle de la matrice du front de solidification théorique est convertie en Pixels. Finalement la forme du bilan théorique est superposée à celle expérimentale pour chaque cordon analysé. Les cordons dont la taille ne correspond pas à celle du modèle ne sont pas pris en considération.

Afin de prendre en compte le recouvrement laser mais aussi la superposition des couches, une option est ajoutée dans le script matlab. Par construction géométrique simplifiée, les zones affectées thermiquement peuvent être supprimées. Pour cela la profondeur de la zone affectée et la position de l'axe vertical délimitant la jonction entre les deux cordons supérieurs sont repérées. La profondeur de la zone de recouvrement est délimitée par les valeurs $Z1$, $Z2$ et la position de l'axe de jonction Ym . L'équation des droites AB et BC est ainsi calculé dans le repère ZY (figure 5.4) :

$$Z_{AB} = a_1 * Y + b_1 \quad (5.7)$$

$$a_1 = \frac{Z2 - Z1}{Ym} \quad (5.8)$$

$$b_1 = Z2 \quad (5.9)$$

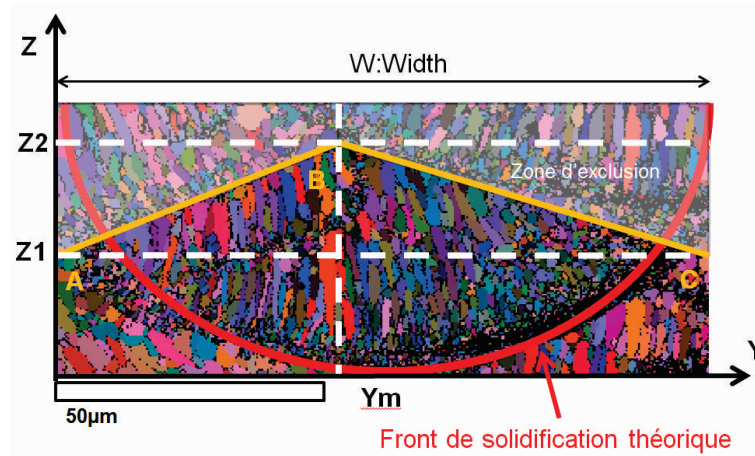


FIGURE 5.4 – Exclusion des zones de recouvrement des données corrélées

	Equiaxe	Intermédiaire	Colonnaire
AR	$AR \leq 1,5$	$1.5 < AR \leq 3$	$3 < AR$
Aire (μm^2)	$Aire \leq 3$	$3 < Aire \leq 8$	$8 < Aire$

Tableau 5.2 – Critères et niveaux de classification des grains

$$Z_{BC} = a_2 * Y + b_2 \quad (5.10)$$

$$a_2 = \frac{Z1 - Z2}{W - Ym} \quad (5.11)$$

$$b_2 = Z2 - a_2 * Ym \quad (5.12)$$

Les grains dont le centre de gravité sont exclus de la zone délimitée ne sont pas retenus dans la corrélation, si l'option est choisie.

Les grains contenus dans l'espace de corrélation sont classifiés suivant 3 catégories : Equiaxe, Intermédiaire, Colonnaire. Deux critères de discrétisation sont retenus, le premier est la surface des grains et le second le ratio d'aspect (noté AR) basé sur le rapport entre la plus grande dimension et la plus petite. Les niveaux de classification par critères sont déterminés à partir des mesures sur les images EBSD pour différentes localisations (figure 5.5). Ces niveaux sont récapitulés tableau 5.2.

Enfin pour améliorer le nombre de points de corrélation, l'analyse est réalisée sur 3 cordons. Elle est effectuée sur le mélange avec 2wt% de Zr puisque c'est le taux le plus proche du seuil d'affinement des grains nécessaire pour annihiler la fissuration à chaud. Le script Matlab est détaillé en annexe 7.5.

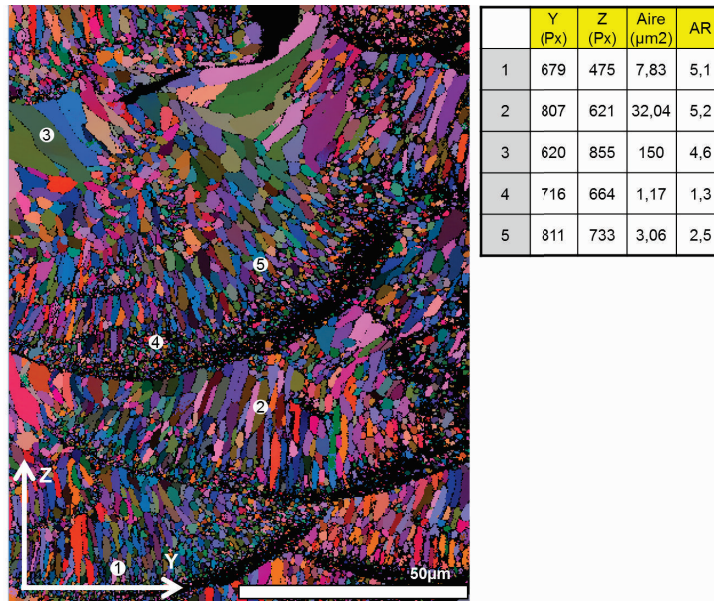


FIGURE 5.5 – Détermination des niveaux de classification granulaire en fonction des divers positions dans les cordons solidifiés

5.4 Résultats

5.4.1 Estimation des conditions de solidification

Figure 5.6 sont illustrées, dans le plan YZ, les variations des conditions de solidification données par le modèle de Rosenthal.

Plus la position suivant Z est faible, c'est à dire proche de la surface d'échange avec l'environnement gazeux, et plus R augmente et ce pour chaque section du front de solidification dans le plan XZ (figure 5.7). Ces sections correspondent aux différents plans de coupe YZ du front de solidification suivant la direction d'avance du laser. Elles sont matérialisées ici par les différents niveaux demi-circulaires. R, la vitesse d'avance du front, étant calculée à partir de l'angle formé entre la normale au front de solidification et la direction d'avance du laser, elle est plus faible sur les bords et le fond de la "piscine". Pour une même position suivant Z, elle augmente en se rapprochant du centre du cordon. Globalement elle varie entre 100 % et 30 % de la vitesse d'avance du laser.

D'après le modèle de Rosenthal le gradient thermique est constant pour chaque tranche du front de solidification suivant X (figure 5.6). La forme du cordon donnée par le modèle étant effectivement hémisphérique, la norme des vecteurs normaux par section est équivalente. Le gradient est le plus élevé à l'arrière du cordon soit sur le haut et au centre des sections de cordons solidifiées. Il évolue graduellement et en augmentant de l'avant vers l'arrière du cordon. Il varie entre 34.10^6 et 48.10^6 K/m, ce qui est cohérent avec les valeurs données numériquement par Kruchi [236] ou encore Bontha [141].

Par extension le produit GR qui gouverne la taille de grains [237] est le plus fort au centre et à la surface du cordon, il atteint près de 100.10^6 K/s. Son évolution se rapproche de celle du gradient thermique, elle est graduelle par rapport aux sections de coupe dans

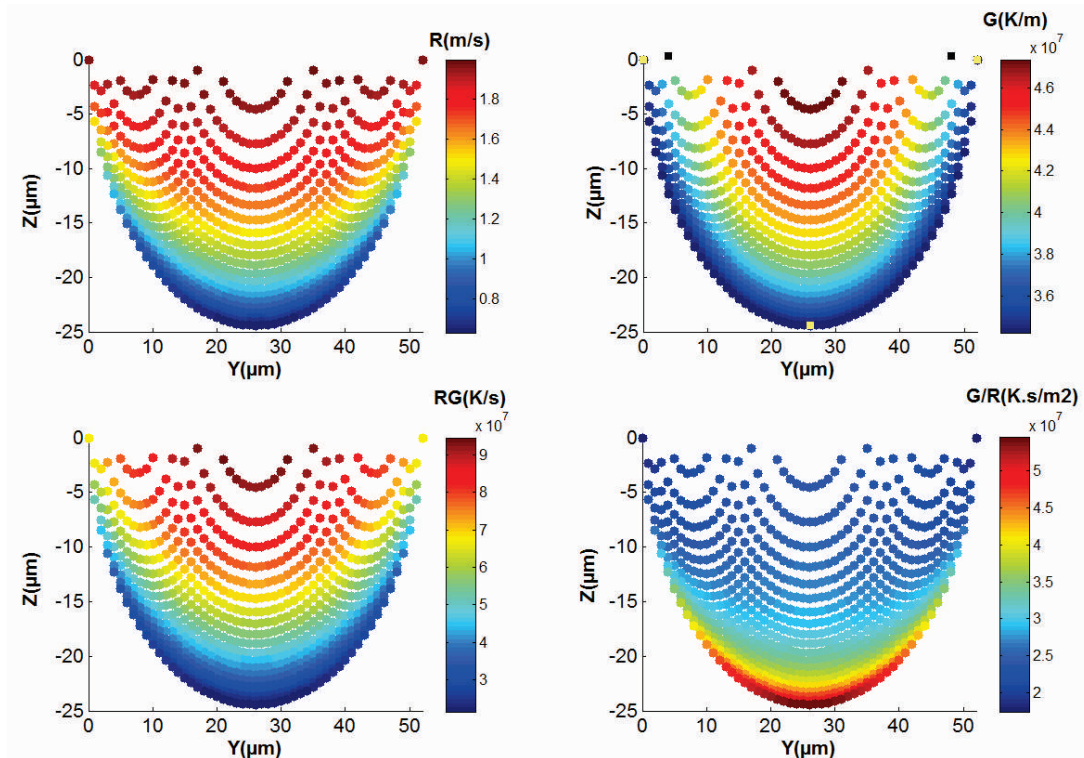


FIGURE 5.6 – Variations des conditions de solidification données par le modèle de Rosenthal dans le plan YZ du cordon solidifié

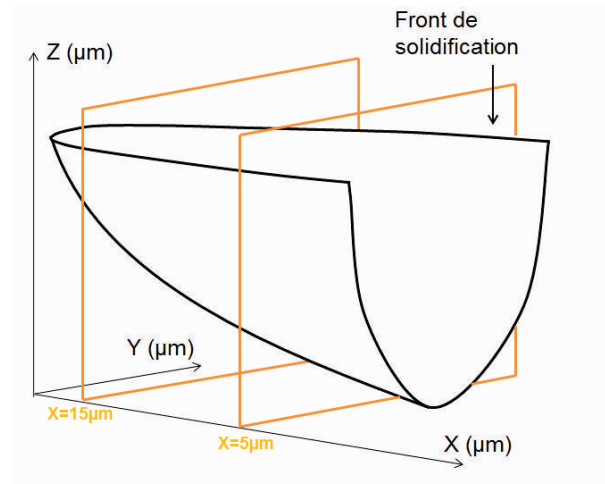


FIGURE 5.7 – Positionnement des plans YZ par rapport au front de solidification

le plan XZ. Concernant le ratio G/R il est stable et inférieur à 30 K.s/mm^2 jusqu'à Z inférieur à $10 \mu\text{m}$. Il croit rapidement sur l'extrême surface inférieure du cordon, soit sur le fond de la piscine.

5.4.2 Corrélation entre les conditions de solidification et la microstructure observée

Les corrélations entre les conditions de solidification et les deux critères de classification décrits précédemment, qui sont la surface des grains et le ratio d'aspect, sont données figures 5.8.

La position des plans de coupe du front de solidification par rapport à l'axe x ($x=1$; $x=2$; ...; $x=20$) est annoté, de l'avant du front de solidification à l'arrière (figure 5.7). Au vu du nombre important de données, la classification surfacique et le ratio d'aspect sont moyennés afin de rendre lisible les graphiques. Pour cela les données des points de corrélation, des 3 cordons analysés, dont R et G sont équivalents à $\pm 1\%$ sont moyennées et attribuées ensuite à une seule condition de solidification moyenne correspondante.

Classification par la taille de grains : Les grains les plus grossiers classifiés comme colonnaires sont concentrés sur l'arrière et au centre du front de solidification, là où la vitesse de solidification et le gradient thermique sont les plus élevés (figure 5.8a). Le ratio RG est à minima supérieur à 60.10^6 K/s dans cette zone. En revanche l'apparition des grains grossiers, notés colonnaires, ne suit pas uniquement l'évolution de la vitesse de solidification, elle est aussi limitée par le gradient thermique. En deçà de 4.1 K/m, les grains grossiers dont la surface dépasse $8 \mu\text{m}^2$ n'apparaissent pas.

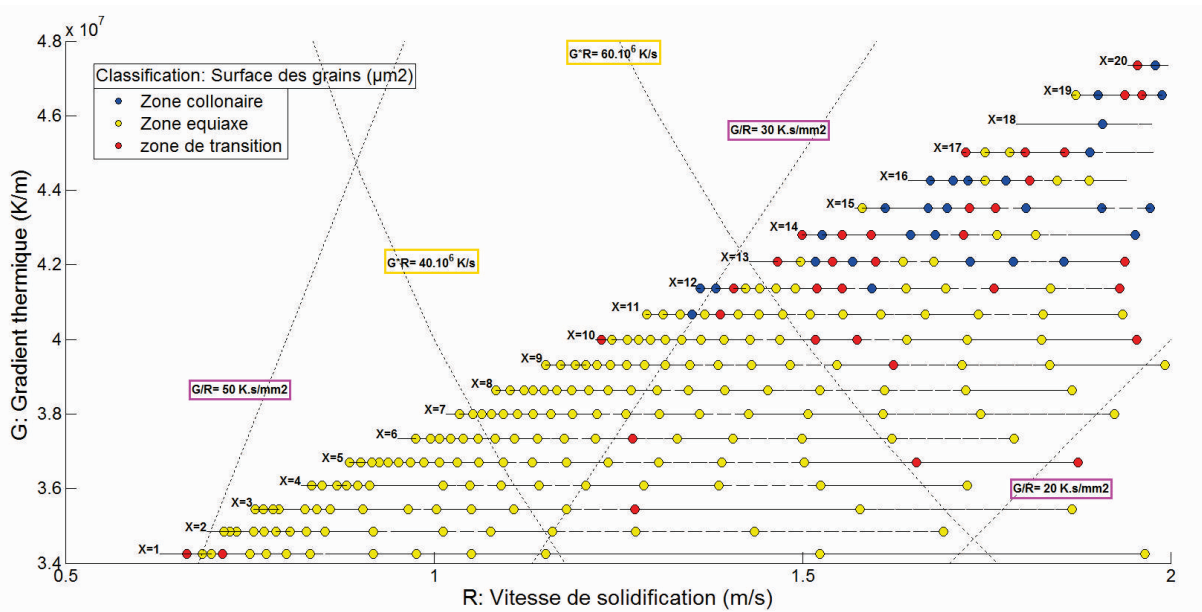
Le ratio G/R qui d'après Lippold [238] et Liang et Wang [239] influence en soudage la morphologie granulaire, n'a pas d'impact sur la taille des grains. En effet la répartition surfacique des grains ne suit pas les courbes d'iso G/R.

De manière globale contrairement aux cartes de solidification d'alliages de Nickel ou de Titane obtenus par SLM [240], [141], les grains les plus grossiers se situent là où le produit GR est le plus important, c'est à dire au centre du cordon. Par rapport à la position des indicateurs (G/R et GR), la répartition surfacique des grains n'est à priori pas cohérente avec les conditions de solidification correspondantes.

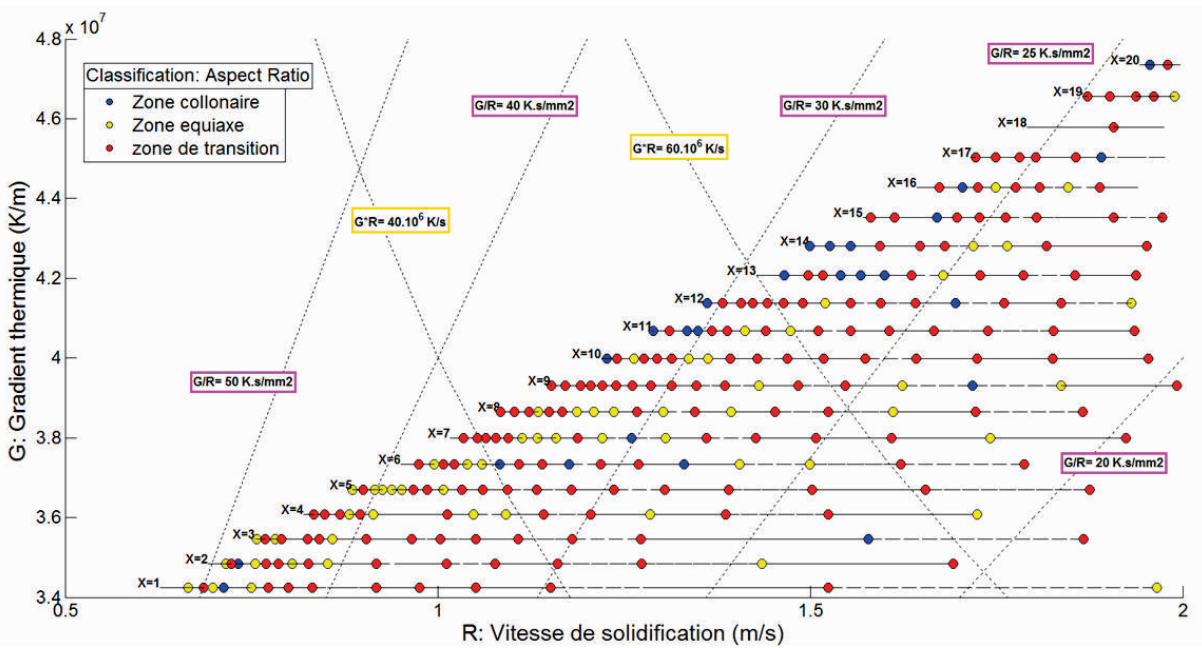
Certains grains fins classifiés comme équiaxes sont visibles dans la zone de concentration des grains grossiers, mais en quantité beaucoup plus faible. Ces grains sont positionnés au coeur du cordon et emprisonnés entre les grains colonnaires au niveau des joints de grain (figure 5.1). La solidification de grains équiaxes est majoritairement limitée par le gradient thermique contrairement aux grains grossiers. La délimitation entre les deux zones est très nette.

Les grains mixtes ne forment pas une zone de transition à l'interface mais une deuxième famille de grains dans la zone de croissance colonnaire. Une exception est observable pour les plus bas niveaux de R et G, deux zones de grains mixtes apparaissent à l'extrémité du domaine de solidification. Contrairement au reste du graphique, la présence de grains semi-grossiers est cohérente avec les données de la littérature. Elle correspond au bas de la piscine, où RG et G/R sont a priori plus propices à la formation de cette microstructure.

Classification par l'AR : Concernant la classification par le ratio d'aspect, la répartition des niveaux (colonnaire, transition, mixte) est beaucoup moins lisible (figure



(a)



(b)

FIGURE 5.8 – Tracé dans l'espace vitesse d'avance du front, gradient thermique de a) la surface des grains et b) le ratio d'aspect

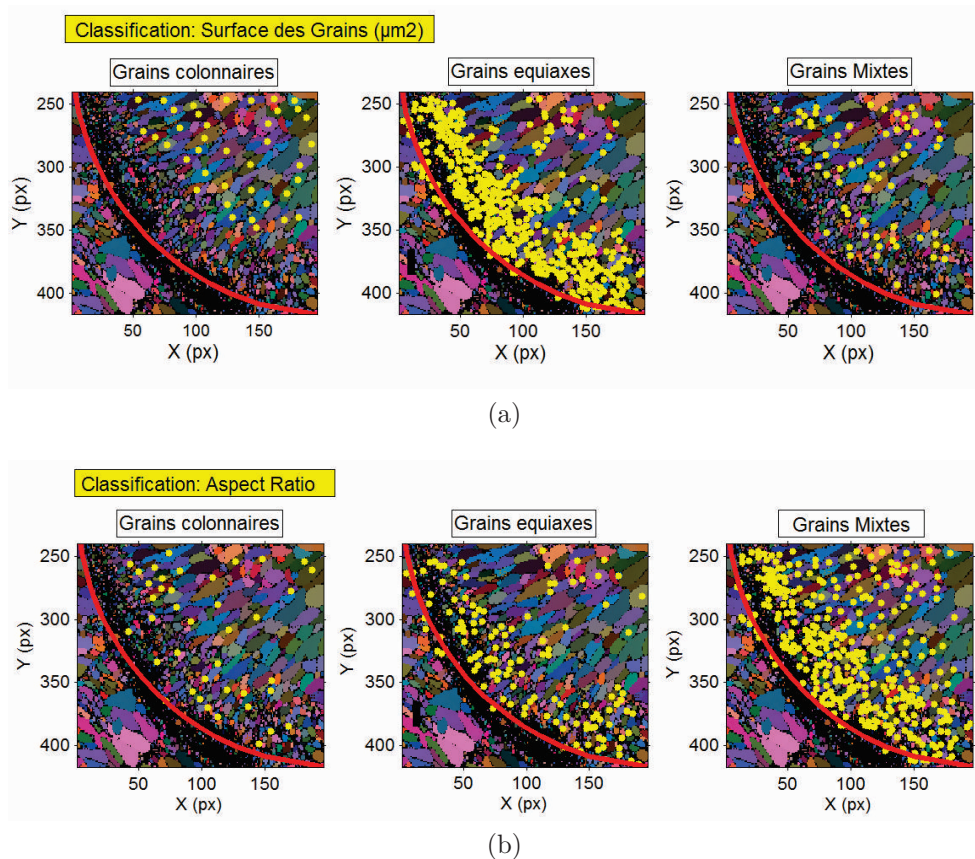


FIGURE 5.9 – a) Positionnement des niveaux de classification surfacique dans un cordon type, b) Positionnement des niveaux de classification par ratio d'aspect dans un cordon type

5.8b). Contrairement à la répartition surfacique, il n'y a pas de zones de concentration de l'une des classifications. Les conditions de solidification ne génèrent pas de différence morphologique très marquée. Les grains mixtes et équiaxes sont répartis sur toute la zone de solidification, sans zones préférentielles de solidification. Concernant les grains les plus allongés ($AR > 3$), classifiés comme colonnaires, une zone de densité est en revanche décelable mais de façon moins nette que pour la répartition surfacique. Leur zone de solidification est globalement délimitée par deux niveaux de ratio G/R , 40 K.s/mm^2 et 25 K.s/mm^2 . Dans cet intervalle, pour chaque niveau de gradient thermique, la solidification des grains est colonnaire lorsque la vitesse d'avance du front est la plus faible, soit G/R le plus élevé. Par rapport aux cartes de solidification citées précédemment, la morphologie granulaire n'est ni équiaxe ni complètement colonnaire mais probablement dans une zone intermédiaire dite mixte.

Analyse comparative entre les deux modes de classification : Les conditions de solidification influent faiblement sur les variations de ratio d'aspect au contraire de la caractéristique surfacique. Cette différence est cohérente avec la répartition des grains dans les cordons analysés. Un exemple est illustré figure 5.9. Par classification

surfacique les grains colonnaires sont répartis uniquement au coeur du cordon et donc exclus de la bordure du front de solidification. La zone dite équiaxe est bien concentrée dans cette même bordure, là où le gradient thermique est le plus faible. Les grains mixtes dits de transition sont répartis de façon plus aléatoire sans concentration forte dans la zone d'interface colonnaire/équiaxe. Cette microstructure duplex varie de façon abrupte, ce qui ressort nettement dans le graphe de corrélation figure 5.8a. Sur cet exemple il ne semble pas y avoir de concentration de grains mixtes sur le bas et au centre des cordons.

Inversement la classification par ratio d'aspect, ne permet pas de dissocier une zone franche de grains colonnaires. Ils sont plutôt répartis de façon hétérogène dans le cordon. D'autre part les grains équiaxes sont globalement positionnés sur la bordure du cordon mais la densité en nombre est beaucoup plus faible que celle de la répartition surfacique. Les grains mixtes, dits de transition dont l'AR est compris entre 1,5 et 3, sont les plus nombreux et situés sur tout le cordon. Ainsi les conditions de solidification génèrent une morphologie granulaire moyenne sans différenciation forte entre les différentes zones. Les grains allongés dont l'AR dépasse 3 sont peu nombreux et pas concentrés au coeur du cordon. Ils apparaissent plutôt à l'interface le long d'une bande G/R comprise entre 40 K.s/mm² et 25 K.s/mm².

Les variations morphologiques et surfaciques sont différentes en fonction des conditions de solidification et donc *in fine* en fonction de leur position dans le cordon.

Cet écart entre les deux critères est mis en exergue figure 5.10a. L'évolution du ratio d'aspect par rapport à la surface de grain ne suit pas une droite ou même une courbe. La majorité des grains ont une surface maximale de 5 μm² et ratio d'aspect de 3. En dehors de cette plage l'évolution du rapport des deux critères est délimitée par deux droites dont la pente de la limite haute est de 0.2 1/μm². Sur l'ensemble des grains, la variation relative des aires est beaucoup plus importante que celle du ratio d'aspect, respectivement de 0.3 μm² à 25 μm² et de 1 à 10.

La quantité de grains classifiés comme équiaxes est beaucoup plus importante suivant le critère surfacique qu'avec celui de l'AR. L'inverse se produit pour la classification mixte. Pour le niveau colonnaire les quantités semblent proches.

Globalement le critère surfacique est le plus discriminant par rapport aux nuages de données corrélés et donc le plus impacté par les conditions de solidification. Seules les valeurs hautes et extrêmes du ratio d'aspect sont influencées par ces mêmes conditions.

Effet de la concentration de Zr : Comme cela a été démontré pour la surface des grains dans le chapitre précédent, la quantité de Zr relative (mesuré par la sonde EDX) limite le ratio d'aspect (figure 5.10b). En effet, au dessus de la limite d'affinement (environ 2wt% de Zr) l'AR est inférieur à 3. En outre au-dessus de cette limite la solidification de grains colonnaires n'est plus possible et ce pour toutes les conditions de solidification illustrées précédemment. En revanche, la dispersion de l'AR en dessous de 2wt% de Zr est plus importante que pour le critère surfacique.

L'évolution abrupte des deux critères est identique en fonction du taux de Zr, ce qui n'est pas le cas avec les conditions de solidification.

Enfin pour compléter cette analyse, la corrélation entre les conditions de solidification

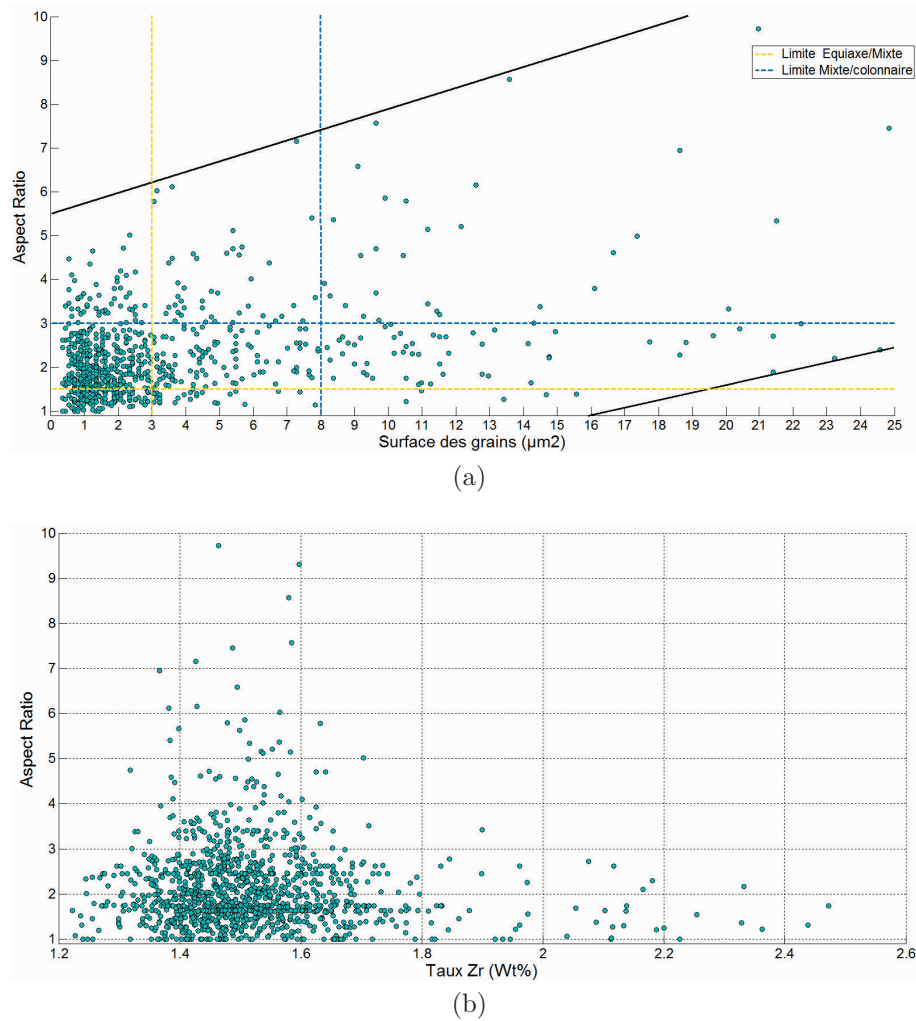
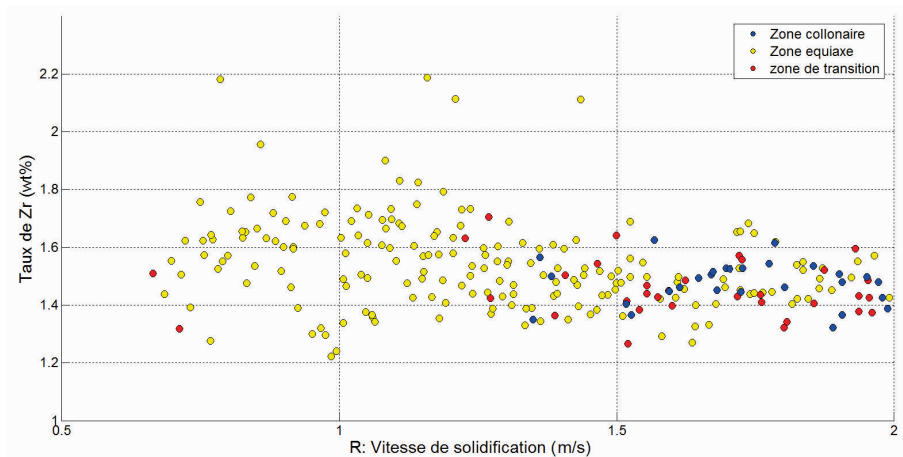
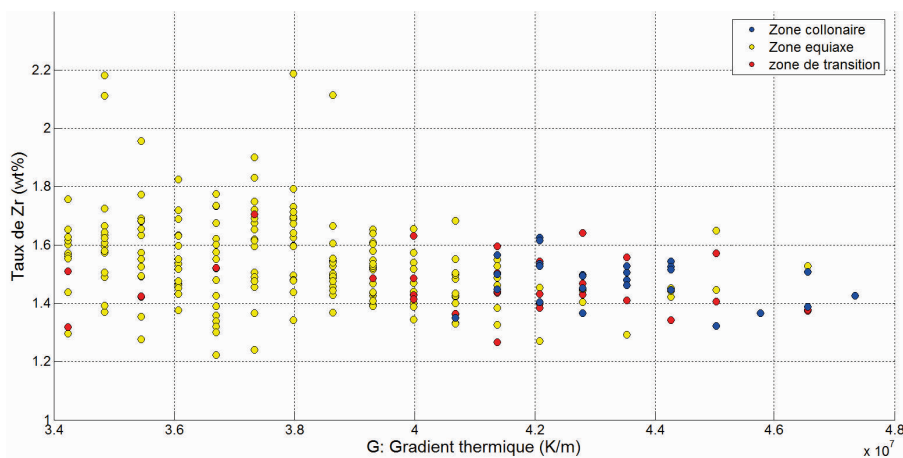


FIGURE 5.10 – Évolution du ratio d'aspect en fonction a) de la surface des grains et b) du taux de Zr

et le taux de Zr relatif (mesuré par la sonde DX) est illustrée figure 5.11. Il n'y pas de ségrégation forte au bord du cordon, là où R et G sont les plus bas. Au coeur du cordon ($G > 4.1 \text{ K/m}$), les niveaux de Zr sont resserrés et compris entre 1.3 wt% et 1.7 wt%. Dans la zone de bordure le niveau de Zr varie entre 1.2 wt% et 2.2 wt%. La dispersion du taux de Zr local diminue lorsque G et R augmentent (figure 5.11). Dans la zone équiaxe, où R et G sont les plus faibles, les deux points mixtes sont ceux dont le taux de Zr est particulièrement bas, environ 1.3 wt%. Ceci indique probablement que dans cette zone ce ne sont pas les conditions de solidification particulières qui ont agi sur la taille des grains mais plutôt le taux de Zr local.



(a)



(b)

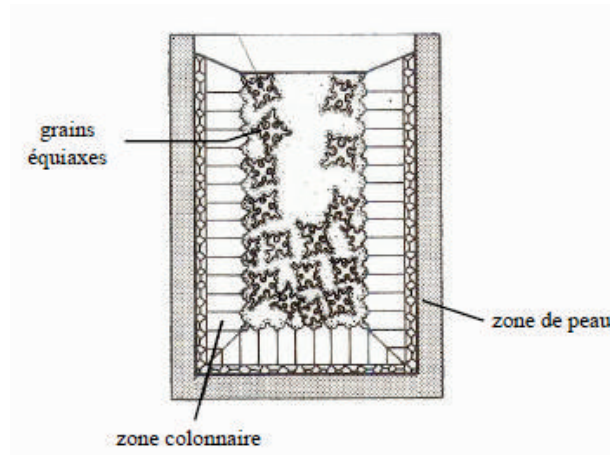
FIGURE 5.11 – a) Corrélation entre le taux de Zr, la vitesse de solidification et la classification surfacique ; b) Corrélation entre le taux de Zr, le gradient thermique et la classification surfacique

5.5 Discussion

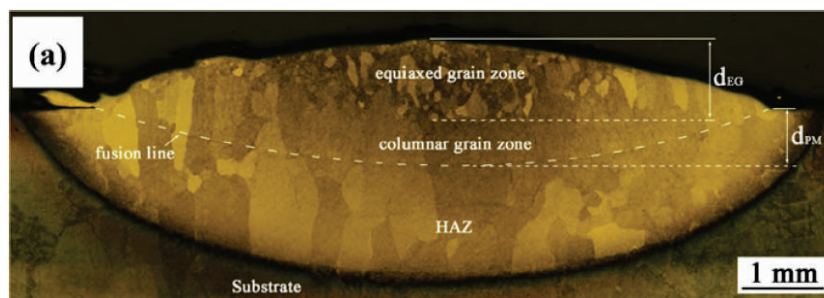
5.5.1 Variation microstructurale et modèle de CET

Contrairement aux procédés de fonderie ou de DED il semblerait que dans notre étude ce ne soit pas les conditions de solidification qui agissent directement sur le mode de nucléation. La zone de transition colonnaire-équiaxe (CET) observée ne correspond pas aux cartes de solidification "classiques".

En fonderie conventionnelle, les grains colonnaires d'aluminium α croissent du bord du moule vers le centre, dans la direction privilégiée du gradient thermique (figure 5.12a). Leur croissance prend le dessus sur une zone de peau de quelques millimètres. Au centre, les conditions de sous-fusion sont réunies pour que la nucléation de grains fins équiaxes bloque la propagation de la zone colonnaire.



(a)



(b)

FIGURE 5.12 – a) Représentation schématique d’un lingot en cours de solidification [57] ; b) Coupe transversale d’un cordon de TA6V édifié par DED [58]

Pour des conditions de solidification plus rapides issues d’une source de chaleur ponctuelle et en mouvement, Wang et al [58] ont montré que les grains β d’un alliage de titane TA6V obtenu par DED, solidifient premièrement sous forme de grains colonnaires et grossiers au contact de la zone affectée thermiquement (HAZ) (figure 5.12b). Leur orientation suit la direction d’ordre 1 du gradient thermique, c’est à dire dans le sens de l’édification. En fin de solidification, au centre du cordon et au contact de l’environnement gazeux, les grains équiaxes apparaissent et bloquent la propagation de la zone colonnaire. La zone de CET est à mi-hauteur du cordon lasé.

La variation des conditions de solidification en DED est proche de celle du SLM, hors la variation granulaire est à l’opposé des résultats obtenus dans le cadre de cette étude. Les vitesses de solidification sont plus faibles en DED, le gradient thermique est de l’ordre de 10^5 K/m et la vitesse d’avance du front de 10 cm/s [7]. En SLM, la microstructure du TA6V est complètement colonnaire et épitaxique [18].

Ainsi pour des alliages classiques et dont les conditions de solidification de mise en oeuvre sont plus faibles que le procédé SLM, les grains fins et équiaxes se propagent en fin de solidification dans une zone où le ratio G/R est le plus faible et RG le plus fort. Cette zone de propagation et de transition fut modélisée en

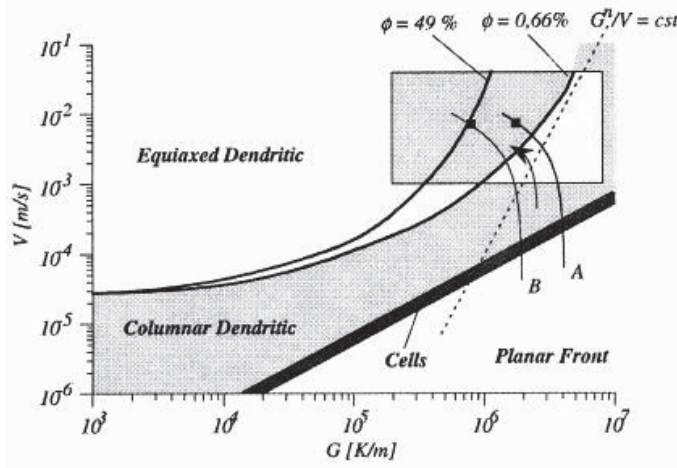


FIGURE 5.13 – Carte de solidification du superalliage CMSX-4 édifié par DED obtenue par corrélation entre le modèle de Rosenthal et le modèle de Hunt initial et étendu

premier par Hunt [143] pour les procédés de fonderie. Ce modèle a ensuite été modifié par plusieurs auteurs afin d'optimiser son adéquation avec des conditions de solidification plus rapides telles que le DED [241]. Cette concordance, entre les simulations et les données expérimentales, a été mis en évidence par Kurz et al. [242] pour le superalliage CMSX-4 (figure 5.13). Les conditions locales de solidification sont estimées à partir du modèle de Rosenthal. Les paramètres de nucléation du modèle de CET sont calibrés avec les analyses microstructurales. La propagation des grains colonnaires se situe bien dans une zone où G/R est plus faible que la zone équiaxe. Les données théoriques et de transition sont cohérentes avec les mesures expérimentales.

Pour Hunt [143], le type de croissance dépend de la fraction volumique de grains équiaxes lors du passage du front colonnaire. La croissance est considérée complètement équiaxe si la fraction volumique ϕ dépasse 0.49, ou complètement colonnaire si ϕ est égale à 1% de cette valeur. Le choix de 0.49 est arbitraire, Hunt considère qu'un grain est colonnaire dès lors que sa dimension maximale est deux fois supérieure à sa dimension minimale. Puisque la nucléation des grains est aléatoire un volume critique "étendu" est estimé. Ainsi lorsque $\phi = 0.49$, $\phi_e = 0.66$.

L'hypothèse initiale est que la germination hétérogène de grains équiaxes se réalise pour une surfusion totale unique et une quantité de germes fixe, notées respectivement ΔT_N et N_0 . Le critère variant est la surfusion de courbure notée ΔT_k , qui est fonction de la vitesse d'avance du front de solidification (R) :

$$\Delta T_k = \left(\frac{R * C_0}{A} \right)^{1/2} \quad (5.13)$$

avec C_0 un paramètre fonction de la composition de l'alliage et A une constante. Lors de la solidification, la température et la composition chimique évoluent de façon plus ou moins marquée et à des échelles différentes à l'interface solide-liquide. Les phénomènes de convection et diffusion sont prépondérants sur ces variations. Il y a donc des écarts à l'équilibre thermodynamique que ce soit thermique ou solutale,

qui génèrent de la surfusion. ΔT_C : surfusion solutale et ΔT_{th} : surfusion thermique constituent les forces motrices assurant le développement du front de solidification. Hunt regroupe ces deux variables dans la variable ΔT_N .

D'autre part à une échelle microscopique, lors de la croissance dendritique l'interface de solidification n'est généralement pas plane. L'existence de cette courbure est un phénomène limitant puisqu'elle nécessite un travail supplémentaire pour attacher les atomes à l'interface. Ce troisième type de surfusion est la surfusion de courbure ΔT_k . Par rapport aux deux premiers types de surfusion de l'ordre de quelques degrés, cette dernière semble négligeable (environ 0.1 K) mais explique pourtant l'existence la surfusion nécessaire à la germination des cristaux [57].

Ainsi à partir de ces variables est défini un critère développé pour déterminer le type de structure obtenu localement en fonction de R et G :

$$G < 0.617N_0^{1/3} \left\{ 1 - \frac{\Delta T_N}{\Delta T_k} \right\} \Delta T_k : \text{ Structure équiaxe} : \phi_e > 0.49 \quad (5.14)$$

$$G > 0.617(100N_0)^{1/3} \left\{ 1 - \frac{\Delta T_N}{\Delta T_k} \right\} \Delta T_k : \text{ Structure colonnaire} : \phi_e < 0.0066 \quad (5.15)$$

D'après ce modèle lorsque les germes sont plus "efficaces", c'est à dire lorsque ΔT_N est réduite, la vitesse d'avance du front est aussi réduite pour atteindre le CET. Le ratio G/R admissible est donc plus important. D'autre part lorsque la densité de germes augmente, terme fixe et estimé dans le modèle de Hunt, la CET intervient pour des niveaux de gradient thermique plus élevé.

D'autres critères similaires à celui de Hunt ont par la suite été élaborés afin d'améliorer son pouvoir prédictif pour des conditions de solidification plus rapide. Dans le cas du procédé DED, Gäumann [241] fait l'hypothèse que lorsque R et G sont élevés, la densité de germes est le facteur principal et que la surfusion de nucléation hétérogène est négligeable. La surfusion d'avance du front de croissance colonnaire peut être exprimée de la façon suivante :

$$\Delta T_k = \Delta T_0 (aR)^{1/n} \quad (5.16)$$

avec ΔT_0 l'intervalle de solidification de l'alliage, a et n des constantes de l'alliage. En intégrant l'équation 5.16 dans l'équation 5.15 on obtient ainsi un critère de CET simplifié. Par conséquent la microstructure est complètement colonnaire ($\phi_e < 0.0066$) lorsque :

$$\frac{G^n}{R} > a(8.6\Delta T_0 \frac{N_0^{1/3}}{n+1})^n \quad (5.17)$$

Ceci implique que le ratio G^n/R doit être supérieur à une valeur critique pour que la microstructure soit équiaxe. Puisque n est fixe, c'est bien la variation des deux variables, G et R, et leur rapport qui influe sur la transition colonnaire/equiaxe. La différence de discrétisation entre le modèle initial et la simplification est illustrée figure 5.13.

5.5.2 Cycle de solidification et hypothèses formulées

Par rapport aux hypothèses formulées pour les alliages classiques, la germination des grains d'Al6061 équiaxes est bien hétérogène, elle ne se fait pas de façon homogène

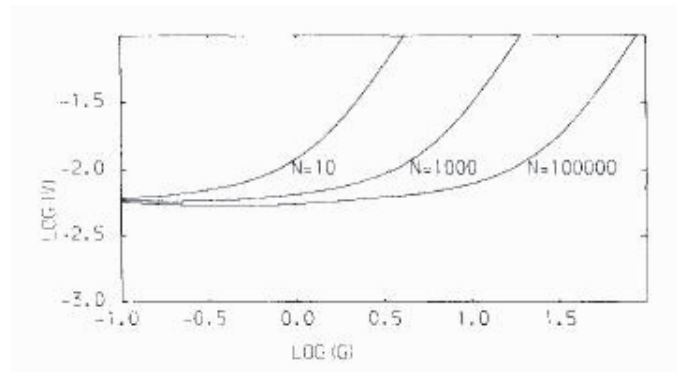


FIGURE 5.14 – Evolution du critère de CET en fonction de R et G pour un alliage d'aluminium Al-3wt%Cu, $\Delta K_N=0.75$ K, Le nombre N (cm⁻³) de germes varie de 1 à 100000

puisque la surfusion nécessaire serait beaucoup trop importante. La présence de particules d'AlZr submicroniques au bord du cordon permet de réduire très nettement l'énergie libre nécessaire à la formation d'un germe, et ce d'autant plus que les paramètres de mailles sont très proches. La surfusion nécessaire est donc réduite.

La figure 5.11 et les résultats obtenus dans le chapitre précédent montrent que ce n'est pas la quantité de zirconium qui varie mais plutôt l'état de précipitation. Le Zr ne ségrège pas au bord du cordon, en revanche la densité des germes change. Le pouvoir de germination par zone n'est donc pas le même. Les modèles de CET classiques et étendus considèrent que la densité est fixe pour toutes les conditions de solidification. Il y a donc une différence fondamentale entre les hypothèses formulées par Hunt et les données expérimentales de cette étude.

Pour que le modèle soit finalement représentatif de l'évolution microstructurale de l'Al6061/Zr, la CET doit être définie pour une densité de germes variante en fonction des conditions de solidification. Finalement cela revient à modéliser la précipitation de l'AlZr dans des conditions de solidification rapide. Plus la densité de germes N_0 est élevée et plus le ratio G^n/R doit l'être aussi pour que la microstructure demeure complètement colonnaire.

5.5.2.1 Critère surfacique

Pour le modèle classique la variation de la densité de germes agit également sur la CET, Hunt l'a illustré figure 5.14.

Dans le cas du procédé SLM plus la vitesse de solidification est importante et plus la durée allouée au Zr pour précipiter est courte. Ainsi plus GR est élevé et plus la quantité de germes est probablement faible. Hors la figure 5.8a (critère surfacique) montre que plus la vitesse de solidification est élevée et plus le ratio G/R est faible. En effet :

- Lorsque GR est de $50 \cdot 10^6$ K/s, la CET intervient pour un ratio G/R d'environ 30 K.S/mm^2
- Lorsque GR est de $80 \cdot 10^6$ K/s, la CET intervient pour un ratio G/R d'environ 20 K.S/mm^2

Ainsi même si l'on considère le critère G^n/R avec $n=3.4$ (valeur retenue par Kurz pour

le superalliage CMSX-4), il diminue de 30% entre les extrémités. R varie de 70% tandis que le gradient thermique de seulement 5%.

Ces résultats sont donc cohérents avec l'hypothèse formulée précédemment. La quantité de germes décroît lorsque la vitesse de solidification augmente, ce qui nécessite donc une surfusion plus importante pour que la nucléation de grains équiaxes bloque la propagation du front colonnaire. Les conditions de solidification agissent sur la quantité de dispersoïdes qui agissent ensuite sur la taille des grains.

Concernant la présence de grains fins dans la zone grossière, l'hypothèse la plus probable est que la vitesse d'avance du front est suffisamment importante localement pour compenser la faible quantité de germes. En effet les conditions de solidification sont plus favorables en termes de surfusion. Cette propagation est en revanche contrebalancée par la faible quantité de germes.

La figure 5.10b montre que les conditions de solidification n'ont pas d'impact sur la taille et la morphologie des grains dès lors que le taux de zirconium est supérieur à 2wt%. Ainsi lorsque la vitesse de solidification est de $100.10^6 K/s$, la quantité de zirconium apportée permet de générer suffisamment de germes afin de bloquer la propagation du front colonnaire. Les deux critères sont impactés de la même manière. La présence de grains équiaxes au coeur du cordon l'atteste. A l'inverse lorsque le taux de zirconium est trop faible $<1.5 wt\%$, la quantité de germes n'est pas suffisante pour que la microstructure équiaxe prenne le dessus, même lorsque les conditions de solidification sont a priori favorables.

La variation locale du taux de zirconium est à l'origine des différents modes de solidification dans les cordons. Le mélange de poudre obtenu par turbulats n'est pas suffisamment homogène pour que la composition le soit à une échelle microscopique. La plus grande dispersion du taux de Zr dans la zone équiaxe est probablement la conséquence de la séquence de solidification et des effets de convection.

5.5.2.2 Critère morphologique

Concernant le changement morphologique, figure 5.10a, il n'y a pas de CET clairement défini. Les conditions de solidification globales couplées à la présence de particules germinantes génèrent donc une morphologie dispersée à l'échelle du cordon. La variation surfacique est clairement définie ce n'est pas le cas de l'aspect morphologique.

La présence de particules d'AlZr bloque la progression de grains très allongés par effet d'ancrage de type zener pinning, même au coeur du cordon. Le gradient thermique orienté radialement vers le centre du cordon génère une vitesse de propagation du front de solidification colonnaire plus importante dans cette direction. Cependant la présence d'AlZr demeure homogène même si la densité se réduit. Ainsi même si la croissance du front de solidification colonnaire est la plus rapide radialement, les grains ne peuvent s'expanser très fortement dans cette direction. Les grains les plus allongés sont la conséquence de l'arrangement de germes et des conditions de solidification.

D'un point de vue du cycle de croissance des grains colonnaires, les grains nucléent de façon hétérogène à partir de particule d'AlZr. Ils croissent ensuite très rapidement dans la direction radiale puis butent sur une autre particule d'AlZr. Celle-ci bloque la croissance colonnaire, en revanche le cycle de solidification perdure dans les autres directions. La croissance des dendrites secondaires continuent de croître jusqu'à qu'elle

prenne fin au contact d'un autre grain pour former une zone d'interface. La forme des grains est donc limitée par la répartition surfacique des dispersoïdes.

En revanche la morphologie colonnaire est la plus accentuée lorsque la surfusion est la plus faible, c'est à dire lorsque G/R est le plus élevé. La figure 5.10a l'illustre, les grains les plus allongés ($AR > 3$) apparaissent systématiquement lorsque le ratio G/R est le plus fort pour chaque section du cordon. Lorsque la répartition des grains le permet, les conditions de solidification agissent donc sur la morphologie granulaire.

L'hypothèse finale pour corréler la structure granulaire aux conditions de solidification est que la quantité de particules germinantes d'AlZr varie en fonction de la vitesse de solidification. Ainsi pour chaque vitesse de solidification une quantité donnée de germes est disponible. Cette quantité permet de diminuer la surfusion nécessaire pour que la vitesse d'expansion des grains équiaxes soit suffisamment importante. A partir d'un certain seuil, le ratio G^n/R est trop élevé ce qui laisse place à la croissance colonnaire.

5.6 Conclusion

La modélisation des conditions de solidification par le modèle de Rosenthal est suffisamment représentative du procédé SLM. En atteste la corrélation à minima dimensionnelle entre le front de solidification donnée par le modèle et l'imagerie EBSD des cordons solidifiés. D'autre part la corrélation microstructurale avec ces mêmes conditions de solidification est représentative des variations spatiales. Ainsi comme l'a suggéré Liu [144] cette approche est suffisamment représentative pour définir des cartes de solidification d'alliages édifiés par le procédé SLM, même si plusieurs simplifications sont faites. Le gradient thermique et la vitesse d'avance du front de solidification sont approximés mais leur variation est représentative de ce qui est observé en termes de microstructure.

Concernant la zone de transition colonnaire/équiaxe elle est à l'opposé de ce qui est observé classiquement. Ainsi les modèles de prédiction de la CET ne sont pas représentatifs des variations microstructurales observées ici. Les hypothèses de formulation ne sont pas en adéquation avec le cycle de solidification des alliages d'aluminium enrichis en éléments germinants. Classiquement la densité de germes ne varie pas, les paramètres qui influent sur la CET sont la surfusion de nucléation et de courbure. Dans la présente étude la densité de germes varie fortement car la nucléation est activée en premier lieu par les particules d'AlZr qui elles mêmes précipitent en fonction de la vitesse de solidification.

Ainsi par rapport au chapitre précédent, la microstructure observée est bien fonction des conditions de solidification mais de façon indirecte. Ce qui est impacté est en premier lieu la précipitation des particules d'AlZr à pouvoir germinant et permettant des ancrages de type Zener Pinning. Ces derniers influent ensuite sur la nucléation des grains d'aluminium α . Par extension si la densité de germes est très élevée (>2 wt% de Zr), alors les conditions de solidification ont peu d'influence sur la microstructure finale. En revanche en dessous de ce seuil, la densité de germes n'est pas le seul paramètre à influencer sur la microstructure. La surfusion générée joue aussi fortement. En effet, si la surfusion est très faible alors la quantité de germes nécessaire est très importante.

Finalement le produit GR agit sur la densité de germes puis le ratio G/R sur la

vitesse de croissance des grains équiaxes et donc *in fine* sur la CET. Ainsi les modèles classiques de CET sont probablement valides à condition de reformuler les hypothèses d'entrée.

CHAPITRE 6

Conclusion et perspectives

Sommaire

6.1	Conclusion	224
6.2	Perspectives	226

6.1 Conclusion

Cette thèse a eu pour objectif de répondre aux deux problématiques majeures liées à la mise en oeuvre par procédé SLM de poudre d'aluminium et plus particulièrement de la série 6XXX, qui sont :

- Le vieillissement des poudres qui agit *in fine* sur les propriétés mécaniques des éléments édifiés.
- La fissuration à chaud des alliages de corroyage.

Afin d'identifier les causes qui agissent sur le vieillissement des poudres et les leviers pour les minimiser, l'effet du stockage et des conditions environnementales sur les particules a été investigué dans le premier chapitre. Pour cela les propriétés rhéologiques des poudres sont analysées auxquelles sont associées des mesures d'épaisseurs d'oxydes et du taux d'humidité. Pour valider les hypothèses formulées la nature des gaz dégagés lors de l'interaction laser/matière est étudiée.

Concernant la fissuration à chaud de l'Al6061, mise en évidence au cours de cette étude, deux approches ont été retenues pour essayer de l'annihiler. La première porte sur la modification des paramètres d'édification et la seconde sur l'ajout d'éléments germinants. Afin de valider les hypothèses formulées quant au mode de solidification de l'Al6061 avec l'ajout d'éléments germinants, le champs de température est modélisé puis corrélé aux données EBSD dans le dernier chapitre.

Vieillessement des poudres :

Il est établi que le taux d'humidité est le facteur principal qui agit à la fois sur la formation de porosités sphériques mais aussi sur la coulabilité des poudres. C'est le facteur prépondérant qui dégrade le comportement des poudres et *in fine* les propriétés mécaniques et physiques des éléments construits.

Concernant la coulabilité, il a été démontré que celle-ci est affectée principalement par les forces de cohésion des particules qui varient en fonction du taux d'humidité. Pour les poudres fines, l'humidité rémanente est défavorable car elle crée des ponts capillaires. Pour les poudres grossières, elle est plutôt favorable car elle forme un "lubrifiant" naturel entre les particules peu sphériques ou granuleuses. A l'échelle d'un lot industriel, constitué de différentes tailles et formes de particules, il existe un compromis en termes de taux d'humidité pour maximiser leur coulabilité. Il est compris entre 0.4% et 0.04% d'humidité rémanente. En deçà les forces de van der Waals, qui agissent sur les particules grossières, augmentent. Au dessus de ce taux, ce sont les ponts capillaires formés entre les particules fines qui prennent le dessus.

Concernant la formation de porosités sphériques riches en dihydrogène, seule l'humidité rémanente agit sur leur formation. Les couches d'oxydes natives sont stables aux températures et au taux d'humidité que pourraient rencontrer les poudres lors du stockage ou de l'étuvage. Dans le cas présent, plus le taux d'humidité est réduit et plus la quantité de porosités sphériques formées est faible.

Enfin le stockage n'agit que très modérément sur le comportement rhéologique des poudres. Sous l'effet de la ségrégation, le comportement rhéologique des poudres varie entre la surface d'un fût et son fond. En revanche le changement de comportement rhéologique reste négligeable par rapport à l'effet de l'humidité.

Finalement l'étuvage des particules semble nécessaire pour évacuer l'humidité rémanente et donc minimiser la formation de porosités sphériques. En revanche, la température et la durée de traitement sont à définir pour maximiser la coulabilité tout en réduisant au mieux l'humidité rémanente. Concernant le stockage, il ne semble pas nécessaire de mélanger les poudres lorsque celles-ci sont stockées dans un fût de 20 L. La différenciation particulaire générée paraît peu impactante vis-à-vis d'un système de mise en couche par rouleau.

Fissuration à chaud :

Les études sur les propriétés de la poudres ont été réalisées sur les alliages et l'Al6061 et permettent de dégager les tendances sur l'édification et les propriétés mécaniques. Les études sur la fissuration à chaud nous ont amené à développer des matériaux modifiés dont l'étude du vieillissement constituera une perspective.

Sur les alliages 6061, la phénomène de fissuration à chaud est principalement lié aux conditions de solidification extrêmes du procédé SLM mais aussi aux propriétés physiques de l'Al6061 et plus globalement des alliages de corroyage.

D'une part, la vitesse de solidification très élevée ($\simeq 10^6 - 10^7 K/m$ soit 10 à 100 fois supérieure au DED) génère des contraintes de solidification plus importante que les procédés conventionnels (environ 400 Mpa pour un acier 316L [98]). D'autre part, la composition de ces alliages génère un intervalle de fragilité large (compris entre 570 °C et 600 °C). Hors, la microstructure des alliages de corroyage obtenues par SLM est grossière, colonnaire et épitaxique orientée parallèlement à la direction d'édification. Ainsi, en raison de la morphologie et de la taille des grains, ces contraintes sont concentrées aux zones d'interfaces. Dans ces conditions, la circulation d'un film liquide interdendritique, qui pourrait jouer le rôle d'amortisseur lors de la solidification, est délicate. Les contraintes sont donc exercées sur peu d'interfaces, pauvres en liquide interdendritique, dans un laps de temps relativement important. La formation de cavités et leurs propagations est donc propice.

Concernant les deux leviers étudiés pour annihiler ce phénomène les résultats principaux sont :

- Le changement des paramètres de fabrication comme la puissance du laser, la stratégie de fabrication ou le préchauffage du lit de poudre ne permet pas de neutraliser la fissuration à chaud. Les conditions de solidification ne sont pas assez impactées pour que la vitesse de solidification soit réduite ou que la surfusion nécessaire à la formation d'une microstructure plus fine et équiaxe soit générée. Seul un préchauffage excessif du plateau à la température de 500 °C le permet [40]. Hors comme l'ont montré Uddin et al. les propriétés mécaniques obtenues sont trop faibles par rapport aux données de références de l'alliage.
- L'ajout de zirconium à hauteur de 2 wt% relatif permet de réduire de l'ordre de 200 fois la taille de grains et d'annihiler la fissuration à chaud. La microstructure micronique voir submicronique ainsi formée facilite la circulation du film interdendritique dans l'intervalle de fragilité. Les contraintes de solidification s'exercent sur un plus grand nombre d'interfaces et les grains s'accommodent plus facilement de celles-ci de par leur taille et leur morphologie. L'intervalle de fragilité

n'est pas modifié car la réaction dite péritectique a lieu pour des fractions de solide faibles.

Lors de la solidification des phases primaires de type Al-Zr sont formées et agissent comme des sites de nucléation à basse énergie pour la phase d'aluminium. La grande quantité de ces germes permet de démultiplier la quantité de grains formés. De plus par effet d'enclage (mécanisme de Zener Pinning), ces précipités tiennent la taille des grains lors des passages successifs du laser.

La quantité de Zr ajoutée est importante (de l'ordre de 20 fois par rapport à la concentration dite péritectique) car la vitesse de solidification est trop rapide pour que l'ensemble du Zr disponible ne précipite. Une quantité non négligeable demeure en solution solide, ce qui laisse un large potentiel de durcissement via des traitements thermiques de type revenu.

Microstructure bi-modale et mode de solidification :

Malgré l'ajout de Zr la microstructure demeure bi-modale à l'échelle du cordon. Les grains sont équiaxes et submicroniques au bord du cordon et plus grossiers au coeur. Cette variation de taille est directement fonction de la quantité de germes disponibles. Contrairement aux modes de CET (transition colonnaire-équiaxe) classique, appliqué aux conditions de solidification rapide, ce n'est pas uniquement la surfusion de courbure qui varie en fonction des conditions de refroidissement mais aussi la quantité de germes formés par le Zr. Ainsi plus la vitesse de solidification est importante, exprimée par le produit GR, et plus la durée allouée au Zr pour précipiter est courte. Le nombre de sites de nucléation disponibles pour la formation de grains d'aluminium α est donc réduit. La surfusion nécessaire pour que la croissance équiaxe précède la propagation du front colonnaire est donc accentuée.

Seule la taille de grains est impacté par l'ajout de Zr.

La morphologie de grains est plus homogène car elle est influencée en premier ordre par la quantité et la répartition spatiale des dispersoïdes de Zr. Hors leur répartition est homogène dans l'espace, seule la densité change en fonction des conditions de solidification. Le ratio G/R est secondaire. Ce mode de croissance microstructurale est probablement modélisable à travers le modèle de CET exprimé par Hunt et Kurz, à condition que soit intégré la variation du nombre de germes via un modèle de solidification des précipités d'Al-Zr.

6.2 Perspectives

A travers ces travaux une première étape a été passée quant à la compréhension des phénomènes de vieillissement des particules. Il reste cependant plusieurs verrous à lever pour que l'utilisation de poudres d'aluminium à l'échelle industrielle soit complètement mature. Ces travaux ont démontré que la prise d'humidité des particules est l'élément le plus impactant sur la dégradation d'un lot de poudre. Cependant, il n'est pas établi comment la poudre doit-être stockée (température, humidité relative), comment la contrôler et dans quelles conditions (si nécessaire) doivent être étuvées les particules. En effet, si le cycle complet de fabrication, de transport et de transfert des poudres vers les machines se fait dans un environnement protégé alors il est probable que l'étuvage ne soit pas nécessaire. Dans le cas contraire il faudra le prévoir. Enfin la quantité

d'humidité rémanente requise pour que l'utilisation des poudres soit optimale doit encore être définie. Ces travaux ont permis d'établir une plage entre 0,4% et 0,04% qui doit encore être affinée.

Concernant la mise en oeuvre des alliages de corroyage et plus particulièrement de la série 6XXX, il est maintenant établi à travers ces travaux et d'autres plus récents que la composition de ces matériaux n'est pas adaptée au procédé SLM [170], [229], [37], [243], [244], [230], [56]. Le phénomène de fissuration à chaud se produit de façon systématique et ce peu pour une large plage de paramètres de fabrication. Ces travaux ont mis en évidence l'intérêt de l'ajout d'éléments germinants pour affiner la taille de grains. Il est maintenant possible de concevoir de nouveaux alliages qui puissent tirer parti des conditions de solidification particulières du procédé SLM tout en évitant l'apparition de fissures à chaud. Des études sont d'ailleurs en cours, comme par exemple celle de la société Constellium sur la conception d'un alliage d'aluminium à haute tenue en température.

L'utilisation d'un modèle de prédiction de la CET qui intègre la modélisation de la précipitation de germes permettrait d'ailleurs de définir la teneur optimale en éléments germinant. Cette approche reste cependant à valider.

Enfin concernant ces travaux, des premières mesures des propriétés mécaniques et physiques de l'Al6061 avec du Zr ont montré le fort potentiel de ce type de solution. Des atomisations à une échelle du laboratoire ont été effectuées suivant la composition optimale définie. Les traitements thermiques optimaux pour maximiser les propriétés de ce type d'alliage doivent encore être mis au point.

CHAPITRE 7

Annexes

7.1 Annexe 1 : Données XPS et Auger

	Poudres					Matériaux purs							
	Oxyde Mg0			Al2O3	Matrice	Al2O3		AlMet	Mg0				
Transition	Mg 1s	Mg 2s	Mg 2p	Al 2p	Al 2p	Al2p	O1s	Al2p	Mg2s	Mg2p	Mg1s	O1s	
I (CPS.ev)						5964	35925	5624	8353	5306	86009	33976	
Ec (Ev)	1300	86	47	71	69	72	529	73	84	45	1300	526	
Mv(g/cm3)	3,58			3,97		3,97			3,58				
Nbr E- Valence	8			24		24			8				
Band Gap (Ev)	7,3			7,3									
Z	12			13	13	13	8	13	12				
I (CPS.ev) Référence	16567	1466	703	1586	297								
I (CPS.ev) Etuvage 80°C_6h	8751	984	498	1288	246								
I (CPS.ev) Etuvage 80°C_23h	11300	1021	593	1528	260								
I (CPS.ev) 23°C_24h_70%HR	13864	1102	534	1104	537								
I (CPS.ev) 40°C_24h_70%HR	13711	1090	558	1481	213								
I (CPS.ev) 80°C_24h_70%HR	6606	620,2	305,2	2528	150								
I (CPS.ev) 23°C_48h_70%HR	20162	1549	865	2252	189								
I (CPS.ev) 40°C_48h_70%HR	13910	1375	715	1682	249								
I (CPS.ev) 80°C_48h_70%HR	4798	393	229	2051	102								
I (CPS.ev) 23°C_72h_70%HR	16696	1431	773	1161	823								
I (CPS.ev) 40°C_72h_70%HR	13609	1096	595	1556	108								
I (CPS.ev) 80°C_72h_70%HR	5665	492	306	1950	101								

FIGURE 7.1 – Données d’entrées des calculs d’épaisseur d’oxydes par XPS

Transition	Al ₂ O ₃		MgO		Al Matrice	
	KLL	LMM	KLL	LMM	KLL	LMM
Ec (eV)	1386	56	1179	37	1393	Trop faible pour être observable
Libre parcours moyen (nm)	3,231	0,714	2,456	0,413	3,072	
Section efficace de photoionisation (barns)	1,29	1,35	12,08	12,11	1,29	
Volume molaire (mol/cm ³)	25,8	25,8	11,25	11,25	10	
Intensité Particule 1 (CPS.ev)	9012	2549	5495	2187	1029	
Intensité Particule 2 (CPS.ev)	7949	1175	2703	1136	2047	
Intensité Particule 3 (CPS.ev)	14579	6589	10769	5879	1474	
Intensité Particule 4 (CPS.ev)	17743	2549	9285	2207	2837	
Intensité Particule 5 (CPS.ev)	13713	2392	6899	2727	2089	
Intensité Particule 6 (CPS.ev)	8501	1327	4651	1324	1161	
Intensité Particule 7 (CPS.ev)	6498	1132	3412	1001	820	

FIGURE 7.2 – Données d'entrées des calculs d'épaisseur d'oxydes par spectroscopie Auger

Moyen d'analyse	Température (°C)	Durée (h)	Taux d'humidité (%)	Ep(MgO) (nm)		Ep(Al ₂ O ₃) (nm)		Ep Totale (nm)
				Moyenne	Ecart Type	Moyenne	Ecart Type	
Spectroscopie Auger	Référence			0,58	2,4E-01	2,13	2,1E-01	2,57
	Référence			0,77	7,9E-02	2,01	1,5E-01	2,24
XPS	80	6	NC	0,62	5,8E-03	2,06	1,2E-01	2,18
	80	23	NC	0,67	2,9E-02	2,15	1,3E-01	2,30
	80	24	70	0,66	5,8E-03	3,48	1,5E-01	3,64
	80	48	70	0,62	1,0E-02	3,75	1,5E-01	3,91
	80	72	70	0,74	1,2E-02	3,55	1,8E-01	3,74
	40	24	70	0,90	1,0E-02	2,20	1,6E-01	2,36
	40	48	70	0,83	5,8E-03	2,22	1,5E-01	2,37
	40	72	70	1,22	1,2E-02	2,80	2,0E-01	3,02
	23	24	70	0,50	5,8E-03	0,99	5,7E-02	1,05
	23	48	70	0,57	5,8E-03	1,24	7,8E-02	1,32
	23	72	70	1,14	1,2E-02	2,64	1,9E-01	2,84

FIGURE 7.3 – Récapitulatif des valeurs d'épaisseur d'oxydes calculées par spectroscopie XPS et Auger

7.2 Annexe 2 : Protocole de polissage métallographique

Etape 1	Type de plateau	Plateau adhésif	Sens de rotation plateau/porte-échantillon	Contraire
	Type de disque	Disque abrasif	Durée	3 min
	Grain	P240	Force pression centrale	1daN / échantillon
	Vitesse de rotation plateau	150 rpm	Force pression indépendante	Voir table machine
	Eau	Oui		
<i>Commentaires :</i>				
Cette opération permet d'enlever la couche de résine s'étant glissée en dessous de l'échantillon lors de l'enrobage. Rincer le disque à l'eau en fin d'opération.				
Etape 2	Type de plateau	Plateau adhésif	Sens de rotation plateau/porte-échantillon	Contraire
	Type de disque	Disque abrasif	Durée	4 min
	Grain	P320	Force pression centrale	1daN / échantillon
	Vitesse de rotation plateau	150 rpm	Force pression indépendante	Voir table machine
	Eau	Oui		
<i>Commentaires :</i>				
Cette opération permet d'établir le plan sur l'ensemble des échantillons. Passer le porte-échantillon avec les échantillons au bac à ultrasons pendant 2 minutes en fin d'opération. Rincer le disque à l'eau chaude en fin d'opération.				
Etape 3	Type de plateau	Plateau adhésif	Sens de rotation plateau/porte-échantillon	Contraire
	Type de disque	Disque abrasif	Durée	1 min
	Grain	P600	Force pression centrale	1daN / échantillon
	Vitesse de rotation plateau	150 rpm	Force pression indépendante	Voir table machine
	Eau	Oui		
<i>Commentaires :</i>				
Passer le porte-échantillon avec les échantillons au bac à ultrasons pendant 2 minutes en fin d'opération. Rincer le disque à l'eau chaude en fin d'opération.				
Etape 4	Type de plateau	Plateau adhésif	Sens de rotation plateau/porte-échantillon	Contraire
	Type de disque	Disque abrasif	Durée	2 min
	Grain	P1200	Force pression centrale	1daN / échantillon
	Vitesse de rotation plateau	150 rpm	Force pression indépendante	Voir table machine
	Eau	Oui		
<i>Commentaires :</i>				
Passer le plateau avec les échantillons au bac à ultrasons pendant 2 minutes en fin d'opération. Rincer le disque à l'eau chaude en fin d'opération.				
Etape 5	Type de plateau	Plateau adhésif	Sens de rotation plateau/porte-échantillon	Contraire
	Type de disque	Disque abrasif	Durée	3 min
	Grain	P2400	Force pression centrale	1daN / échantillon
	Vitesse de rotation plateau	150 rpm	Force pression indépendante	Voir table machine
	Eau	Oui		
<i>Commentaires :</i>				
Passer le porte-échantillon avec les échantillons au bac à ultrasons pendant 2 minutes en fin d'opération. Rincer le disque à l'eau chaude en fin d'opération.				

FIGURE 7.4 – Protocole de polissage des échantillons d'Al6061 obtenu par fabrication additive SLM 1/2

Etape 6	Type de plateau	Plateau adhésif	Sens de rotation plateau/porte-échantillon	Contraire
	Type de disque	Toile 3 µm	Durée	5 min
	Solution abrasive	Solution diam. 3µm	Force pression centrale	1daN / échantillon
	Vitesse de rotation plateau	300 rpm	Force pression indépendante	Voir table machine
	Eau	Non		
Manuel : Spray de solution diamant 3µm toutes les 30 secondes + Spray lubrifiant toutes les 45 secondes.				
Commentaires :				
Passer le porte-échantillon avec les échantillons au bac à ultrasons pendant 3 minutes en fin d'opération. Ne pas nettoyer la toile à l'eau, passer un coup de tissu absorbant pour enlever l'excédent de solution sur la toile.				
Etape 7	Type de plateau	Plateau adhésif	Sens de rotation plateau/porte-échantillon	Contraire
	Type de disque	Toile 1 µm	Durée	5 min
	Solution abrasive	Solution diam. 1µm	Force pression centrale	1daN / échantillon
	Vitesse de rotation plateau	300 rpm	Force pression indépendante	Voir table machine
	Eau	Non		
Manuel : Spray de solution diamant 1µm toutes les 30 secondes + Spray lubrifiant toutes les 45 secondes.				
Commentaires :				
Passer le porte-échantillon avec les échantillons au bac à ultrasons pendant 3 minutes en fin d'opération. Ne pas nettoyer la toile à l'eau, passer un coup de tissu absorbant pour enlever l'excédent de solution sur la toile.				
Etape 8	Type de plateau	Plateau magnétique	Sens de rotation plateau/porte-échantillon	Contraire
	Type de disque	Toile silice colloïdale « feutre rouge »	Durée	10 min
	Solution	Solution de silice colloïdale	Force pression centrale	5daN / 6 échantillons
	Vitesse de rotation plateau	130 rpm	Force pression indépendante	Voir table machine
	Eau	Consignes particulières		
Préparer la solution de silice colloïdale : 1/3 silice + 2/3 eau Humidifier la toile à l'eau pendant 1 minute avant de commencer l'opération ; Ne pas utiliser l'eau pour les 9 premières minutes de l'opération ; Verser quelques ml de silice colloïdale sur la toile toutes les 45 secondes ; Pour la dernière minute, mettre l'eau et ne pas verser de silice.				
Commentaires :				
Passer le porte-échantillon avec les échantillons au bac à ultrasons pendant 3 minutes en fin d'opération. Passer un coup de tissu absorbant pour enlever l'excédent de silice sur la toile.				

FIGURE 7.5 – Protocole de polissage des échantillons d'Al6061 obtenu par fabrication additive SLM 2/2

7.3 Annexe 3 : Script Matlab pour corrélérer l'analyse EBSD aux données EDX

```

clearvars

tic; % Démarrage du compteur

%% ***** Lecture des images EDX pour gamma auto et gamma
manuel : *****

[image_gauto,PathName] =
uigetfile({'*.png'; '*.tif'; '*.jpg'}, 'Selectionner 1 image EDX
Gamma AUTO'); % Importation de l'image EDX gamma auto
img_gauto = imread(image_gauto); % Lecture de l'image EDX gamma
auto
[image_gmanuel] =
uigetfile({'*.png'; '*.tif'; '*.jpg'}, 'Selectionner 1 image EDX
Gamma MANUEL'); % Importation de l'image EDX gamma manuel
img_gmanuel = imread(image_gmanuel); % Lecture de l'image EDX
gamma manuel

info_img = imfinfo(image_gauto); % Obtention des informations
concernant l'image EDX gamma auto

%% ***** Boite de dialogue, obtention des informations :
% - TauxZr moyen echantillon ;
% - Niveau R (RGB) moyen image EDX gamma auto ;
% - Niveau R (RGB) moyen image EDX gamma manuel. *****

prompt = {'Renseigner le taux de Zr de 1 echantillon (donnée
ZEISS)', 'Renseigner le niveau de Rouge (RGB) moyen de 1 image EDX
Gamma Auto', 'Renseigner le niveau de Rouge (RGB) moyen de 1 image
EDX Gamma Manuel'}; % Titre des champs de la boite de dialogue
dlg_title = 'Informations echantillon'; % Titre de la boite de
dialogue
num_lines = 2; % Nombre de champs - 1
defaultans = {'1.2', '89.097', '91.539'}; % Valeurs par défauts des
champs
info_ech = inputdlg(prompt,dlg_title,num_lines,defaultans); %
Boite de dialogue

%% ***** Importation des valeurs de Xcg et Ycg : *****

Excel = actxserver('Excel.Application'); % Ouvre le processus
Excel

%Excel.Visible = true; %Affiche l'interface Excel

[xlsfile xlspath] = uigetfile({'*.xlsx'}, 'Selectionner 1 Excel de
données'); % Selection manuelle du fichier Excel de données

```

```

Workbook = Excel.Workbooks.Open(fullfile(xlspath,xlsfile)); %
Ouvre le classeur ciblé

Excel.Worksheets.Item('données').Select; % Selection de la
feuille "données"

% Selection des données présentes dans les colonnes B à C
range = Excel.ActiveSheet.Range('B1').End('xlDown');
range_row = range.Row;
selection_name = strcat('B1:C',int2str(range_row));

donnees = Excel.ActiveSheet.Range(selection_name).Value; %
Importation des données (Xcg, Ycg) dans une variable MATLAB
"donnees"

[nbrow nbcolum] = size(donnees); % Obtention du nombre de grains
(= nombre de ligne de la série de données : nbrow)
donnees = cell2mat(donnees); % Conversion des données extraites
de Excel (initialement au format 'cell') vers un format 'double'

texel = toc; % Enregistrement du 1er temps

%% ***** Boucle d'extraction du niveau de rouge RGB *****
% Cette boucle permet de lire la valeur R (RGB) d'un pixel en
% particulier sur les images EDX.
% On regardera cette valeur sur le pixel de coordonnées(Xcg,
Ycg)
% correspondant au centre de gravité d'un grain et les pixels
adjacents,
% puis on moyennera ces valeurs permettant ainsi d'obtenir une
valeur du
% niveau de rouge représentative du grain considéré.
% Cette valeur moyenne est ensuite stockée dans un vecteur
correspondant
% à l'image EDX Gamma automatique ou manuel.
%

% Les instructions disp() en commentaire permettent une
verification du
% déroulement de la boucle.

% disp('_____DEBUT TEST BOUCLE 1_____')
% disp('')

```



```

for i = 1:nbrow;

    disp(strcat('i=',num2str(i))) % Affichage de l'avancement de
    la boucle, peut être mis en commentaire pour accélérer légèrement
    l'exécution de la boucle.
%     disp('')

    clearvars matrice_gauto
    clearvars matrice_gmanuel
    clearvars indice_matrice_auto
    clearvars indice_matrice_manuel

    %     Obtention du couple de valeur (Xcg, Ycg) à partir des
    données
    % extraites d'Excel. Il y a un décalage entre les valeurs de
    Xcg et Ycg obtenues par
    % le logiciel du ZEISS et le pixel correspondant sur une
    image (les
    % pixels sont indexés à partir du pixel 1 et non du pixel 0).

    Xcg = ceil(donnees(i,1))+1;
    Ycg = ceil(donnees(i,2))+1;

    if Xcg == info_img.Width + 1
        Xcg = info_img.Width;
    end

    if Ycg == info_img.Height + 1
        Ycg = info_img.Height;
    end

%     disp(strcat('Xcg=',num2str(Xcg),'   Ycg=',num2str(Ycg)))
%     disp('')

% Cas particuliers

    if Xcg == 1
        k_inf = 0;
    else
        k_inf = -1;
    end

    if Xcg == info_img.Width
        k_sup = 0;
    else
        k_sup = 1;
    end
end

```

```

if Ycg == 1
    n_inf = 0;
else
    n_inf = -1;
end

if Ycg == info_img.Height
    n_sup = 0;
else
    n_sup = 1;
end

%     disp(strcat('k_inf=',num2str(k_inf),'
k_sup=',num2str(k_sup)))
%     disp(strcat('n_inf=',num2str(n_inf),'
n_sup=',num2str(n_sup)))
%     disp('')

indice_matrice_auto = 1;
indice_matrice_manuel = 1;
compte_valeur_auto = 0;
compte_valeur_manuel = 0;

for k = k_inf : k_sup
    for n = n_inf : n_sup

        X = Xcg + k;
        Y = Ycg + n;

%         disp('___')
%         disp(strcat('X=',num2str(X),'   Y=',num2str(Y)))

        % Cas particulier d'un pixel dont la valeur du niveau
de rouge
        % est de 0. On ne le prend pas en compte dans la
moyenne car ce
        % dernier est dû au bruit.

        if 255 * im2double(img_gauto(Y,X,1)) ~= 0 %
Verification que le niveau de rouge est /= de 0
            matrice_gauto(indice_matrice_auto) =
img_gauto(Y,X,1);
            indice_matrice_auto = indice_matrice_auto + 1;
            compte_valeur_auto = compte_valeur_auto + 1;

%         disp('IF auto = VRAI   ')

```

```

%             disp(strcat('RGB = ',num2str(255 *
im2double(img_gauto(Y,X,1))))))
%             disp('matrice auto')
%             disp(matrice_gauto)
%             disp('')
        else
%             disp('IF auto = FAUX  ')
%             disp(strcat('RGB = ',num2str(255 *
im2double(img_gauto(Y,X,1))))))
%             disp('')
        end
        if 255 * im2double(img_gmanuel(Y,X,1)) ~= 0
            matrice_gmanuel(indice_matrice_manuel) =
img_gmanuel(Y,X,1);
            indice_matrice_manuel = indice_matrice_manuel +
1;
            compte_valeur_manuel = compte_valeur_manuel +1;

%             disp('IF manuel = VRAI  ')
%             disp(strcat('RGB = ',num2str(255 *
im2double(img_gmanuel(Y,X,1))))))
%             disp('matrice manuel')
%             disp(matrice_gmanuel)
%             disp('')
        else
%             disp('IF manuel = FAUX  ')
%             disp(strcat('RGB = ',num2str(255 *
im2double(img_gmanuel(Y,X,1))))))
%             disp('')
        end

    end
end

%     disp('*****')
%     disp('')
%     disp('MATRICE gAUTO')
%     matrice_gauto
%     disp('')
%     disp('MATRICE gMANUEL')
%     matrice_gmanuel

% Identification du cas particulier où les neuf valeurs
considérées sont égales à 0 :
% Si oui : on force la matrice 'niveau_Rgb' à 0.
% Si non : on calcul la moyenne des valeurs mesurées.

```

```

if compte_valeur_auto == 0
    niveau_Rgb_gauto(i) = 0;
else
    niveau_Rgb_gauto(i) = mean(matrice_gauto(:));
end

if compte_valeur_manuel == 0
    niveau_Rgb_gmanuel(i) = 0;
else
    niveau_Rgb_gmanuel(i) = mean(matrice_gmanuel(:));
end

end

texte2 = toc; % Enregistrement du 2ème temps

%Excel.Visible = true; %Affiche l'interface Excel

%% ***** Boucle d'écriture des variables MATLAB dans la
feuille Excel *****
% La boucle permet d'écrire les variables suivantes dans la
feuille Excel :
% - le niveau de rouge moyen pour chaque grain en colonne 'D' et
% 'E' (variable 'niveau_Rgb').
% - les valeurs calculées du taux de Zr de chaque grain en
colonne 'F' et
% 'G'. Formule : TauxZr Grain = Niveau Rouge Grain * TauxZr Moyen
Echantillon / Niveau Rouge Moyen Echantillon

for j = 1:nbrow;

    disp(strcat('j=', num2str(j))) % Affichage de l'avancement de
la boucle, peut être mis en commentaire pour accélérer légèrement
l'exécution de la boucle.

    range = Excel.ActiveSheet.Range(strcat('D', int2str(j)));
    range.Value = niveau_Rgb_gauto(j);
    range = Excel.ActiveSheet.Range(strcat('E', int2str(j)));
    range.Value = niveau_Rgb_gmanuel(j);

    range = Excel.ActiveSheet.Range(strcat('F', int2str(j)));
    % Les variables ont besoin d'être converties en 'double' afin
de
    % pouvoir effectuer un calcul mathématique :
    % - cell2mat = 'cell' -> 'char'
    % - str2num = 'char' ou 'str' -> 'double'

```

```

        range.Value = niveau_Rgb_gauto(j) *
str2num(cell2mat(info_ech(1))) / str2num(cell2mat(info_ech(2)));
        range = Excel.ActiveSheet.Range(strcat('G',int2str(j)));
        range.Value = niveau_Rgb_gmanuel(j) *
str2num(cell2mat(info_ech(1))) / str2num(cell2mat(info_ech(3)));

end

texe3 = toc; % Enregistrement du 3ème temps

%% Mise en forme de l'Excel

% Insertion d'une ligne pour l'entête

shift = -4121;

Activesheet = Excel.Activesheet;

ActivesheetRange =
get(Activesheet, 'Range', sprintf('%s:%s', '1', '1'));

invoke(ActivesheetRange, 'Insert', shift);

% Ecriture des entête de colonne

Activesheet.Range('A1').Value = 'Area[ $\mu\text{m}^2$ ]';
Activesheet.Range('B1').Value = 'Xcg [pixel]';
Activesheet.Range('C1').Value = 'Ycg [pixel]';
Activesheet.Range('D1').Value = 'R (RGB) Gamma Auto';
Activesheet.Range('E1').Value = 'R (RGB) Gamma Manuel';
Activesheet.Range('F1').Value = 'Taux de Zr Gamma Auto';
Activesheet.Range('G1').Value = 'Taux de Zr Gamma Manuel';

%Workbook.Save; % Enregistre le classeur préexistant à son
emplacement et sous le même nom

Excel.Visible = true; % Affiche l'interface Excel
% Workbook.Close(false); %Permet de fermer un classeur sans
l'enregistrer et sans la boite de dialogue Excel sur la
confirmation de fermeture
% delete(Excel);
% clear Excel;

texe4 =toc; % Enregistrement du 4ème temps

% Affichage des temps

```



```
disp(strcat('Temps 1 = ',num2str(texel),'    Temps 2 =  
' ,num2str(texe2),'    Temps 3 = ',num2str(texe3),'    Temps 4 =  
' ,num2str(texe4)))
```

7.4 Annexe 4 : Script Matlab pour corrélérer les données de duretés aux données EBSD

```

clearvars

%Declaration des variables
pas=1;
nbr=0;
limite=0.502; %4*0,1225;%taille des grains à ne pas prendre en
compte

%% *****Lecture des données EDX dans fichier Excel
Excel = actxserver('Excel.Application'); % Ouvre le processus
Excel
[xlsfile, xlspath] = uigetfile({'*.xlsx'}, 'Selectionner 1-Données
grains EBSD'); % Selection manuelle du fichier Excel de données
Workbook = Excel.Workbooks.Open(fullfile(xlspath,xlsfile)); %
Ouvre le classeur ciblé
Excel.Worksheets.Item('données').Select; % Selection de la
feuille "données"

% Selection des données présentes dans les colonnes A à H
range = Excel.ActiveSheet.Range('A1').End('xlDown');
range_row = range.Row;
selection_name = strcat('A1:D',int2str(range_row));
tab1 = Excel.ActiveSheet.Range(selection_name).Value;

tab1 = cell2mat(tab1); % Conversion des données extraites de
Excel (initialement au format 'cell') vers un format 'double'
[nbrow, nbcolum] = size(tab1); % Récupération de la taille du
tableau
Workbook.Close
%%
%Traitement des données EBSD
coefpx=20/(114/2);%passage px en µm

for i=1:pas:nbrow
    tabEBSD(i,1)=tab1(i,1);%Aire
    tabEBSD(i,2)=(tab1(i,2)+1)*coefpx;%coordonnées en x en
µm
    tabEBSD(i,3)=(tab1(i,3)+1)*coefpx;%Cordonnées en y en µm
    tabEBSD(i,4)=(tab1(i,2)+1)*2; %données en px *2 pour
placer les points sur l'image
    tabEBSD(i,5)=(tab1(i,3)+1)*2;
end

%Ouverture de l'image EDX
[image,PathName] =
uigetfile({'*.png'; '*.tif'; '*.jpg'}, 'Selectionner 1 image EBSD');

```

```

img= imread(image); % Lecture de l'image EBSD

%{
%Vérification : Affichage des centres de gravités
figure
imshow(img)
hold on
scatter(tabEBSD(:,4),tabEBSD(:,5),'filled','w');
%}

%%
%Sélection des données de micro dureté
%% *****Lecture des données EDX dans fichier Excel
Excel = actxserver('Excel.Application'); % Ouvre le processus
Excel
[xlsfile, xlspath] = uigetfile({'*.xlsx'},'Selectionner 2-
Résultats duretés'); % Selection manuelle du fichier Excel de
données
Workbook = Excel.Workbooks.Open(fullfile(xlspath,xlsfile)); %
Ouvre le classeur ciblé
Excel.Worksheets.Item('données').Select; % Selection de la
feuille "données"

% Selection des données présentes dans les colonnes A à H
range = Excel.ActiveSheet.Range('A1').End('xlDown');
range_row = range.Row;
selection_name = strcat('A1:H',int2str(range_row));
tab2 = Excel.ActiveSheet.Range(selection_name).Value;

tab2 = cell2mat(tab2); % Conversion des données extraites de
Excel (initialement au format 'cell') vers un format 'double'
[nbrow2, nbcolum2]=size(tab2); % Récupération de la taille du
tableau
Workbook.Close
%%
%Changement d'axe de la grille des indents
%Coordonnées de x

for i=1:pas:nbrow2
    if tab2(i,1)==0
        tab2(i,1)=95;
    elseif tab2(i,1)==-5
        tab2(i,1)=90;
    elseif tab2(i,1)==-10
        tab2(i,1)=85;
    elseif tab2(i,1)==-15
        tab2(i,1)=80;

```

```

elseif tab2(i,1)==-20
    tab2(i,1)=75;
elseif tab2(i,1)==-25
    tab2(i,1)=70;
elseif tab2(i,1)==-30
    tab2(i,1)=65;
elseif tab2(i,1)==-35
    tab2(i,1)=60;
elseif tab2(i,1)==-40
    tab2(i,1)=55;
elseif tab2(i,1)==-45
    tab2(i,1)=50;
elseif tab2(i,1)==-50
    tab2(i,1)=45;
elseif tab2(i,1)==-55
    tab2(i,1)=40;
elseif tab2(i,1)==-60
    tab2(i,1)=35;
    elseif tab2(i,1)==-65
        tab2(i,1)=30;
elseif tab2(i,1)==-70
    tab2(i,1)=25;
elseif tab2(i,1)==-75
    tab2(i,1)=20;
elseif tab2(i,1)==-80
    tab2(i,1)=15;
elseif tab2(i,1)==-85
    tab2(i,1)=10;
elseif tab2(i,1)==-90
    tab2(i,1)=5;
else tab2(i,1)==-95
    tab2(i,1)=0;
end
end

```

```

%Coordonnées de y
for i=1:pas:nbrow2
    if tab2(i,2)==0
        tab2(i,2)=35;
    elseif tab2(i,2)==5
        tab2(i,2)=30;
    elseif tab2(i,2)==10
        tab2(i,2)=25;
    elseif tab2(i,2)==15
        tab2(i,2)=20;
    elseif tab2(i,2)==20
        tab2(i,2)=15;
    end
end

```



```

elseif tab2(i,2)==25
    tab2(i,2)=10;
elseif tab2(i,2)==30
    tab2(i,2)=5;
else tab2(i,2)==35
    tab2(i,2)=0;
end
end

%Pour ne pas commencer à 0 0
tab2(:,1)=tab2(:,1)+5;
tab2(:,2)=tab2(:,2)+5;

%{
%Verification de la disposition de indents sans déplacement de la
grille
for i=1:length(tab2)
    if tab2(i,3)>1.2
        %indents dur
        D(i,1)= tab2(i,1);
        D(i,2)=tab2(i,2);
    else
        %indents mou
        M(i,1)=tab2(i,1);
        M(i,2)=tab2(i,2);
    end
end
end

figure
scatter( M(:,1),M(:,2), 'b')
xlabel('X')
hold on
scatter( D(:,1),D(:,2), 'r')%tracé pour les indents dur
%}

%Décalage de la grille d'indents
X=2;
Y=3;
Theta=7;
for i=1:pas:nbrow2

tabI(i,1)=(tab2(i,1)+X)*cosd(Theta)+(tab2(i,2)+Y)*sind(Theta);%x
en µm
    tabI(i,2)=(tab2(i,2)+Y)*cosd(Theta)-
((tab2(i,1)+X)*sind(Theta));%y en µm
    tabI(i,3)=tab2(i,3);%dureté
end

```

```

%Verification de la disposition de indents
for i=1:1:length(tab2)
    if tabI(i,3)>1.2
        %indents dur
        D(i,1)= tabI(i,1);
        D(i,2)=tabI(i,2);
    else
        %indents mou
        M(i,1)=tabI(i,1);
        M(i,2)=tabI(i,2);
    end
end

%{
%Graphique verification de la disposition de indents
figure
scatter( M(:,1),M(:,2),'b')
xlabel('X')
hold on
scatter( D(:,1),D(:,2),'r')%tracé pour les indents dur
%}

%Affichage des indents sur l'image EBSD
figure
imshow(img)
hold on
scatter(tabI(:,1)*(114/20),tabI(:,2)*(114/20),'filled','w');
hold on
scatter(D(:,1)*(114/20),D(:,2)*(114/20),'filled','r');%mise en
valeur des indents dur

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%Corrélation%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
////
iter=1;

for i2=1:pas:length(tabI) %pour tous les indents
    for i=1:pas:length(tabEBSD)%pour tous les coordonnées

        interval=2;%zone en µm qui délimite les grains à prendre
en compte
        if tabEBSD(i,2)>=(tabI(i2,1)-interval) &&
tabEBSD(i,2)<=(tabI(i2,1)+interval) && tabEBSD(i,3)>=(tabI(i2,2)-
interval) && tabEBSD(i,3)<=(tabI(i2,2)+interval)

```

```

        corr(iter,1)=tabEBSD(i,1);%aire  $\mu\text{m}^2$  du grain
sélectionné
        corr(iter,2)=tabI(i2,3);%dureté GPa
        corr(iter,3)=i2;%numéro de l'indent
        corr(iter,4)=tabEBSD(i,4);%coordonnées x en px du
grain sélectionné
        corr(iter,5)=tabEBSD(i,5);
    end
    iter=iter+1;
end
end

%Graphique taille des grains en fonction de la dureté
figure
scatter(corr(:,2),corr(:,1),200)
axis on
xlabel('Dureté (GPa)', 'FontSize',23,'FontWeight','bold')
ylabel('surface grains ( $\mu\text{m}^2$ )', 'FontSize',23,'FontWeight','bold')
title('Corrélation de la taille des grains à la micro-dureté ')

%{
%Affichage des grains sélectionnés autour des indents sur l'image
EBSD
figure
imshow(img)
hold on
scatter(tabI(:,1)*(114/20),tabI(:,2)*(114/20),'filled','w');
hold on
scatter(D(:,1)*(114/20),D(:,2)*(114/20),'filled','r');%mise en
valeur des indents dur
hold on
scatter(corr(:,4),corr(:,5),'filled','y');%grains sélectionnés
%}

%Moyenne des aires
Mgrains=zeros(length(tabI),1);
for i2=1:pas:length(tabI)
    for i=1:pas:length(corr)

        if corr(i,3)==i2 && corr(i,1)>limite %Ne prend pas en
compte les zones inférieures à 4pixels
            Mgrains(i2,1)=Mgrains(i2,1)+corr(i,1);
            nbr=nbr+1;
        end
    end
end
Mgrains(i2,1)=Mgrains(i2,1)/nbr;

```

```

    if Mgrains(i2,1)==0
        %Maxgrains(i2,1)=NaN;
        Mgrains(i2,1)=0.502; %On affecte une taille de grains de
1 pixel
    end
    nbr=0;
end

%Graphique taille moyenne des grains en fonction de la dureté
figure
scatter(tabI(:,3),Mgrains(:,1),200)
axis on
xlabel('Dureté (GPa)', 'FontSize',23, 'FontWeight', 'bold')
ylabel('Surface moyenne (µm²)', 'FontSize',23, 'FontWeight', 'bold')
title('Corrélation de la taille des grains à la micro-dureté ')
ylim([0 5])

%Selection de la valeur max de l'aire
A=zeros(length(tabI),160);
iter2=1;
for i2=1:pas:length(tabI)
    iter=1;
    for i=1:pas:length(corr)
        if corr(i,3)==i2 && corr(i,1)>limite %Ne prend pas en
compte les zones inférieures à 4pixels
            A(iter,i2)=corr(i,1);
            iter=iter+1;
        end
    end
    Maxgrains(i2,1)=max(A(:,i2));
    if Maxgrains(i2,1)==0
        %Maxgrains(i2,1)=NaN;
        Maxgrains(i2,1)=0.502; %On affecte une taille de grains
de 1 pixel
    end
    number(i2,1)=nnz(A(:,i2)); %Récupère le nombre de grains

    if number(i2,1)==0 %Si aucun grains n'as pu être détecter ,
on récupère les corrdonnées de l'indent pour la mettre en valeur
        N(iter2,1)=tabI(i2,1);
        N(iter2,2)=tabI(i2,2);
        iter2=iter2+1;
    end
end
end

```

```

%Graphique taille maximale des grains en fonction de la dureté
figure
scatter(tabI(:,3), Maxgrains(:,1),200)
axis on
xlabel('Dureté (GPa)', 'FontSize',23, 'FontWeight', 'bold')
ylabel('Surface max (µm²)', 'FontSize',23, 'FontWeight', 'bold')
title('Corrélation de la taille des grains à la micro-dureté ')
ylim([0 5])
%{
%Graphique nombre de grains
figure
scatter(tabI(:,3), number(:,1))
axis on
xlabel('Dureté GPa')
ylabel('nombre de grains')
title('Corrélation de la taille des grains à leur nombre ')
%}

%Mise en valeur des indents où l'on n'arriva pas à sélectionner
des grains
figure
imshow(img)
hold on
scatter(tabI(:,1)*(114/20), tabI(:,2)*(114/20), 'filled', 'w');
hold on
scatter(D(:,1)*(114/20), D(:,2)*(114/20), 'filled', 'r');%mise en
valeur des indents dur
hold on
scatter(N(:,1)*(114/20), N(:,2)*(114/20), 'filled', 'y');%mise en
valeur des indents sans grains
title('Mise en valeur en jaune des grains non sélectionné')

```


7.5 Annexe 5 : Script Matlab pour estimer le champs de température et le corréler aux données EBSD

```

% SCRIPT 1 : Calcul du front de solidification:
function [Fds,x2,y2] = Frontdesolidification(p,V)

%P et V sont rentrées en paramètre

%Declaration des variables
T0=300; %température initiale de la pièce en K
kt=170; %conductivité thermique [W/m.K]
rho=2700; %masse volumique [kg/m^3]
Cp=997; %chaleur spécifique massique [J/kg.K]
lambda=rho*Cp/(2*kt);% lambda=(rho*Cp)/(2*kt)[s/ m²]
n=0.09;%coefficient d'absorption [m-1]
TsurF=900;%température du front de solidification [K]
unite=6;

%Declarations des variables de la boucle
i0=1;
ik=40;
j0=1;
jf=80;
ko=1;
kf=10;
pas=1;
inv=jf/2;

%Declaration de la fonction de résolution de la matrice
F = @(z2,x2,y2) T0+((n*p/(2*pi*kt))*exp(-lambda*V*x2*10^-
unite)*(exp(-lambda*V*sqrt(((x2.*10^-unite)^2)+((y2.*10^-
unite)^2)+((z2.*10^-unite)^2))))/sqrt(((x2.*10^-
unite)^2)+((y2.*10^-unite)^2)+((z2.*10^-unite)^2))))- TsurF;

%Calcul de la matrice de température dans le volume défini
T3= ones(ik,jf,kf);
for i=i0:pas:ik
    x=i;
    for j=j0:pas:jf
        y=j-inv;
        for k=ko:pas:kf
            z=k;
            T3(i,j,k) = T0+((n*p/(2*pi*kt))*exp(-
lambda*V*x*10^-unite)*(exp(-lambda*V*sqrt(((x*10^-
unite)^2)+((y*10^-unite)^2)+((z*10^-unite)^2))))/sqrt(((x*10^-
unite)^2)+((y*10^-unite)^2)+((z*10^-unite)^2)))));
        end
    end
end
end

```

```

%Calcul de FDS à partir de la fonction fsolve
Fds= zeros(ik,jf);
for i=i0:pas:ik
    x2=i;
    for j=j0:pas:jf
        y2=j-inv;
        if T3(i,j,1)>=TsurF
            z2=-10; % initial point
            Fds(i,j) = fzero( @(z2) F(z2,x2,y2), 0.00005);
        end
    end
end
end
end

```

```

% SCRIPT 2 : Interface graphique et corrélation avec les données
expérimentales

```

```

function varargout = Interfacegraphique(varargin)
% Begin initialization code - DO NOT EDIT
gui_Singleton = 1;
gui_State = struct('gui_Name',       mfilename, ...
                  'gui_Singleton',   gui_Singleton, ...
                  'gui_OpeningFcn',  @Interfacegraphique_OpeningFcn, ...
                  'gui_OutputFcn',  @Interfacegraphique_OutputFcn, ...
                  'gui_LayoutFcn',   [], ...
                  'gui_Callback',    []);
if nargin && ischar(varargin{1})
    gui_State.gui_Callback = str2func(varargin{1});
end

if nargin
    [varargout{1:nargout}] = gui_mainfcn(gui_State, varargin{:});
else
    gui_mainfcn(gui_State, varargin{:});
end
% End initialization code - DO NOT EDIT

% --- Executes just before Interfacegraphique is made visible.
function Interfacegraphique_OpeningFcn(hObject, eventdata,
handles,
varargin)
% This function has no output args, see OutputFcn.

```

```

% hObject    handle to figure
% eventdata  reserved - to be defined in a future version of
MATLAB
% handles    structure with handles and user data (see GUIDATA)
% varargin   command line arguments to Interfacegraphique (see
VARARGIN)

% Choose default command line output for Interfacegraphique
handles.output = hObject;

% Update handles structure
guidata(hObject, handles);

% UIWAIT makes Interfacegraphique wait for user response (see
UIRESUME)
% uiwait(handles.figure1);

% --- Outputs from this function are returned to the command
line.
function varargout = Interfacegraphique_OutputFcn(~, eventdata,
handles)
% varargout  cell array for returning output args (see
VARARGOUT);
% hObject    handle to figure
% eventdata  reserved - to be defined in a future version of
MATLAB
% handles    structure with handles and user data (see GUIDATA)
% Get default command line output from handles structure
varargout{1} = handles.output;

%%
%
%Remarque:
%Ce script comporte les morceaux du code de CalculR_G et utilise
la
%fonction Frontdesolidification(p,V)
%Pour faciliter la lecture, le code est divisé en plusieurs blocs
%Pour chaque bloc on déclare les boutons puis on écrit le code
sous la
%fonction du bouton "poussoir" correspondant

%On utilisera des variables GLOBAL qui sont valable dans tout le
script,
%même si on change de fonction

%%

```

```

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%///Etape 1: CALCULE DU BAIN DE FUSION////////////////////////////////////
%////////////////////////////////Boutons Etape //////////////////////////////////
function p_Callback(hObject, eventdata, handles)
p=str2num(get(hObject,'string')); %Affectation d'une valeur si la
case est
% vide
if isempty(p)
    set(hObject,'string','0')
end

function p_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'),
    get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end

function V2_Callback(hObject, eventdata, handles)
V2=str2num(get(hObject,'string')); %Affectation d'une valeur si
la case est
% vide
if isempty(V2)
    set(hObject,'string','0')
end

function V2_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'),
    get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end

function HauteurBF_Callback(hObject, eventdata, handles)

function HauteurBF_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'),
    get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end

function LargeurBF_Callback(hObject, eventdata, handles)

function LargeurBF_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'),
    get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end

```

```

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%Code Etape
1%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
function CalculBF_Callback(hObject, eventdata, handles) %BOUTON
POUSSOIR
%Déclaration des variables en global
clear global T0 kt rho Cp lambda n TsurF unite Cst i0 ik j0 jf
pas invy Rt;
clear global ans coordonnee Lbf Hbf ybf zbf Fds Gt;

global T0 kt rho Cp lambda n TsurF unite Cst i0 ik j0 jf pas invy
Rt Gt;
global ans coordonnee Lbf Hbf ybf zbf Fds;

%Récupération des valeurs de p et V2 et conversion en double
p={get(handles.p,'string')};
p=str2double(p);
V2={get(handles.V2,'string')};
V2=str2double(V2);

%lance la fonction Frondesolidification() pour récupérer la
matrice du bain
% de fusion calculé
[Fds,xxx,yyy]=Frontdesolidification(p,V2);

%Affiche le bain de fusion sur l'interface
cla(handles.axes1,'reset');%nettoie la zone de dessin
axes(handles.axes1)%indication de la zone où l'image s'affichera
mesh(Fds)
title('Bain de fusion')
ylabel('x, direction de lasage ( $\mu\text{m}$ )') % x-axis label
xlabel('y ( $\mu\text{m}$ )') % y-axis label
zlabel('z ( $\mu\text{m}$ )')

%Bain de fusion dans le plan YZ
cla(handles.axes2,'reset');
axes(handles.axes2)
mesh(Fds)
view(0,0)%oriente le bain dans le plan YZ
title('Bain de fusion dans le plan yz à x=1')
zlabel('z ( $\mu\text{m}$ )')
xlabel('y ( $\mu\text{m}$ )')

%Declaration des variables
T0=300; %température initiale de la pièce en K
kt=170; %conductivité thermique [W/m.K]
rho=2700; %masse volumique [kg/m^3]

```



```

Cp=997; %chaleur spécifique massique [J/kg.K]
lambda=rho*Cp/(2*kt);% lambda=(rho*Cp)/(2*kt)[s/ m²]
n=0.09;%coefficient d'absorption [m-1]
TsurF=900;%température du front de solidification [K]
unite=6;
Cst=2*kt/(rho*Cp*V2); %[m]

%Declarations des variables de la boucle
i0=1;
ik=40;
j0=1;
jf=80;
pas=1;
invy=jf/2;

%Récupération du front de solidification Fds(i,j) dans une
matrice
FdsNaN=zeros(ik,jf);
FdsNaN=Fds;
FdsNaN(FdsNaN==0)=NaN;%remplace les zéros par des cases vide,
permet
% d'avoir de meilleurs graphiques
ans=Fds;

%Calcul de G et R pour le bain de fusion calculé
iter=1;
for i=i0:pas:ik
    for j=j0:pas:jf

        if ans(i,j)~=0

            %Calcul des dérivés de T (formule de Rosenthal
dimensionnelle) sur les trois directions
            Dtx(i,j)=((-n*p*lambda*V2)/(2*3.14*kt))*(exp(-
lambda*V2*10^-unite*(i+sqrt(i^2+(j-invy)^2+ans(i,j)^2)))/(10^-
unite*sqrt(i^2+(j-invy)^2+ans(i,j)^2)))*(1+(i/sqrt(i^2+(j-
invy)^2+ans(i,j)^2))+(i/(lambda*V2*10^-unite*(i^2+(j-
invy)^2+ans(i,j)^2))));
            Dty(i,j)=((-n*p*lambda*V2)/(2*3.14*kt))*((j-invy)/((10^-
unite)*(i^2+(j-invy)^2+ans(i,j)^2)))*exp(-(lambda*V2*10^-
unite)*(i+sqrt(i^2+(j-invy)^2+ans(i,j)^2)))*(1+(1/(10^-
unite*lambda*V2*sqrt(i^2+(j-invy)^2+ans(i,j)^2))));
            Dtz(i,j)=((-n*p*lambda*V2)/(2*3.14*kt))*((ans(i,j))/(10^-
unite*(i^2+(j-invy)^2+ans(i,j)^2)))*exp(-lambda*V2*10^-
unite*(i+sqrt(i^2+(j-invy)^2+ans(i,j)^2)))*(1+(1/(10^-
unite*lambda*V2*sqrt(i^2+(j-invy)^2+ans(i,j)^2))));

```

```

    %Calcul de la vitesse de refroidissement et du gradient de
    température à partir des dérivés de T
    Gt(i,j)=sqrt(Dtx(i,j)^2+Dty(i,j)^2+Dtz(i,j)^2);
    Gt(Gt==0)=NaN;%remplace les zéros par des cases vide,
    permet d'avoir de meilleurs graphiques

    theta(i,j)=atand(abs(Dtz(i,j))/abs(Dtx(i,j)));
    Rt(i,j)=V2*cosd(theta(i,j));
    Rt(Rt==0)=NaN;%remplace les zéros par des cases vide,
    permet d'avoir de meilleurs graphiques

    %Création du tableau dans le plan YZ avec chaque valeur de
    R et G pour X=1
    coordonnee(iter,1)=j;%Coordonnées de la largeur du bain en
    µm
    coordonnee(iter,2)=-ans(i,j);%Coordonnées de la hauteur du
    bain en µm
    coordonnee(iter,3)=Gt(i,j);
    coordonnee(iter,4)=Rt(i,j);
    coordonnee(iter,5)=i;%Coordonnées selon x du bain

    iter=iter+1;

    end
end
end

%On place le cordon à l'origine en 0,0
coordonnee(:,1)=coordonnee(:,1)-min(coordonnee(:,1));
coordonnee(:,2)=coordonnee(:,2)+max(FdsNaN(1,:));

%Détermination des dimensions du bain de fusion sur le plan YZ a
X=1 à partir de la matrice
%et des coordonnées du front à X=1 normalisés à l'origine 0
Lbf=max(coordonnee(:,1)); %largeur du bain de fusion en µm
ybf=(0:1:Lbf); %Les coordonnées en y sur le plan YZ a X=1

iter=1;
for j=j0:pas:jf
    if ans(1,j)~=0
        zbf(iter)=-ans(1,j)+max(FdsNaN(1,:));
        iter=iter+1;
    end
end
end
Hbf=max(zbf(:)); %hauteur du bain de fusion en µm

```



```
end
```

```
function Ymin_Callback(hObject, eventdata, handles)
Ymin=str2num(get(hObject,'string'));
if isempty(Ymin)
    set(hObject,'string','0')
end
```

```
function Ymin_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'),
get(0,'defaultUiControlBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end
```

```
function coefpx_Callback(hObject, eventdata, handles)
coefpx=str2num(get(hObject,'string'));
if isempty(coefpx)
    set(hObject,'string','0')
end
```

```
function coefpx_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'),
get(0,'defaultUiControlBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end
```

```
function orientation_Callback(hObject, eventdata, handles)
```

```
%////////////////////////////////Code Etape 3 //////////////////////////////////
```

```
function Rogner_cordon_Callback(hObject, eventdata, handles)
%BOUTON POUSSOIR
```

```
global clic Xmin Ymin orientation coefpx I2;
global ybf zbf width height Hbf Lbf img;
```

```
%Vérification si la sélection des coordonnées se fait à l'aide du clic
```

```
clic=(get(handles.clic,'value'));
if clic==1
```

```
    [Xmin Ymin]=ginput(1)
    Xmin=round(Xmin);%Il faut arrondir la valeur de Xmin pour
faciliter les étapes suivantes de corrélations des coordonnées
    Ymin=round(Ymin);
    set(handles.Xmin,'string',Xmin);
    set(handles.Ymin,'string',Ymin);
```

```

else
    Xmin={get(handles.Xmin,'string')};
    Xmin=round(str2double(Xmin));
    Ymin={get(handles.Ymin,'string')};
    Ymin=round(str2double(Ymin)) ;
end

%Récupération de l'orientation du cordon et de la valeur du
coefpx
orientation=(get(handles.orientation,'value'));
coefpx={get(handles.coefpx,'string')};
coefpx=str2double(coefpx);

%Définition de la zone à rogner à partir de la taille du bain en
px
width=round(Hbf*coefpx);
height=round(Lbf*coefpx);

%Dessin des cordons calculés
cla(handles.axes1,'reset');%nettoyage
axes(handles.axes1)%indication de la zone
imshow(img)
xlabel('X (px)')
ylabel('Y (px)')
axis on
title('Image originale')
hold on
if orientation==1
    plot((zbf(:)*coefpx)+Xmin,(ybf(:)*coefpx)+Ymin,'r',
'Linewidth', 4) %Trace le bain de fusion calculé
else
    plot((-zbf(:)*coefpx)+Xmin+width,(ybf(:)*coefpx)+Ymin,'r',
'Linewidth', 4) %Trace le bain de fusion calculé
end

%Etape qui permet de nettoyer les autres images et graphiques
cla(handles.axes2,'reset');

%Affichage image rognée
I2 = imcrop(img,[Xmin Ymin width height]);
axes(handles.axes2)
imshow(I2)
xlabel('X (px)')
ylabel('Y (px)')
axis on
%xlim([0 width])
%ylim([0 height])

```

```

title('Image rognée')
hold on
if orientation==1
    plot((zbf(:)*coefpx)+1,(ybf(:)*coefpx)+1,'r','Linewidth',4)
%Trace le bain de fusion calculé, faire plus 1 car origine n'est
pas à 0 mais à 1
else
    plot((-zbf(:)*coefpx)+width+1,(ybf(:)*coefpx)+1,'r',
'Linewidth',4) %Trace le bain de fusion calculé
end

%%//////////Etape 4: Si utilisation méthode des triangales //////////
//////////Boutons Etape 4//////////

function triangle_Callback(hObject, eventdata, handles)

function clic_triangle_Callback(hObject, eventdata, handles)

function Xmilieu_Callback(hObject, eventdata, handles)
Xmilieu=str2num(get(hObject,'string'));
if isempty(Xmilieu)
    set(hObject,'string','0')
end

function Xmilieu_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'),
get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end

function YB_Callback(hObject, eventdata, handles)
YB=str2num(get(hObject,'string'));
if isempty(YB)
    set(hObject,'string','0')
end

function YB_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'),
get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end
%//////////Code Etape 4//////////

function dessin_triangle_Callback(hObject, eventdata, handles)

global Xmilieu YB orientation coefpx width a1 b1 a2 b2 Lbf zbf
ybf I2 triangle ;

```



```

cla(handles.axes2,'reset');

%Affichage image rognée
axes(handles.axes2)
imshow(I2)
xlabel('X (px)')
ylabel('Y (px)')
axis on
%xlim([0 width])
%ylim([0 height])
title('Image rognée')
hold on

%Dessin des bains simulés
if orientation==1
    plot((zbf(:)*coefpx)+1,(ybf(:)*coefpx)+1,'r','Linewidth',4)
%Trace le bain de fusion calculé
else
    plot((-zbf(:)*coefpx)+width+1,(ybf(:)*coefpx)+1,'r',
'Linewidth',4) %Trace le bain de fusion calculé
end

triangle=(get(handles.triangle,'value'))%triangle=1 si la case
d'utilisation de la méthode des triangles est cochée

if triangle==1;
    %Affichage des droites de la méthode des triangles
    clic_triangle=(get(handles.clic_triangle,'value'))%Si la
selection du début de la zone à rogner se fait à l'aide du clic

    if clic_triangle==1 %Si le choix de la zone se fait à l'aide
du clic
        [Xmilieu YXmileiu]=ginput(1) %Zone qui prend la valeur
du clic
        set(handles.Xmilieu,'string',Xmilieu);%Affichage valeur
de X cliquée
        [XYB YB]=ginput(1) %Zone qui prend la valeur du clic
        set(handles.YB,'string',YB);
    else
        Xmilieu={get(handles.Xmilieu,'string')}
        Xmilieu=str2double(Xmilieu)
        YB={get(handles.YB,'string')}
        YB=str2double(YB)
    end
end

```

```

        plot([Xmilieu Xmilieu],[0 Lbf*coefpx],'r', 'Linewidth',
4);%Ligne qui permet de délimiter le bas du bain de fusion non
perturbé par le recouvrement
        hold on

        %Définition des équations de la droite 1 y=ax+b
        XA=Xmilieu;
        YA=0;
        XC=Xmilieu;
        YC=Lbf*coefpx;
        if orientation==1
            XB=0;
        else
            XB=width;
        end

        %Définition des coefficients a1 et b1 de la droite 1
y=a1x+b1
        a1=(YB-YA)/(XB-XA);
        b1=YB-a1*XB;%b en px
        b1=b1/coefpx;
        plot([XA XB],[YA YB],'r', 'Linewidth', 4);
        hold on

        %Définition des coefficients a2 et b2 de la droite 2
y=a2x+b2
        a2=(YB-YC)/(XB-XC);
        b2=YB-a2*XB;
        b2=b2/coefpx;
        plot([XC XB],[YC YB],'r', 'Linewidth', 4);

end

%%
%/////////Etape 5: Définition de la taille des grains ////////////
%////////////////////////////////////

%/////////Boutons Etape 5////////////////////////////////////

function equiaxe_Callback(hObject, eventdata, handles)
equiaxe=str2num(get(hObject,'string'));
if isempty(equiaxe)
    set(hObject,'string','0.5')
end

function equiaxe_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)

```

```

if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'),
get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end

function colonnaire_Callback(hObject, eventdata, handles)
colonnaire=str2num(get(hObject,'string'));
if isempty(colonnaire)
    set(hObject,'string','1.5')
end

function colonnaire_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'),
get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end

function surface0_Callback(hObject, eventdata, handles)
if isempty(surface0)
    set(hObject,'string','0.3')
end

function surface0_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'),
get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end

%%
//////////Etape 6 Sélection de la zone étudiée//////////
%////////////////////////////////////
//////////Boutons Etape 6//////////

function Cordonsup_Callback(hObject, eventdata, handles)

function Cordoninf_Callback(hObject, eventdata, ~)

function CoordY_Callback(hObject, eventdata, handles)
global CoordYbis
CoordYbis=str2double(get(hObject,'String'))

function CoordY_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'),
get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end

```

```

function clic3_Callback(hObject, eventdata, handles)

%//////////Code Etape 6//////////
function select_demi_cordon_Callback(hObject, eventdata, handles)

global Cordoninf Cordonsup clique3 CoordY CoordYbis ;

%Récupération des valeurs
Cordoninf=(get(handles.Cordoninf,'value'))
Cordonsup=(get(handles.Cordonsup,'value'))
clic3=(get(handles.clic3,'value'))

    if clic3==1
        [CoordX CoordY]=ginput(1)
        set(handles.CoordY,'string',CoordY);
    else
        CoordY=CoordYbis
        % CoordY={get(handles.CoordY,'string')}
        %CoordY=str2double(CoordY)
    end

%%
/// //////////FIN : Etape 7 ET 8 CORRELATION//////////
%//////////
//////////BOUTONS POUR CORRESPONDANCE SIMU-EBSD//////////

function graphe0_Callback(hObject, eventdata, handles)

function graphe1_Callback(hObject, eventdata, handles)

function graphe2_Callback(hObject, eventdata, handles)

function graphe3_Callback(hObject, eventdata, handles)

function graphe4_Callback(hObject, eventdata, handles)

function graphe5_Callback(hObject, eventdata, handles)

function Correlation_Callback(hObject, eventdata, handles)

clear global tab4
colonnaire={get(handles.colonnaire,'string')};
colonnaire=str2double(colonnaire);
equiaxe={get(handles.equiaxe,'string')};
equiaxe=str2double(equiaxe);
surface0={get(handles.surface0,'string')};

```

```

surface0=str2double(surface0);

graphe0=(get(handles.graphe0,'value'));
graphe1=(get(handles.graphe1,'value'));
graphe2=(get(handles.graphe2,'value'));
graphe3=(get(handles.graphe3,'value'));
graphe4=(get(handles.graphe4,'value'));
graphe5=(get(handles.graphe5,'value'));

%Récupère tout les données nécessaires
global Xmin Ymin orientation coefpx width height triangle
coordonnee;
global Hbf ybf zbf Xmilieu YB a1 b1 a2 b2 Rt I2 img Gt n i0 pas;
global Cordoninf Cordonsup CoordY tab4;

%%
%Lecture données Excel
Excel = actxserver('Excel.Application'); % Ouvre le processus
Excel
[xlsfile, xlspath] = uigetfile({'*.xlsx'},'Selectionner l Excel
de données'); % Selection manuelle du fichier Excel de données
Workbook = Excel.Workbooks.Open(fullfile(xlspath,xlsfile)); %
Ouvre le classeur ciblé
Excel.Worksheets.Item('données').Select; % Selection de la
feuille "données"

% Selection des données présentes dans les colonnes A à H
range = Excel.ActiveSheet.Range('A1').End('xlDown');
range_row = range.Row;
selection_name = strcat('A1:H',int2str(range_row));

tab2 = Excel.ActiveSheet.Range(selection_name).Value;

[nbrow,nbcolumn] = size(tab2); % Récupération de la taille du
tableau
tab2 = cell2mat(tab2); % Conversion des données extraites de
Excel (initialement au format 'cell') vers un format 'double'

%% *****Création d'un tableau tab3 avec les données de la
zone rognée

%Ajustement des pixels pour avoir l'origine à 1
tab2(:,2)=tab2(:,2)+1;
tab2(:,3)=tab2(:,3)+1;

```

```

orientation=(get(handles.orientation,'value'));
%Si le bas du cordon est vers la gauche
if orientation==0
    for i3=1:pas:length(coordonnee)
        coordonneebis(i3,2)=-coordonnee(i3,2)+Hbf;%utilisation d'une
nouvelle matrice car sinon elle change appui sur le bouton
poussoir
    end
else
    coordonneebis(:,2)=coordonnee(:,2);
end

%Détermination des X pour la différenciation de l'intervalle de z
CourbeXmax1=max(coordonnee(:,5));
CourbeXmax2=CourbeXmax1-1;

triangle=(get(handles.triangle,'value'));
for i=1:pas:nbrow
    if tab2(i,2)>=Xmin && tab2(i,2)<=(Xmin+width) &&
tab2(i,3)>=Ymin && tab2(i,3)<=(Ymin+height)

        tab3(i,1)=tab2(i,1); % Valeurs de l'air pour ZY
        tab3(i,2)=(tab2(i,2)-Xmin)*(1/coefpx);%Valeurs de X
µm, on fait -xmin pour démarer à l'origine, on multiplie par
(1/coefpx) pour avoir des µm,
        tab3(i,3)=round((tab2(i,3)-
Ymin)*(1/coefpx));%Valeurs de Y µm doit être arrondie pour la
corréalition des coordonnées
        tab3(i,4)=tab2(i,6);% Taux de Zr
        tab3(i,5)=tab2(i,8);%Ratio d'aspect
        tab3(i,10)=tab2(i,2)-Xmin+1;%Valeurs de X px, le -
Xmin est pour mettre les coordonnées à l'origine, le +1 permet
d'avoir l'origine à 1 et non à 0
        tab3(i,11)=tab2(i,3)-Ymin+1;%Valeurs de Y px

        %Affectation de la valeur de R et G si il y a une
correspondance des coordonnées de l'images EBSD et de la simu
        if triangle==0
            for i2=1:pas:length(coordonnee)

                if coordonnee(i2,5)==CourbeXmax1 ||
coordonnee(i2,5)==CourbeXmax2
                    intervalz=4;
                else
                    intervalz=1;
                end
            end
        end
    end
end

```



```

end

        if tab3(i,3)==coordonnee(i2,1) &&
coordonneebis(i2,2)>=0 && (abs(tab3(i,2)-
coordonneebis(i2,2)))<intervalz
                tab3(i,6)=coordonnee(i2,3);%Copie de la
valeur de G
                tab3(i,7)=coordonnee(i2,4);%Copie de la
valeur de R
                tab3(i,8)=tab3(i,6)/tab3(i,7);%Valeurs de
G/R
                tab3(i,9)=tab3(i,6)*tab3(i,7);%Valeurs de
GR
        end
end

end

if triangle==1
    for i2=1:pas:length(coordonnee)

        if coordonnee(i2,5)==CourbeXmax1 ||
coordonnee(i2,5)==CourbeXmax2
                intervalz=4;
        else
                intervalz=1;
        end

        if orientation==1
            if coordonnee(i2,5)~=CourbeXmax1 &&
coordonnee(i2,5)~=CourbeXmax2
                    %Zone 1 : bas du bain
                    if tab3(i,2)>=(Xmilieu/coefpx) &&
tab3(i,3)==coordonnee(i2,1) && coordonnee(i2,2)>=0 &&
(abs(tab3(i,2)-coordonnee(i2,2)))<intervalz
                            tab3(i,6)=coordonnee(i2,3);%Copie de la
valeur de G
                            tab3(i,7)=coordonnee(i2,4);%Copie de la
valeur de R
                            tab3(i,8)=tab3(i,6)/tab3(i,7);%Valeurs de
G/R
                            tab3(i,9)=tab3(i,6)*tab3(i,7);%Valeurs de
GR
                    end

                    %Zone 2 : triangle du haut

```

```

        if tab3(i,2)<(Xmilieu/coefpx) &&
tab3(i,3)<=(YB/coefpx) && tab3(i,3)>=(a1*tab3(i,2)+b1) &&
tab3(i,3)==coordonnee(i2,1)&& coordonnee(i2,2)>=0 &&
(abs(tab3(i,2)-coordonnee(i2,2)))<intervalz
            tab3(i,6)=coordonnee(i2,3);%Copie de la
valeur de G
            tab3(i,7)=coordonnee(i2,4);%Copie de la
valeur de R
            tab3(i,8)=tab3(i,6)/tab3(i,7);%Valeurs de
G/R
            tab3(i,9)=tab3(i,6)*tab3(i,7);%Valeurs de
GR
        end

        %Zone 2 : triangle du bas
        if tab3(i,2)<(Xmilieu/coefpx) &&
tab3(i,3)>=(YB/coefpx) && tab3(i,3)<=(a2*tab3(i,2)+b2) &&
tab3(i,3)==coordonnee(i2,1)&& coordonnee(i2,2)>=0 &&
(abs(tab3(i,2)-coordonnee(i2,2)))<intervalz
            tab3(i,6)=coordonnee(i2,3);%Copie de la
valeur de G
            tab3(i,7)=coordonnee(i2,4);%Copie de la
valeur de R
            tab3(i,8)=tab3(i,6)/tab3(i,7);%Valeurs de
G/R
            tab3(i,9)=tab3(i,6)*tab3(i,7);%Valeurs de
GR
        end
    end
end

    if orientation==0
        %Zone 1 : bas du bain
        if tab3(i,2)<=(Xmilieu/coefpx) &&
tab3(i,3)==coordonnee(i2,1)&& coordonneebis(i2,2)>=0 &&
(abs(tab3(i,2)-coordonneebis(i2,2)))<intervalz
            tab3(i,6)=coordonnee(i2,3);%Copie de la
valeur de G
            tab3(i,7)=coordonnee(i2,4);%Copie de la
valeur de R
            tab3(i,8)=tab3(i,6)/tab3(i,7);%Valeurs de
G/R
            tab3(i,9)=tab3(i,6)*tab3(i,7);%Valeurs de
GR
        end
    end
end

```

```

        %Zone 2 : triangle du haut
        if tab3(i,3)==coordonnee(i2,1)&&
coordonneebis(i2,2)>=0 && (abs(tab3(i,2)-
coordonneebis(i2,2))<intervalz && tab3(i,2)>(Xmilieu/coefpx) &&
tab3(i,3)<=(YB/coefpx) && tab3(i,3)>=(a1*tab3(i,2)+b1)
        tab3(i,6)=coordonnee(i2,3);%Copie de la
valeur de G
        tab3(i,7)=coordonnee(i2,4);%Copie de la
valeur de R
        tab3(i,8)=tab3(i,6)/tab3(i,7);%Valeurs de
G/R
        tab3(i,9)=tab3(i,6)*tab3(i,7);%Valeurs de
GR

        end

        %Zone 2 : triangle du bas
        if tab3(i,3)==coordonnee(i2,1)&&
coordonneebis(i2,2)>=0 && (abs(tab3(i,2)-
coordonneebis(i2,2))<intervalz && tab3(i,2)>(Xmilieu/coefpx) &&
tab3(i,3)>(YB/coefpx) && tab3(i,3)<=(a2*tab3(i,2)+b2)
        tab3(i,6)=coordonnee(i2,3);%Copie de la
valeur de G
        tab3(i,7)=coordonnee(i2,4);%Copie de la
valeur de R
        tab3(i,8)=tab3(i,6)/tab3(i,7);%Valeurs de
G/R
        tab3(i,9)=tab3(i,6)*tab3(i,7);%Valeurs de
GR

        end

        end

        end

        end
end
%% *****Création d'un tableau tab4 avec les données corrélés
selon la forme du bain
iter=1;
for i=1:pas:length(tab3)

```

```
    if tab3(i,2)~=0 && tab3(i,3)~=0 && tab3(i,6)~=0 &&  
tab3(i,1)>surface0 %surface0 permet d'ignorer les petits grains  
de 3 pixels
```

```
    tab4(iter,1)=tab3(i,1);  
    tab4(iter,2)=tab3(i,2);  
    tab4(iter,3)=tab3(i,3);  
    tab4(iter,4)=tab3(i,4);  
    tab4(iter,5)=tab3(i,5);  
    tab4(iter,6)=tab3(i,6);  
    tab4(iter,7)=tab3(i,7);  
    tab4(iter,8)=tab3(i,8);  
    tab4(iter,9)=tab3(i,9);  
    tab4(iter,10)=tab3(i,10);  
    tab4(iter,11)=tab3(i,11);  
    iter=iter+1;
```

```
end
```

```
end
```

```
Cordoninf=(get(handles.Cordoninf,'value'));
```

```
Cordonsup=(get(handles.Cordonsup,'value'));
```

```
for i=1:pas:length(tab4)
```

```
    if Cordonsup==1
```

```
        if tab4(i,3)>=(CoordY/coefpx)
```

```
            tab4(i,1)=0;
```

```
        tab4(i,2)=0;
```

```
        tab4(i,3)=0;
```

```
        tab4(i,4)=0;
```

```
        tab4(i,5)=0;
```

```
        tab4(i,6)=0;
```

```
        tab4(i,7)=0;
```

```
        tab4(i,8)=0;
```

```
        tab4(i,9)=0;
```

```
        tab4(i,10)=0;
```

```
        tab4(i,11)=0;
```

```
    end
```

```
end
```

```
if Cordoninf==1
```

```
    if tab4(i,3)<=(CoordY/coefpx)
```

```
        tab4(i,1)=0;
```

```
    tab4(i,2)=0;
```

```
    tab4(i,3)=0;
```

```
    tab4(i,4)=0;
```

```
    tab4(i,5)=0;
```

```
    tab4(i,6)=0;
```

```
    tab4(i,7)=0;
```

```

        tab4(i,8)=0;
        tab4(i,9)=0;
        tab4(i,10)=0;
        tab4(i,11)=0;
    end
end

end

%%

for i=1:pas:length(tab4)
    {
        if Cordonsup==1
            if tab4(i,3)<=(CoordY/coefpx)
                Zone équiaxe
                if tab4(i,1)<=equiaxe
                    tabE(i,1)=tab4(i,1);%regoupe les valeurs des
surfaces des grains equiaxes en  $\mu\text{m}^2$ 
                    tabE(i,2)=tab4(i,2);%regoupe les coordonnées
en x des grains equiaxes
                    tabE(i,3)=tab4(i,3);%regoupe les coordonnées
en y des grains equiaxes
                    tabE(i,4)=tab4(i,4);%regoupe le taux de Zr
des grains equiaxes
                    tabE(i,5)=tab4(i,5);%regoupe les Aspect ratio
des grains equiaxes
                    tabE(i,6)=tab4(i,6);%regoupe les valeurs de G
des grains equiaxes
                    tabE(i,7)=tab4(i,7);%regoupe les valeurs de R
des grains equiaxes
                    tabE(i,10)=tab4(i,10);
                    tabE(i,11)=tab4(i,11);

                Zone collonnaire
                elseif tab4(i,1)>=colonnaire
                    tabC(i,1)=tab4(i,1);%regoupe les valeurs des
surfaces des grains colonnaires en  $\mu\text{m}^2$ 
                    tabC(i,2)=tab4(i,2);%regoupe les coordonnées
en x des grains colonnaires
                    tabC(i,3)=tab4(i,3);%regoupe les coordonnées
en y des grains colonnaires
                    tabC(i,4)=tab4(i,4);%regoupe le taux de Zr
des grains colonnaires
                end
            end
        end
    }
end

```

```

        tabC(i,5)=tab4(i,5);%regoupe les Aspect ratio
des grains colonnaires
        tabC(i,6)=tab4(i,6);%regoupe les valeurs de G
des grains colonnaires
        tabC(i,7)=tab4(i,7);%regoupe les valeurs de R
des grains colonnaires
        tabC(i,10)=tab4(i,10);
        tabC(i,11)=tab4(i,11);

        Zoone mixte
    else
        tabM(i,1)=tab4(i,1);%regoupe les valeurs des
surfaces des grains mixtes en  $\mu\text{m}^2$ 
        tabM(i,2)=tab4(i,2);%regoupe les coordonnées
en x des grains cmixtes
        tabM(i,3)=tab4(i,3);%regoupe les coordonnées
en y des grains mixtes
        tabM(i,4)=tab4(i,4);%regoupe le taux de Zr
des grains mixtes
        tabM(i,5)=tab4(i,5);%regoupe les Aspect ratio
des grains mixtes
        tabM(i,6)=tab4(i,6);%regoupe les valeurs de G
des grains mixtes
        tabM(i,7)=tab4(i,7);%regoupe les valeurs de R
des grains mixtes
        tabM(i,10)=tab4(i,10);
        tabM(i,11)=tab4(i,11);
    end

end

elseif Cordoninf==1
    if tab4(i,3)>=(CoordY/coefpx)
        Zone équiaxe
        if tab4(i,1)<=equiaxe
            tabE(i,1)=tab4(i,1);%regoupe les valeurs
des surfaces des grains equiaxes en  $\mu\text{m}^2$ 
            tabE(i,2)=tab4(i,2);%regoupe les
coordonnées en x des grains equiaxes
            tabE(i,3)=tab4(i,3);%regoupe les
coordonnées en y des grains equiaxes
            tabE(i,4)=tab4(i,4);%regoupe le taux de
Zr des grains equiaxes
            tabE(i,5)=tab4(i,5);%regoupe les Aspect
ratio des grains equiaxes

```



```

        tabE(i,6)=tab4(i,6);%regoupe les valeurs
de G des grains equiaxes
        tabE(i,7)=tab4(i,7);%regoupe les valeurs
de R des grains equiaxes
        tabE(i,10)=tab4(i,10);
        tabE(i,11)=tab4(i,11);

Zone collonnaire
elseif tab4(i,1)>=collonnaire
        tabC(i,1)=tab4(i,1);%regoupe les valeurs
des surfaces des grains collonnaires en  $\mu\text{m}^2$ 
        tabC(i,2)=tab4(i,2);%regoupe les
coordonnées en x des grains collonnaires
        tabC(i,3)=tab4(i,3);%regoupe les
coordonnées en y des grains collonnaires
        tabC(i,4)=tab4(i,4);%regoupe le taux de
Zr des grains collonnaires
        tabC(i,5)=tab4(i,5);%regoupe les Aspect
ratio des grains collonnaires
        tabC(i,6)=tab4(i,6);%regoupe les valeurs
de G des grains collonnaires
        tabC(i,7)=tab4(i,7);%regoupe les valeurs
de R des grains collonnaires
        tabC(i,10)=tab4(i,10);
        tabC(i,11)=tab4(i,11);

Zoone mixte
else
        tabM(i,1)=tab4(i,1);%regoupe les valeurs
des surfaces des grains mixtes en  $\mu\text{m}^2$ 
        tabM(i,2)=tab4(i,2);%regoupe les
coordonnées en x des grains cmixtes
        tabM(i,3)=tab4(i,3);%regoupe les
coordonnées en y des grains mixtes
        tabM(i,4)=tab4(i,4);%regoupe le taux de
Zr des grains mixtes
        tabM(i,5)=tab4(i,5);%regoupe les Aspect
ratio des grains mixtes
        tabM(i,6)=tab4(i,6);%regoupe les valeurs
de G des grains mixtes
        tabM(i,7)=tab4(i,7);%regoupe les valeurs
de R des grains mixtes
        tabM(i,10)=tab4(i,10);
        tabM(i,11)=tab4(i,11);
end

```

```

        end

    }
    %else %Si on travail avec le cordon entier
    %Zone équiaxe
    if tab4(i,1)<=equiaxe
        tabE(i,1)=tab4(i,1);%regoupe les valeurs des surfaces
des grains equiaxes en  $\mu\text{m}^2$ 
        tabE(i,2)=tab4(i,2);%regoupe les coordonnées en x des
grains equiaxes
        tabE(i,3)=tab4(i,3);%regoupe les coordonnées en y des
grains equiaxes
        tabE(i,4)=tab4(i,4);%regoupe le taux de Zr des
grains equiaxes
        tabE(i,5)=tab4(i,5);%regoupe les Aspect ratio des
grains equiaxes
        tabE(i,6)=tab4(i,6);%regoupe les valeurs de G des
grains equiaxes
        tabE(i,7)=tab4(i,7);%regoupe les valeurs de R des
grains equiaxes
        tabE(i,10)=tab4(i,10);
        tabE(i,11)=tab4(i,11);

        %Zone collonnaire
        elseif tab4(i,1)>=colonnaire
            tabC(i,1)=tab4(i,1);%regoupe les valeurs des surfaces
des grains colonnaires en  $\mu\text{m}^2$ 
            tabC(i,2)=tab4(i,2);%regoupe les coordonnées en x des
grains colonnaires
            tabC(i,3)=tab4(i,3);%regoupe les coordonnées en y des
grains colonnaires
            tabC(i,4)=tab4(i,4);%regoupe le taux de Zr des
grains colonnaires
            tabC(i,5)=tab4(i,5);%regoupe les Aspect ratio des
grains colonnaires
            tabC(i,6)=tab4(i,6);%regoupe les valeurs de G des
grains colonnaires
            tabC(i,7)=tab4(i,7);%regoupe les valeurs de R des
grains colonnaires
            tabC(i,10)=tab4(i,10);
            tabC(i,11)=tab4(i,11);

            %Zoone mixte
        else
            tabM(i,1)=tab4(i,1);%regoupe les valeurs des surfaces
des grains mixtes en  $\mu\text{m}^2$ 

```

```

                tabM(i,2)=tab4(i,2);%regoupe les coordonnées en x des
grains cmixtes
                tabM(i,3)=tab4(i,3);%regoupe les coordonnées en y des
grains mixtes
                tabM(i,4)=tab4(i,4);%regoupe le taux de Zr des
grains mixtes
                tabM(i,5)=tab4(i,5);%regoupe les Aspect ratio des
grains mixtes
                tabM(i,6)=tab4(i,6);%regoupe les valeurs de G des
grains mixtes
                tabM(i,7)=tab4(i,7);%regoupe les valeurs de R des
grains mixtes
                tabM(i,10)=tab4(i,10);
                tabM(i,11)=tab4(i,11);
            end

        %end
end

%%
%Graphique de la répartition des surfaces des grains dans la zone
%sélectionnée et coréllée au bain simulé
    if graphe0==1
        figure
        plot(tab4(:,1),'x')
        title('Répartition de la taille des grains dans la zone
coréllée')
        ylabel('Surface des grains en  $\mu\text{m}^2$ ')
    end
end
%%
%Graphique G=f(R) et microstructure
    if graphe1==1
        figure
        scatter3(tabC(:,7),tabC(:,6),tabC(:,1),'filled','b')
        hold on
        scatter3(tabE(:,7),tabE(:,6),tabE(:,1),'filled','y')
        hold on
        scatter3(tabM(:,7),tabM(:,6),tabM(:,1),'filled','r')
        hold on

        [m,n]=size(Rt);
        %tracé des courbes G=f(R) dans le plan YZ
        for i=i0:pas:m
            plot(Rt(i,:),Gt(i,:), 'color',rand(1,3))
            text(Rt(i,40),Gt(i,40), ['X=', num2str(i)]);
        end
    end
end

```

```

        hold on;
    end

    title('Courbe de solidification et la microstructure
différencié par la taille des grains')
    xlabel('Vitesse de solidification R mm/s') % x-axis
label
    ylabel('Gradient thermique G K/m') % y-axis label
    zlabel('Surface des grains en  $\mu\text{m}^2$ ')
    legend('Zone collonaire', 'Zone equiaxe', 'zone mixte')
    %xlim([0.4 1.8])
    %ylim([3*10^7 4.8*10^7])
end

%%
%Graphique G=f(R) et Taux de Zr
    if graphe2==1

        figure
        scatter3(tabC(:,7),tabC(:,6),tabC(:,4),'filled','b')
        hold on
        scatter3(tabE(:,7),tabE(:,6),tabE(:,4),'filled','y')
        hold on
        scatter3(tabM(:,7),tabM(:,6),tabM(:,4),'filled','r')
        hold on

        [m,n]=size(Rt);
        %tracé des courbes G/R dans le plan YZ on fait varier les
valeurs de X
        for i=i0:pas:m
            plot(Rt(i,:),Gt(i,),'color',rand(1,3))
            text(Rt(i,40),Gt(i,40),['X=',num2str(i)]);
            hold on;
        end

        title('Courbe de solidification et la microstructure
différencié par la taille des grains et le taux de ZR')
        xlabel('Vitesse de solidification R mm/s') % x-axis label
        ylabel('Gradient thermique G K/m') % y-axis label
        zlabel('Taux de Zr')
        legend('Zone collonaire', 'Zone equiaxe', 'zone mixte')
        %xlim([0.4 1.8])
        %ylim([3*10^7 4.8*10^7])
    end

%On trace la répartition de la taille des grains sur la surface
%%
%Répartition de la microstructure dans le bain de fusion en 2D

```

```

if graphe3==1
    figure
    scatter3(tabC(:,3),tabC(:,2),tabC(:,1),'filled','b')
    hold on
    scatter3(tabE(:,3),tabE(:,2),tabE(:,1),'filled','y')
    hold on
    scatter3(tabM(:,3),tabM(:,2),tabM(:,1),'filled','r')
    hold on
    if orientation==1
        plot((ybf(:)),zbf(:),'r','Linewidth',4)
    else
        plot((ybf(:)),-zbf(:)+Hbf,'r','Linewidth',4)
    end

    ylabel('z, profondeur du bain en µm') % x-axis label
    xlabel('y en µm') % y-axis label
    zlabel('Surface des grains en µm²')
    legend('Zone colonnaire','Zone equiaxe','zone mixte')
end

%%
%Graphique corrélation du centre de gravités des grains
colonnaires/equiaxes/mixtes sur l'image rognée
if graphe4==1

    figure
    subplot(1,4,1)
    imshow(I2)
    xlabel('X (px)')
    ylabel('Y (px)')
    hold on
    axis on
    title('Grains colonnaires')
    scatter(tabC(:,10),tabC(:,11),'filled','y');
    hold on
    if orientation==1
        plot((zbf(:)*coefpx)+1,(ybf(:)*coefpx)+1,'r',
'Linewidth',4) %Trace le bain de fusion calculé
    else
        plot((-
zbf(:)*coefpx)+1+(Hbf*coefpx),(ybf(:)*coefpx)+1,'r','Linewidth',
4) %Trace le bain de fusion calculé
    end

    %Graphique corrélation du centre de gravités des grains
equiaxes sur l'image rognée
    subplot(1,4,2)
    imshow(I2)

```

```

xlabel('X (px)')
ylabel('Y (px)')
hold on
axis on
title('Grains equiaxes')
scatter(tabE(:,10),tabE(:,11),'filled','y');
hold on
if orientation==1
    plot((zbf(:)*coefpx)+1,(ybf(:)*coefpx)+1,'r',
'Linewidth', 4) %Trace le bain de fusion calculé
else
    plot((-
zbf(:)*coefpx)+1+(Hbf*coefpx),(ybf(:)*coefpx)+1,'r', 'Linewidth',
4) %Trace le bain de fusion calculé
end

    %Graphique corrélation du centre de gravités des grains
mixtes sur l'image rognée
subplot(1,4,3)
imshow(I2)
xlabel('X (px)')
ylabel('Y (px)')
hold on
axis on
title('Grains mixtes')
scatter(tabM(:,10),tabM(:,11),'filled','y');
hold on
if orientation==1
    plot((zbf(:)*coefpx)+1,(ybf(:)*coefpx)+1,'r',
'Linewidth', 4) %Trace le bain de fusion calculé
else
    plot((-
zbf(:)*coefpx)+1+(Hbf*coefpx),(ybf(:)*coefpx)+1,'r', 'Linewidth',
4) %Trace le bain de fusion calculé
end

%Graphique corrélation du centre de gravités des grains dans la
zone rognée
subplot(1,4,4)
imshow(I2)
xlabel('X (px)')
ylabel('Y (px)')
hold on
axis on
title('Centres de gravité de la zone rognée')
iter=1;
for i=1:pas:length(tab3)

```



```

        if tab3(i,1)>surface0
            tab3b(iter,10)=tab3(i,10);
            tab3b(iter,11)=tab3(i,11);
            iter=iter+1;
        end
    end
    scatter(tab3b(:,10),tab3b(:,11),'filled','w');
    hold on
    scatter(tab4(:,10),tab4(:,11),'filled','y');
    legend('Centres de gravités ignorés','Centres de
gravités pris en compte')

    hold on
    if orientation==1
        plot((zbf(:)*coefpx)+1,(ybf(:)*coefpx)+1,'r',
'Linewidth', 4) %Trace le bain de fusion calculé
    else
        plot((-
zbf(:)*coefpx)+1+(Hbf*coefpx),(ybf(:)*coefpx)+1,'r', 'Linewidth',
4) %Trace le bain de fusion calculé
    end

end

%%
if graphe5==1
    %Vérification du centre de gravité de l'ensemble de l'image
    figure
    imshow(img)
    axis on
    title('Image EBSD originale et les centres de gravité de
chaque grain')
    hold on
    scatter(tab2(:,2),tab2(:,3),'filled','y');
end
%%

%%//////////////////////////////////////MOYENN
ES
EXCEL//////////////////////////////////////
//////////////////////////////////////

function Numcordon_Callback(hObject, eventdata, handles)
global Numcordon

```

```
Numcordon=str2double(get(hObject,'String')) %returns contents of  
Numcordon as a double
```

```
function Numcordon_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)  
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'),  
get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))  
    set(hObject,'BackgroundColor','white');  
end
```

```
% --- Enregistre le cordon sélectionné dans la feuille de données  
function Enregistrer_Callback(hObject, eventdata, handles)
```

```
global tab4 Numcordon  
filename = 'Résultats.xlsx';
```

```
%Enregistrement données cordon 1  
if Numcordon==1  
    xlswrite(filename,tab4,1); %Ecriture dans le fichier Excel  
    Cordon_enregistre=1%permet de vérifier si le cordon est bien  
enregistré  
end
```

```
%Enregistrement données cordon 2  
if Numcordon==2  
    xlswrite(filename,tab4,2);  
    Cordon_enregistre=2%permet de vérifier si le cordon est bien  
enregistré  
end
```

```
%Enregistrement données cordon 3  
if Numcordon==3  
    xlswrite(filename,tab4,3);  
    Cordon_enregistre=3%permet de vérifier si le cordon est bien  
enregistré  
end
```

```
% --- Récupère tout les données dans une feuille Excel puis  
réalise la moyenne
```

```
function Moyenne_Callback(hObject, eventdata, handles)
```

```
global ybf zbf Hbf Rt Gt pas orientation
```

```
%Récupère les tailles limite des grains
```

```

colonnaire={get(handles.colonnaire,'string')};
colonnaire=str2double(colonnaire);
equiaxe={get(handles.equiaxe,'string')};
equiaxe=str2double(equiaxe);

%Sélection et lecture données Excel "Résultats"
Excel = actxserver('Excel.Application'); % Ouvre le processus
Excel
[xlsfile, xlspath] = uigetfile({'*.xlsx'},'Selectionner l Excel
des moyennes'); % Selection manuelle du fichier Excel de données
Workbook = Excel.Workbooks.Open(fullfile(xlspath,xlsfile)); %
Ouvre le classeur ciblé

%Récupération des données du Cordon 1
Excel.Worksheets.Item('1').Select; % Selection de la feuille n°1
% Selection des données présentes dans les colonnes A à H
range = Excel.ActiveSheet.Range('A1').End('xlDown');
range_row = range.Row;
selection_name = strcat('A1:H',int2str(range_row));
tabC1 = Excel.ActiveSheet.Range(selection_name).Value;
[nbrowC1,nbcolumnC1] = size(tabC1); % Récupération de la taille
du tableau
tabC1 = cell2mat(tabC1); % Conversion des données extraites de
Excel (initialement au format 'cell') vers un format 'double'

%Récupération des données du Cordon 2
Excel.Worksheets.Item('2').Select; % Selection de la feuille n°2
% Selection des données présentes dans les colonnes A à H
range = Excel.ActiveSheet.Range('A1').End('xlDown');
range_row = range.Row;
selection_name = strcat('A1:H',int2str(range_row));
tabC2 = Excel.ActiveSheet.Range(selection_name).Value;
[nbrowC2,nbcolumnC2] = size(tabC2); % Récupération de la taille
du tableau
tabC2 = cell2mat(tabC2); % Conversion des données extraites de
Excel (initialement au format 'cell') vers un format 'double'

%Récupération des données du Cordon 3
Excel.Worksheets.Item('3').Select; % Selection de la feuille n°3
% Selection des données présentes dans les colonnes A à H
range = Excel.ActiveSheet.Range('A1').End('xlDown');
range_row = range.Row;
selection_name = strcat('A1:H',int2str(range_row));
tabC3 = Excel.ActiveSheet.Range(selection_name).Value;
[nbrowC3,nbcolumnC3] = size(tabC3); % Récupération de la taille
du tableau

```

```
tabC3 = cell2mat(tabC3); % Conversion des données extraites de
Excel (initialement au format 'cell') vers un format 'double
```

```
Workbook.Close %On ferme le processeur Excel
tabm=tabC1;
```

```
%Données cordon2 à la suite du cordon1
```

```
for i=nbrowC1+1:1:nbrowC1+nbrowC2
    tabm(i,1)=tabC2(i-nbrowC1,1); %aire  $\mu\text{m}^2$ 
    tabm(i,2)=tabC2(i-nbrowC1,2);%Coordonnées X en  $\mu\text{m}$ 
    tabm(i,3)=tabC2(i-nbrowC1,3);%Coordonnées Y en  $\mu\text{m}$ 
    tabm(i,4)=tabC2(i-nbrowC1,4);%Taux d'élément germinant
    tabm(i,5)=tabC2(i-nbrowC1,5);%Aspect ratio
    tabm(i,6)=tabC2(i-nbrowC1,6);%G
    tabm(i,7)=tabC2(i-nbrowC1,7);%R
end
```

```
%Données cordon3 à la suite du cordon2
```

```
for i=nbrowC1+nbrowC2+1:1:nbrowC1+nbrowC2+nbrowC3
    tabm(i,1)=tabC3(i-nbrowC1-nbrowC2,1);
    tabm(i,2)=tabC3(i-nbrowC1-nbrowC2,2);
    tabm(i,3)=tabC3(i-nbrowC1-nbrowC2,3);
    tabm(i,4)=tabC3(i-nbrowC1-nbrowC2,4);
    tabm(i,5)=tabC3(i-nbrowC1-nbrowC2,5);
    tabm(i,6)=tabC3(i-nbrowC1-nbrowC2,6);
    tabm(i,7)=tabC3(i-nbrowC1-nbrowC2,7);
end
```

```
end
```

```
%Ecriture du tableau avec les données des 3 cordons dans la
feuille n°4
```

```
xlswrite('Résultats.xlsx',tabm,4)
```

```
%%
```

```
% %Moyenne des aires pour chaque R et G
```

```
iter=1;
```

```
recap=zeros(length(tabm),8);
```

```
indice=zeros(length(tabm),1);
```

```
for i=1:1:length(tabm)
```

```
    tabm(i,8)=tabm(i,6)*tabm(i,7);
```

```
    %if tabm(i,8)~=recap(:,8) %Cette condition permet de
chercher les valeurs des aires pour une valeur de RG pas encore
traité
```

```
        if (i~=indice(:,1))
```

```
            for i2=i+1:1:length(tabm)
```

```
                GliminfG=tabm(i,6)*0.99;
```

```
                GlimsupG=tabm(i,6)*1.01;
```

```

        RliminfR=tabm(i,7)*0.99;
        RlimsupR=tabm(i,7)*1.01;
        (tabm(i,6)~=0) && (tabm(i,7)~=0) &&
    if (GliminfG<=tabm(i2,6)) &&
(tabm(i2,6)<=GlimsupG) && (RliminfR<=tabm(i2,7)) &&
(tabm(i2,7)<=RlimsupR)
        indice(i2,1)=i2;

        %tableau qui va récupérer les valeurs de G
        recaptG(iter,1)=tabm(i,8);;%Prend en mémoire
la valeur de RG étudiée
        recaptG(iter,i+1)=tabm(i,6);%Prend en
mémoire la valeur G
        recaptG(iter,i2+1)=tabm(i,6);%Prend en
mémoire la valeur G

        %tableau qui va récupérer les valeurs de R
        recaptR(iter,1)=tabm(i,8);;%Prend en mémoire
la valeur de RG étudiée
        recaptR(iter,i+1)=tabm(i,7);%Prend en
mémoire la valeur R
        recaptR(iter,i2+1)=tabm(i,7);%Prend en
mémoire la valeur R

        %tableau qui va récupérer les valeurs des
aires pour chaque R et G
        recaptair(iter,1)=tabm(i,8);;%Prend en
mémoire la valeur de RG étudiée
        recaptair(iter,i+1)=tabm(i,1);%Prend en
mémoire la valeur d'air
        recaptair(iter,i2+1)=tabm(i,1);%Prend en
mémoire la valeur d'air

        %tableau qui va récupérer les valeurs des
taux de zr pour chaque R et G
        recapttaux(iter,1)=tabm(i,8);;%Prend en
mémoire la valeur de RG étudiée
        recapttaux(iter,i+1)=tabm(i,4);%Prend en
mémoire la valeur de taux
        recapttaux(iter,i2+1)=tabm(i,4);%Prend en
mémoire la valeur de taux

        %tableau qui va récupérer les valeurs
d'aspect ratio
        recaptAR(iter,1)=tabm(i,8);;%Prend en mémoire
la valeur de RG étudiée

```



```

        nbr=nbr+1;
    end
end

    recap(i,1)=somme/nbr;
end

%calcul moyenne taux zr
[long,larg]=size(recapttaux);

for i=1:1:long
    nbr=0;
    somme=0;
    for j=2:1:larg
        if recapttaux(i,j)~=0
            somme=somme+recapttaux(i,j);
            nbr=nbr+1;
        end
    end
    recap(i,2)=somme/nbr;
end

%calcul moyenne AR
[long,larg]=size(recaptAR);

for i=1:1:long
    nbr=0;
    somme=0;
    for j=2:1:larg
        if recaptAR(i,j)~=0
            somme=somme+recaptAR(i,j);
            nbr=nbr+1;
        end
    end
    recap(i,3)=somme/nbr;
end

for i=1:pas:length(recap)
%discretisation par la surface des grains
    %Zone équiaxe
    if recap(i,1)<=equiaxe
        tabEmm(i,1)=recap(i,1);%regroupe les valeurs des
surfaces des grains equiaxes en  $\mu\text{m}^2$ 
        tabEmm(i,2)=recap(i,2); %Taux de Zr
        tabEmm(i,6)=recap(i,6);
    end
end

```

```

        tabEmm(i,7)=recap(i,7);

        %Zone collonnaire
        elseif recap(i,1)>=colonnaire
            tabCmm(i,1)=recap(i,1);%regoupe les valeurs des
surfaces des grains colonnaires en  $\mu\text{m}^2$ 
            tabCmm(i,2)=recap(i,2);
            tabCmm(i,6)=recap(i,6);
            tabCmm(i,7)=recap(i,7);

        %Zoone mixte
        else
            tabMmm(i,1)=recap(i,1);%regoupe les valeurs des
surfaces des grains mixtes en  $\mu\text{m}^2$ 
            tabMmm(i,2)=recap(i,2);
            tabMmm(i,6)=recap(i,6);
            tabMmm(i,7)=recap(i,7);
        end
    end
end
%discretisation par l'A/R
    %Zone équiaxe
    for i=1:pas:length(recap)
        if recap(i,3)<=1.5
            tabAREmm(i,1)=recap(i,1);%regoupe les valeurs des
surfaces des grains equiaxes en  $\mu\text{m}^2$ 
            tabAREmm(i,2)=recap(i,2); %Taux de Zr
            tabAREmm(i,6)=recap(i,6);
            tabAREmm(i,7)=recap(i,7);

            %Zone collonnaire
            elseif recap(i,3)>=3
                tabARCmm(i,1)=recap(i,1);%regoupe les valeurs des
surfaces des grains colonnaires en  $\mu\text{m}^2$ 
                tabARCmm(i,2)=recap(i,2);
                tabARCmm(i,6)=recap(i,6);
                tabARCmm(i,7)=recap(i,7);

            %Zoone mixte
            else
                tabARMmm(i,1)=recap(i,1);%regoupe les valeurs des
surfaces des grains mixtes en  $\mu\text{m}^2$ 
                tabARMmm(i,2)=recap(i,2);
                tabARMmm(i,6)=recap(i,6);
                tabARMmm(i,7)=recap(i,7);
            end
        end
    end
end
% Tracé figure aire aire

```

figure

```
scatter3(tabCmm(:,7),tabCmm(:,6),tabCmm(:,1),60,...
        'MarkerEdgeColor','k',...
        'MarkerFaceColor','b')
hold on
scatter3(tabEmm(:,7),tabEmm(:,6),tabEmm(:,1),60,...
        'MarkerEdgeColor','k',...
        'MarkerFaceColor','y')
hold on
scatter3(tabMmm(:,7),tabMmm(:,6),tabMmm(:,1),60,...
        'MarkerEdgeColor','k',...
        'MarkerFaceColor','r')
hold on

[m,n]=size(Rt);
%tracé des courbes G=f(R) dans le plan YZ
for i=1:pas:m
    plot(Rt(i,:),Gt(i),'--k',...
        'LineWidth',0.2)
    text(Rt(i,40),Gt(i,40),['X=',num2str(i)],...
        'FontWeight','bold',...
        'VerticalAlignment','baseline',...
        'HorizontalAlignment','right');
    hold on;
end

% droite G^n/R
x=[0:0.1:2];
a1=35000000;
n=3;
y=a1*(x.^(1/n));
plot(x,y,':k',...
     'LineWidth',0.2)
text(1.7,34000000,'n= 3',...
     'FontWeight','bold');
```


Bibliographie

- [1] PA Rias, Frédéric Segonds, and Carole Bouchard. Focus sur la fusion de poudre métallique par laser et ses applications. *Traitements & Matériaux*, 431 :29–34, 2014.
- [2] Romainb Hodot. *Modeling and test of loop heat pipes for civil and military avionic applications*. PhD thesis, Lyon, INSA, 2015.
- [3] David L Bourell, Joseph J Beaman, Ming C Leu, and David W Rosen. A brief history of additive manufacturing and the 2009 roadmap for additive manufacturing : looking back and looking ahead. *Proceedings of RapidTech*, pages 24–25, 2009.
- [4] Munz Otto John. Photo-glyph recording, December 25 1956. US Patent 2,775,758.
- [5] P Ciraud. Verfahren und vorrichtung zur herstellung beliebiger gegenstande aus beliebigem schmelzbarem material. *German Patent Publication DE*, 2263777, 1973.
- [6] B Redwood. Additive manufacturing technologies : An overview. *3D Hubs*, [Online]. Available : <https://www.3dhubs.com/knowledge-base/additive-manufacturing-technologiesoverview>. [Accessed April 2018], 2018.
- [7] T DebRoy, HL Wei, JS Zuback, T Mukherjee, JW Elmer, JO Milewski, AM Beese, A Wilson-Heid, A De, and W Zhang. Additive manufacturing of metallic components—process, structure and properties. *Progress in Materials Science*, 2017.
- [8] Patrick Teulet. Procédé et installation de fabrication d’un objet tridimensionnel, July 20 2017. WO2017121746A1.
- [9] RR Dehoff and SS Babu. Characterization of interfacial microstructures in 3003 aluminum alloy blocks fabricated by ultrasonic additive manufacturing. *Acta Materialia*, 58(13) :4305–4315, 2010.
- [10] Amir Mostafaei, Erica L Stevens, Eamonn T Hughes, Shannon D Biery, Colleen Hilla, and Markus Chmielus. Powder bed binder jet printed alloy 625 : Densification, microstructure and mechanical properties. *Materials & Design*, 108 :126–135, 2016.
- [11] Paul Calves. Metal binder jetting : De la production unitaire à la fabrication série. In *Journée Auvergne Rhône Alpes de la fabrication additive Métallique RAFAM*. CETIM, 2017.

- [12] Paul BOURROT Pierre ELOI. Livrable amande s1.1.3 : Définitions des paramètres clefs. Livrable, Thales Avionics, 2017.
- [13] Harish Irrinki, John Samuel Dilip Jangam, Somayeh Pasebani, Sunil Badwe, Jason Stitzel, Kunal Kate, Ozkan Gulsoy, and Sundar V Atre. Effects of particle characteristics on the microstructure and mechanical properties of 17-4 ph stainless steel fabricated by laser-powder bed fusion. *Powder Technology*, 331 :192–203, 2018.
- [14] Eleftherios Louvis, Peter Fox, and Christopher J. Sutcliffe. Selective laser melting of aluminium components. *Journal of Materials Processing Technology*, 211(2) :275–284, 2011.
- [15] Igor Yadroitsev. Selective laser melting. *Saarbrücken : Lambert Academic Publishing*, 2009.
- [16] Ting Qi, Haihong Zhu, Hu Zhang, Jie Yin, Linda Ke, and Xiaoyan Zeng. Selective laser melting of al7050 powder : Melting mode transition and comparison of the characteristics between the keyhole and conduction mode. *Materials & Design*, 135 :257–266, 2017.
- [17] Wayne E King, Holly D Barth, Victor M Castillo, Gilbert F Gallegos, John W Gibbs, Douglas E Hahn, Chandrika Kamath, and Alexander M Rubenchik. Observation of keyhole-mode laser melting in laser powder-bed fusion additive manufacturing. *Journal of Materials Processing Technology*, 214(12) :2915–2925, 2014.
- [18] Jie Han, Jingjing Yang, Hanchen Yu, Jie Yin, Ming Gao, Zemin Wang, and Xiaoyan Zeng. Microstructure and mechanical property of selective laser melted ti6al4v dependence on laser energy density. *Rapid Prototyping Journal*, 23(2) :217–226, 2017.
- [19] Chunlei Qiu, Chinnapat Panwisawas, Mark Ward, Hector C Basoalto, Jeffery W Brooks, and Moataz M Attallah. On the role of melt flow into the surface structure and porosity development during selective laser melting. *Acta Materialia*, 96 :72–79, 2015.
- [20] Sindo Kou. Welding metallurgy. *New Jersey, USA*, pages 431–446, 2003.
- [21] Maria L. Montero Sistiaga, Raya Mertens, Bey Vrancken, Xiebin Wang, Brecht Van Hooreweder, Jean-Pierre Kruth, and Jan Van Humbeeck. Changing the alloy composition of al7075 for better processability by selective laser melting. *Journal of Materials Processing Technology*, 238 :437–445, 2016.
- [22] XC Wang, T Laoui, J Bonse, Jean-Pierre Kruth, Bert Lauwers, and Ludo Froyen. Direct selective laser sintering of hard metal powders : experimental study and simulation. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 19(5) :351–357, 2002.
- [23] C Limmaneevichitr and S Kou. Experiments to simulate effect of marangoni convection on weld pool shape. *WELDING JOURNAL-NEW YORK-*, 79(8) :231–S, 2000.
- [24] MM Schwartz. Fundamentals of brazing. *ASM International, ASM Handbook.*, 6 :114–125, 1993.

- [25] Sonny Ly, Alexander M Rubenchik, Saad A Khairallah, Gabe Guss, and Manyalibo J Matthews. Metal vapor micro-jet controls material redistribution in laser powder bed fusion additive manufacturing. *Scientific reports*, 7(1) :4085, 2017.
- [26] Manyalibo J Matthews, Gabe Guss, Saad A Khairallah, Alexander M Rubenchik, Philip J Depond, and Wayne E King. Denudation of metal powder layers in laser powder bed fusion processes. *Acta Materialia*, 114 :33–42, 2016.
- [27] Aurelie Niel. *Etude et modélisation du phénomène de fissuration à chaud en soudage à l’arc : Application à l’alliage d’aluminium 6061*. PhD thesis, Université Montpellier II-Sciences et Techniques du Languedoc, 2011.
- [28] HK Hasting, W Lefebvre, C Marioara, JC Walmsley, S Andersen, R Holmestad, and F Danoix. Comparative study of the b” -phase in a 6xxx al alloy by 3dap and hrtem. *Surface and Interface Analysis : An International Journal devoted to the development and application of techniques for the analysis of surfaces, interfaces and thin films*, 39(2-3) :189–194, 2007.
- [29] Alexandra Asserin-Lebert. *Etude expérimentale et prévision des mécanismes de rupture des tôles et des joints soudés bout à bout en alliage d’aluminium 6056*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2005.
- [30] Roger Develay. *Traitements Thermiques des Alliages D’Aluminium*. Ed. Techniques Ingénieur, 1986.
- [31] E Giraud. *Etude expérimentale et modélisation du comportement mécanique d’un alliage d’aluminium 6061 à l’état pâteux*. PhD thesis, INPG, 2010.
- [32] M Rappaz, J-M Drezet, and Met Gremaud. A new hot-tearing criterion. *Metallurgical and materials transactions A*, 30(2) :449–455, 1999.
- [33] Takahiro Kimura and Takayuki Nakamoto. Microstructures and mechanical properties of a356 (alsi7mg0.3) aluminum alloy fabricated by selective laser melting. *Materials & Design*, 89 :1294–1301, 2016.
- [34] Lore Thijs, Karolien Kempen, Jean-Pierre Kruth, and Jan Van Humbeeck. Fine-structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed alsil0mg powder. *Acta Materialia*, 61(5) :1809 – 1819, 2013.
- [35] Kun V Yang, Paul Rometsch, CHJ Davies, Aijun Huang, and Xinhua Wu. Effect of heat treatment on the microstructure and anisotropy in mechanical properties of a357 alloy produced by selective laser melting. *Materials & Design*, 154 :275–290, 2018.
- [36] CA Biffi, J Flocchi, and A Tuissi. Selective laser melting of alsil0 mg : Influence of process parameters on mg2si precipitation and si spheroidization. *Journal of Alloys and Compounds*, 755 :100–107, 2018.
- [37] Xiaojia Nie, Hu Zhang, Haihong Zhu, Zhiheng Hu, Linda Ke, and Xiaoyan Zeng. Effect of zr content on formability, microstructure and mechanical properties of selective laser melted zr modified al-cu-mg alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, pages –, 2018.
- [38] Hu Zhang, Haihong Zhu, Xiaojia Nie, Jie Yin, Zhiheng Hu, and Xiaoyan Zeng. Effect of zirconium addition on crack, microstructure and mechanical behavior of selective laser melted al-cu-mg alloy. *Scripta Materialia*, 134 :6–10, 2017.

- [39] Hu Zhang, Haihong Zhu, Ting Qi, Zhiheng Hu, and Xiaoyan Zeng. Selective laser melting of high strength al-cu-mg alloys : Processing, microstructure and mechanical properties. *Materials Science and Engineering : A*, 656 :47–54, 2016.
- [40] Syed Z Uddin, Lawrence E Murr, Cesar A Terrazas, Philip Morton, David A Roberson, and Ryan B Wicker. Processing and characterization of crack-free aluminum 6061 using high-temperature heating in laser powder bed fusion additive manufacturing. *Additive Manufacturing*, 22 :405–415, 2018.
- [41] Eric Pirard. Multispectral imaging of ore minerals in optical microscopy. *Mineralogical Magazine*, 68(2) :323–333, 2004.
- [42] ELOISE S.A.R.L Fabrice GASLAIN. Introduction à la microanalyse eds principes physiques et notions importantes. Powerpoint, ELOISE S.A.R.L.
- [43] Sandra Profice. *Mesure de propriétés monophasiques de milieux poreux peu perméables par voie instationnaire*. PhD thesis, Université de Bordeaux, 2014.
- [44] Marjorie Jacquelin. *Etude de la mise en suspension de particules par chute de poudre*. PhD thesis, 2007.
- [45] Hengfeng Gu, Haijun Gong, JJS Dilip, Deepankar Pal, Adam Hicks, Heather Doak, and Brent Stucker. Effects of powder variation on the microstructure and tensile strength of ti6al4v parts fabricated by selective laser melting. In *Proceedings of the 25th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium, Austin, TX, USA*, pages 4–6, 2014.
- [46] Julien Tea. *Evaluation de la coulabilité des poudres—comparaison de méthodes de mesure*. PhD thesis, Université de Lorraine, 2015.
- [47] J Schwedes. Testers for measuring flow properties of particulate solids. *Powder handling & processing*, 12(4) :337–354, 2000.
- [48] Stéphane Andrieu and Pierre Müller. *Les surfaces solides : concepts et méthodes*. EDP Sciences, 2012.
- [49] Mario El Kazzi. *Etude par photoémission (XPS & XPD) d'hétérostructures d'oxydes fonctionnels epitaxiales sur silicium*. PhD thesis, 2007.
- [50] F.Cabeza. Diagramme psychrométrique. *AFPA - DEAT - Froid et climatisation - Ressources formatives*, 2012.
- [51] Abdeslem Tizliouine. *Adaptation de méthodes goniométriques à l'étude par diffraction X des textures de couches minces et de multicouches*. PhD thesis, Université Paul Verlaine-Metz, 1994.
- [52] Daniel Turpin. *Rôle de la comminution sur certaines caractéristiques physiques de solides inorganiques*. PhD thesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 1985.
- [53] Pierre ELOI Gaetan MARTINEZ, Roche Elissa. Etude de l'impact du recyclage de poudre d'alsi7mg0.6 sur la densité matière et les caractéristiques mécaniques des produits édifiés. Pdf, AMANDE - DGAC, Janvier 2018.
- [54] Pauline Delroisse, Pascal J Jacques, Eric Maire, Olivier Rigo, and Aude Simar. Effect of strut orientation on the microstructure heterogeneities in alsil0mg lattices processed by selective laser melting. *Scripta Materialia*, 141 :32–35, 2017.

- [55] Emmanuel Clouet. *Séparation de phase dans les alliages Al-Zr-Sc : du saut des atomes à la croissance de précipités ordonnés*. PhD thesis, Ecole Centrale Paris, 2004.
- [56] John H Martin, Brennan D Yahata, Jacob M Hundley, Justin A Mayer, Tobias A Schaedler, and Tresa M Pollock. 3d printing of high-strength aluminium alloys. *Nature*, 549(7672) :365–, 2017.
- [57] Gildas Guillemot. *Formation de structures de grains dans des alliages à solidification dendritique : modélisation couplée automates cellulaires et éléments finis*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Lorraine, 2004.
- [58] T Wang, YY Zhu, SQ Zhang, HB Tang, and HM Wang. Grain morphology evolution behavior of titanium alloy components during laser melting deposition additive manufacturing. *Journal of Alloys and Compounds*, 632 :505–513, 2015.
- [59] F Klocke, C Wagner, and C Ader. Development of an integrated model for selective laser sintering. In *Proceedings of the CIRP International Seminar on Manufacturing Systems, Saarbrücken*, pages 387–392, 2003.
- [60] Dwight E Gray and Henry Wise. American institute of physics handbook. *Physics Today*, 10 :36, 1957.
- [61] P Fischer, Valerio Romano, Hans-Peter Weber, NP Karapatis, Eric Boillat, and Rémy Glardon. Sintering of commercially pure titanium powder with a nd : Yag laser source. *Acta Materialia*, 51(6) :1651–1662, 2003.
- [62] Nf en 755-2, Novembre 2013.
- [63] Hamed Asgari, Carter Baxter, Keyvan Hosseinkhani, and Mohsen Mohammadi. On microstructure and mechanical properties of additively manufactured als10mg 200c using recycled powder. *Materials Science and Engineering : A*, 707 :148–158, 2017.
- [64] EN DIN. Iso astm 52900 2017 06 additive manufacturing general principles terminology (iso astm 52900 2015). *German version EN ISO ASTM*, 52900, 2017.
- [65] JE BLANTHER. Manufacture of contour relief maps. *US Patent# 473, 901*, 1892.
- [66] K Matsubara. Molding method of casting using photocurable substance. *Japanese Kokai Patent Application, Sho 51 [1976]-10813*, 1974.
- [67] Paul L DiMatteo. Method of generating and constructing three-dimensional bodies, January 20 1976. US Patent 3,932,923.
- [68] Morioka Isao. Process for manufacturing a relief by the aid of photography, September 24 1935. US Patent 2,015,457.
- [69] Ross F Housholder. Molding process, January 27 1981. US Patent 4,247,508.
- [70] Edson Costa Santos, Masanari Shiomi, Kozo Osakada, and Tahar Laoui. Rapid manufacturing of metal components by laser forming. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 46(12-13) :1459–1468, 2006.
- [71] Petar Kocovic. *3D Printing and Its Impact on the Production of Fully Functional Components : Emerging Research and Opportunities : Emerging Research and Opportunities*. IGI Global, 2017.

- [72] Jean-Claude André. *De la fabrication additive à l'impression 3D/4D 3 : Innovations de rupture*. ISTE Editions, 2018.
- [73] Charles W Hull. Apparatus for production of three-dimensional objects by stereolithography, March 11 1986. US Patent 4,575,330.
- [74] Carl R Deckard. Method and apparatus for producing parts by selective sintering, September 5 1989. US Patent 4,863,538.
- [75] Matthieu Regniere. *Impact du conditionnement de poudres de Ti6Al4V sur le procédé de fusion sélective laser*. PhD thesis, Université de Lyon, 2017.
- [76] ASTM Standard. F2792, 2012. *Standard Terminology for Additive Manufacturing Technologies*, ASTM, West Conshohocken, PA, 2012.
- [77] Dirk Herzog, Vanessa Seyda, Eric Wycisk, and Claus Emmelmann. Additive manufacturing of metals. *Acta Materialia*, 117 :371–392, 2016.
- [78] Mazyar Yosofi, Olivier Kerbrat, and Pascal Mognol. Energy and material flow modelling of additive manufacturing processes. *Virtual and Physical Prototyping*, 13(2) :83–96, 2018.
- [79] CETIM Lionel Cancade. A metal binder jetting additive manufacturing process. 2017.
- [80] Dawn White. Ultrasonic object consolidation, February 11 2003. US Patent 6,519,500.
- [81] Beth E Carroll, Todd A Palmer, and Allison M Beese. Anisotropic tensile behavior of ti-6al-4v components fabricated with directed energy deposition additive manufacturing. *Acta Materialia*, 87 :309–320, 2015.
- [82] GP Dinda, L Song, and J Mazumder. Fabrication of ti-6al-4v scaffolds by direct metal deposition. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 39(12) :2914–2922, 2008.
- [83] Ming Yan and Peng Yu. An overview of densification, microstructure and mechanical property of additively manufactured tial4v comparison among selective laser melting, electron beam melting, laser metal deposition and selective laser sintering, and with conventional powder. 2015.
- [84] M Rombouts, G Maes, W Hendrix, E Delarbre, and F Motmans. Surface finish after laser metal deposition. *Physics Procedia*, 41 :810–814, 2013.
- [85] Ralf Larson. Method and device for producing three-dimensional bodies, July 28 1998. US Patent 5,786,562.
- [86] Lawrence E Murr, Sara M Gaytan, Diana A Ramirez, Edwin Martinez, Jennifer Hernandez, Krista N Amato, Patrick W Shindo, Francisco R Medina, and Ryan B Wicker. Metal fabrication by additive manufacturing using laser and electron beam melting technologies. *Journal of Materials Science & Technology*, 28(1) :1–14, 2012.
- [87] Carolin Körner, Elham Attar, and Peter Heinl. Mesoscopic simulation of selective beam melting processes. *Journal of Materials Processing Technology*, 211(6) :978–987, 2011.

- [88] Manuela Galati and Luca Iuliano. A literature review of powder-based electron beam melting focusing on numerical simulations. *Additive Manufacturing*, 2017.
- [89] S Biamino, A Penna, U Ackelid, S Sabbadini, O Tassa, P Fino, M Pavese, P Gennaro, and C Badini. Electron beam melting of ti-48al-2cr-2nb alloy : Microstructure and mechanical properties investigation. *Intermetallics*, 19(6) :776–781, 2011.
- [90] SM Gaytan, LE Murr, F Medina, E Martinez, MI Lopez, and RB Wicker. Advanced metal powder based manufacturing of complex components by electron beam melting. *Materials Technology*, 24(3) :180–190, 2009.
- [91] Shaobo Sun, Lijing Zheng, Hui Peng, and Hu Zhang. Microstructure and mechanical properties of al-fe-v-si aluminum alloy produced by electron beam melting. *Materials Science and Engineering : A*, 659 :207–214, 2016.
- [92] E Herderick. Additive manufacturing of metals : A review. *Materials Science and Technology*, (MS) :1413, 2011.
- [93] Joe Hiemenz. Electron beam melting. *Advanced Materials & Processes*, 165(3) :45–46, 2007.
- [94] Bart Van der Schueren and Jean-Pierre Kruth. Powder deposition in selective metal powder sintering. *Rapid Prototyping Journal*, 1(3) :23–31, 1995.
- [95] Susanne Aghassi, Fabian Bauhoff, Christian Brecher, Sascha Fuchs, Sabina Jeschke, Claudia Jooß, Stefan Kozielski, Simon Orilski, Anja Richert, Andreas Roderburg, et al. Integrative produktionstechnik für hochlohnländer. In *Integrative Produktionstechnik für Hochlohnländer*, pages 17–81. Springer, 2011.
- [96] 3D Sytems. *Document technique utilisateur ProX300*, 2011.
- [97] Alessandro Salmi, Eleonora Atzeni, Luca Iuliano, and Manuela Galati. Experimental analysis of residual stresses on alsil0mg parts produced by means of selective laser melting (slm). *Procedia CIRP*, 62 :458–463, 2017.
- [98] Thomas Simson, Andreas Emmel, Anja Dwars, and Juliane Böhm. Residual stress measurements on aisi 316l samples manufactured by selective laser melting. *Additive Manufacturing*, 17 :183–189, 2017.
- [99] Erhard Brandl, Ulrike Heckenberger, Vitus Holzinger, and Damien Buchbinder. Additive manufactured alsil0mg samples using selective laser melting (slm) : Microstructure, high cycle fatigue, and fracture behavior. *Materials & Design*, 34 :159–169, 2012.
- [100] Da Buchbinder, HB Schleifenbaum, S Heidrich, W Meiners, and J Bültmann. High power selective laser melting (hp slm) of aluminum parts. *Physics Procedia*, 12 :271–278, 2011.
- [101] Bey Vrancken, Lore Thijs, J-P Kruth, and Jan Van Humbeeck. Microstructure and mechanical properties of a novel beta titanium metallic composite by selective laser melting. *Acta Materialia*, 68 :150–158, 2014.
- [102] Alberto Boschetto, Luana Bottini, and Francesco Veniali. Roughness modeling of alsil0mg parts fabricated by selective laser melting. *Journal of Materials Processing Technology*, 241 :154–163, 2017.

- [103] J Ilvik, D Koutný, and D Paloušek. Geometrical accuracy of the metal parts produced by selective laser melting : Initial tests. In *Modern Methods of Construction Design*, pages 573–582. Springer, 2014.
- [104] Pratik Vora, Kamran Mumtaz, Iain Todd, and Neil Hopkinson. Alsi12 in-situ alloy formation and residual stress reduction using anchorless selective laser melting. *Additive Manufacturing*, 7 :12–19, 2015.
- [105] E.O. Olakanmi, R.F. Cochrane, and K.W. Dalgarno. A review on selective laser sintering/melting (sls/slm) of aluminium alloy powders : Processing, microstructure, and properties. *Progress in Materials Science*, 74 :401–477, 2015.
- [106] NW Klingbeil, CJ Brown, S Bontha, PA Kobryn, and HL Fraser. Prediction of microstructure in laser deposition of titanium alloys. In *Solid Freeform Fabrication Proceedings*, pages 142–149. Austin, 2002.
- [107] Finley H Marbury. Characterization of slm printed 316l stainless steel and investigation of microlattice geometry. pages –, 2017.
- [108] A Strondl, R Fischer, G Frommeyer, and A Schneider. Investigations of α and γ / γ precipitates in the nickel-based superalloy 718 produced by electron beam melting. *Materials Science and Engineering : A*, 480(1-2) :138–147, 2008.
- [109] Xin Xu, Simon Meteyer, Nicolas Perry, and Yaoyao Fiona Zhao. Energy consumption model of binder-jetting additive manufacturing processes. *International Journal of Production Research*, 53(23) :7005–7015, 2015.
- [110] Peeyush Nandwana, Amy M Elliott, Derek Siddel, Abbey Merriman, William H Peter, and Sudarsanam S Babu. Powder bed binder jet 3d printing of inconel 718 : Densification, microstructural evolution and challenges. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 21(4) :207–218, 2017.
- [111] Alok Kumar, Sourav Mandal, Srimanta Barui, Ramakrishna Vasireddi, Uwe Gbureck, Michael Gelinsky, and Bikramjit Basu. Low temperature additive manufacturing of three dimensional scaffolds for bone-tissue engineering applications : Processing related challenges and property assessment. *Materials Science and Engineering : R : Reports*, 103 :1–39, 2016.
- [112] Alkaios Bournias Varotsis. Introduction to binder jetting 3d printing. *3D Hubs,[Online]*. Available : <https://www.3dhubs.com/knowledge-base/additive-manufacturing-technologiesoverview>. [Accessed April 2018].
- [113] Prashanth Konda Gokuldoss, Sri Kolla, and Jürgen Eckert. Additive manufacturing processes : Selective laser melting, electron beam melting and binder jetting selection guidelines. *Materials*, 10(6) :672, 2017.
- [114] Özgür Özgün, H Özkan Gülsoy, Ramazan Yılmaz, and Fehim Fındık. Microstructural and mechanical characterization of injection molded 718 superalloy powders. *Journal of alloys and compounds*, 576 :140–153, 2013.
- [115] Paul Calves. Metal binder jetting : une opportunité pour la production de petits composants complexes en petite et moyenne série. *Traitements & Matériaux*, page 452, Mai - Juin 2018.

- [116] Adriaan Spierings, M Voegtlin, Thomas Bauer, and Konrad Wegener. *Powder flowability characterisation methodology for powder-bed-based metal additive manufacturing*. July 2015.
- [117] Adriaan B Spierings, Nikolaus Herres, and Gideon Levy. Influence of the particle size distribution on surface quality and mechanical properties in am steel parts. *Rapid Prototyping Journal*, 17(3) :195–202, 2011.
- [118] Mohsen Badrossamay, Evren Yasa, Jonas Van Vaerenbergh, and Jean-Pierre Kruth. Improving productivity rate in slm of commercial steel powders. 2009.
- [119] Randall M German. Particle packing characteristics. 1989.
- [120] NP Karapatis, G Egger, PE Gygax, and R Glardon. Optimization of powder layer density in selective laser sintering. In *Proc. of Solid Freeform Fabrication Symposium 1999*, pages 255–263, 1999.
- [121] Polychronis Karapatis. A sub-process approach of selective laser sintering. 2002.
- [122] Matthew Krantz, Hui Zhang, and Jesse Zhu. Characterization of powder flow : Static and dynamic testing. *Powder Technology*, 194(3) :239–245, 2009.
- [123] A Castellanos. The relationship between attractive interparticle forces and bulk behaviour in dry and uncharged fine powders. *Advances in physics*, 54(4) :263–376, 2005.
- [124] FJ Gurtler, M Karg, M Dobler, S Kohl, I Tzivilsky, and M Schmidt. Influence of powder distribution on process stability in laser beam melting : analysis of melt pool dynamics by numerical simulations. In *Solid freeform fabrication symposium. SFF, Austin*, pages 1099–1117, 2014.
- [125] Somayeh Pasebani, Milad Ghayoor, Sunil Badwe, Harish Irrinki, and Sundar V Atre. Effects of atomizing media and post processing on mechanical properties of 17-4 ph stainless steel manufactured via selective laser melting. *Additive Manufacturing*, 22 :127–137, 2018.
- [126] Nesma T Aboulkhair, Nicola M Everitt, Ian Ashcroft, and Chris Tuck. Reducing porosity in alsil0mg parts processed by selective laser melting. *Additive Manufacturing*, 1 :77–86, 2014.
- [127] Karolien Kempen, Evren Yasa, Lore Thijs, J-P Kruth, and Jan Van Humbeeck. Microstructure and mechanical properties of selective laser melted 18ni-300 steel. *Physics Procedia*, 12 :255–263, 2011.
- [128] Christian Weingarten, Damien Buchbinder, Norbert Pirch, Wilhelm Meiners, Konrad Wissenbach, and Reinhart Poprawe. Formation and reduction of hydrogen porosity during selective laser melting of alsil0mg. *Journal of Materials Processing Technology*, 221 :112–120, 2015.
- [129] EO Olakanmi. Selective laser sintering/melting (sls/slm) of pure al, al–mg, and al–si powders : Effect of processing conditions and powder properties. *Journal of Materials Processing Technology*, 213(8) :1387–1405, 2013.
- [130] XP Li, KM O'Donnell, and Tim B Sercombe. Selective laser melting of al-12si alloy : Enhanced densification via powder drying. *Additive Manufacturing*, 10 :10–14, 2016.

- [131] Matthieu Wintergerst. *Etude des mécanismes et des cinétiques de corrosion aqueuse de l'alliage d'aluminium AlFeNi utilisé comme gainage du combustible nucléaire de réacteurs expérimentaux*. PhD thesis, Paris 11, 2009.
- [132] EO Olakanmi, RF Cochrane, and KW Dalgarno. Densification mechanism and microstructural evolution in selective laser sintering of Al_2Si powders. *Journal of Materials Processing Technology*, 211(1) :113–121, 2011.
- [133] I. Yadroitsev and I. Smurov. Selective laser melting technology : From the single laser melted track stability to 3d parts of complex shape. *Physics Procedia*, 5 :551–560, 2010.
- [134] Dongsheng Sun, Dongdong Gu, Kaijie Lin, Ji Ma, Wenhua Chen, Jie Huang, Xiaofeng Sun, and Mingqiang Chu. Selective laser melting of titanium parts : Influence of laser process parameters on macro-and microstructures and tensile property. *Powder Technology*, 342 :371–379, 2019.
- [135] H Shipley, D McDonnell, M Culleton, R Lupoi, G O'Donnell, and D Trimble. Optimisation of process parameters to address fundamental challenges during selective laser melting of ti-6al-4v : A review. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 2018.
- [136] S Leuders, M Thöne, A Riemer, T Niendorf, T Tröster, HA Richard, and HJ Maier. On the mechanical behaviour of titanium alloy tial6v4 manufactured by selective laser melting : Fatigue resistance and crack growth performance. *International Journal of Fatigue*, 48 :300–307, 2013.
- [137] L Mugwagwaa, D Dimitrova, S Matopea, and I Yadroitsevb. Influence of process parameters on residual stress related distortions in selective laser melting. *Procedia Manufacturing*, 21 :92–99, 2018.
- [138] G Lopes, RM Miranda, L Quintino, and JP Rodrigues. Additive manufacturing of ti-6al-4v based components with high power fiber lasers. *Virtual and Rapid Manufacturing*, pages 369–374, 2007.
- [139] Glenn E Bean, David B Witkin, Tait D McLouth, Dhruv N Patel, and Rafael J Zaldivar. Effect of laser focus shift on surface quality and density of inconel 718 parts produced via selective laser melting. *Additive Manufacturing*, 22 :207–215, 2018.
- [140] W 1 Kurz, B Giovanola, and R Trivedi. Theory of microstructural development during rapid solidification. *Acta metallurgica*, 34(5) :823–830, 1986.
- [141] Srikanth Bontha, Nathan W Klingbeil, Pamela A Kobryn, and Hamish L Fraser. Effects of process variables and size-scale on solidification microstructure in beam-based fabrication of bulky 3d structures. *Materials Science and Engineering : A*, 513 :311–318, 2009.
- [142] Lore Thijs, Frederik Verhaeghe, Tom Craeghs, Jan Van Humbeeck, and Jean-Pierre Kruth. A study of the microstructural evolution during selective laser melting of ti-6al-4v. *Acta materialia*, 58(9) :3303–3312, 2010.
- [143] JD Hunt. Steady state columnar and equiaxed growth of dendrites and eutectic. *Materials science and engineering*, 65(1) :75–83, 1984.

- [144] Jian Liu and Albert C. To. Quantitative texture prediction of epitaxial columnar grains in additive manufacturing using selective laser melting. *Additive Manufacturing*, 16 :58–64, August 2017.
- [145] Emmanuel Baubeau, Florent Missemmer, and Philippe Bertrand. System and method for additively manufacturing by laser melting of a powder bed, September 27 2018. US Patent App. 15/762,482.
- [146] Yoshiaki ARATA and Isamu MIYAMOTO. Some fundamental properties of high power laser beam as a heat source (report 2) : Co₂ laser absorption characteristics of metal. *Transactions of the Japan Welding Society*, 3(1) :152–162, 1972.
- [147] Kikuo Ujihara. Reflectivity of metals at high temperatures. *Journal of Applied Physics*, 43(5) :2376–2383, 1972.
- [148] Iovich Prokhorov, Aleksandr Mikha. *Laser Heating of Metals : 0*.
- [149] S Sun, M Brandt, and M Easton. Powder bed fusion processes : An overview. In *Laser Additive Manufacturing*, pages 55–77. Elsevier, 2017.
- [150] Z Li, K Mukai, M Zeze, and KC Mills. Determination of the surface tension of liquid stainless steel. *Journal of materials science*, 40(9-10) :2191–2195, 2005.
- [151] Craig A Brice, Brian T Rosenberger, Sankara N Sankaran, Karen M Taminger, Bryan Woods, and Rahbar Nasserrafi. Chemistry control in electron beam deposited titanium alloys. In *Materials Science Forum*, volume 618, pages 155–158. Trans Tech Publ, 2009.
- [152] Yang Liu, Yongqiang Yang, Shuzhen Mai, Di Wang, and Changhui Song. Investigation into spatter behavior during selective laser melting of aisi 316l stainless steel powder. *Materials & Design*, 87 :797–806, 2015.
- [153] AFH Kaplan and John Powell. Spatter in laser welding. *Journal of laser Applications*, 23(3) :032005, 2011.
- [154] P Bidare, I Bitharas, RM Ward, MM Attallah, and AJf Moore. Fluid and particle dynamics in laser powder bed fusion. *Acta Materialia*, 142 :107–120, 2018.
- [155] Saad A Khairallah, Andrew T Anderson, Alexander Rubenchik, and Wayne E King. Laser powder-bed fusion additive manufacturing : Physics of complex melt flow and formation mechanisms of pores, spatter, and denudation zones. *Acta Materialia*, 108 :36–45, 2016.
- [156] Sébastien VINCENT, Jérôme GARNIER, Caroline TOFFOLON, Lucien ALLAIS, T GUILBERT, D MENUT, and D SORNIN. Evolution microstructurales de deux alliages d’aluminium 6061 lors des étapes d’élaboration. *20ème Congrès Français de Mécanique, 28 août/2 sept. 2011-25044 Besançon, France (FR)*, 2011.
- [157] Camille Flament. *Etude des évolutions microstructurales sous irradiation de l’alliage d’aluminium 6061-T6*. PhD thesis, Université Grenoble Alpes, 2015.
- [158] Eric Maire, Jean-Christophe Grenier, D Daniel, A Baldacci, H Klöcker, and A Bigot. Quantitative 3d characterization of intermetallic phases in an al–mg industrial alloy by x-ray microtomography. *Scripta materialia*, 55(2) :123–126, 2006.

- [159] C-S Tsao, C-Y Chen, U-S Jeng, and T-Y Kuo. Precipitation kinetics and transformation of metastable phases in al–mg–si alloys. *Acta Materialia*, 54(17) :4621–4631, 2006.
- [160] P Kah, E Hiltunen, and J Martikainen. Investigation of hot cracking in the welding of aluminium alloys (6005 & 6082). In *Proceedings of the 63rd Annual Assembly & International Conference of the International Institute of Welding, Istanbul, Turkey*, pages 11–17, 2010.
- [161] Muriel Braccini. *Optimisation des pièces moulées : étude des phénomènes de fissuration à chaud dans les alliages Al-Cu*. PhD thesis, Grenoble INPG, 2000.
- [162] Olivier Ludwig. *Etude expérimentale et modélisation du comportement rhéologique d’alliages Al-Cu en cours de solidification dans le cadre de la fissuration à chaud en coulée continue*. PhD thesis, Grenoble INPG, 2004.
- [163] Damien Fabregue. *Microstructure et fissuration à chaud lors du soudage laser d’alliages d’aluminium 6000*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble-INPG, 2004.
- [164] D Warrington and DG McCartney. Development of a new hot-cracking test for aluminium alloys. *Cast Metals*, 2(3) :134–143, 1989.
- [165] TW Clyne and GJ Davies. Comparison between experimental data and theoretical predictions relating to dependence of solidification cracking on composition. In *Solidification and Casting of Metals\ Proc. Conf.\, Sheffield, England, July 1977,*, pages 275–278, 1979.
- [166] U Feurer. Mathematisches modell der warmrissneigung von binären aluminium legierungen. *Giessereiforschung*, 28(2) :75–80, 1976.
- [167] YF Guven and JD Hunt. Hot-tearing in aluminium copper alloys. *Cast Metals*, 1(2) :104–111, 1988.
- [168] Karolien Kempen, Lore Thijs, Jan Van Humbeeck, and Jean-Pierre Kruth. Mechanical properties of als10mg produced by selective laser melting. *Physics Procedia*, 39 :439–446, 2012.
- [169] Aluminum Association et al. *Aluminum : properties and physical metallurgy*. ASM International, 1984.
- [170] Yunjia Shi, Paul Rometsch, Kun Yang, Frank Palm, and Xinhua Wu. Characterisation of a novel sc and zr modified al-mg alloy fabricated by selective laser melting. *Materials Letters*, 196 :347–350, 2017.
- [171] Nesma T. Aboulkhair, Ian Maskery, Chris Tuck, Ian Ashcroft, and Nicola M. Everitt. The microstructure and mechanical properties of selectively laser melted als10mg : The effect of a conventional t6-like heat treatment. *Materials Science and Engineering : A*, 667 :139–146, 2016.
- [172] Wei Li, Shuai Li, Jie Liu, Ang Zhang, Yan Zhou, Qingsong Wei, Chunze Yan, and Yusheng Shi. Effect of heat treatment on als10mg alloy fabricated by selective laser melting : Microstructure evolution, mechanical properties and fracture mechanism. *Materials Science and Engineering : A*, 663 :116 – 125, 2016.
- [173] G Thomas and RH Willens. Defects in aluminum quenched from the liquid state. *Acta metallurgica*, 12(2) :191–196, 1964.

- [174] K.G. Prashanth, S. Scudino, H.J. Klauss, K.B. Surreddi, L. LÄ¶ber, Z. Wang, A.K. Chaubey, U. KÄ¼hn, and J. Eckert. Microstructure and mechanical properties of al-12si produced by selective laser melting : Effect of heat treatment. *Materials Science and Engineering : A*, 590 :153–160, 2014.
- [175] Jinliang Zhang, Bo Song, Qingsong Wei, Dave Bourell, and Yusheng Shi. A review of selective laser melting of aluminum alloys : Processing, microstructure, property and developing trends. *Journal of Materials Science & Technology*, 2018.
- [176] Niko Kaufmann, Muhammad Imran, Tim Marten Wischeropp, Claus Emmelmann, Shafaqat Siddique, and Frank Walther. Influence of process parameters on the quality of aluminium alloy en aw 7075 using selective laser melting (slm). *Physics procedia*, 83 :918–926, 2016.
- [177] W Reschetnik, J-P Brüggenmann, ME Aydinöz, O Grydin, K-P Hoyer, G Kullmer, and HA Richard. Fatigue crack growth behavior and mechanical properties of additively processed en aw-7075 aluminium alloy. *Procedia Structural Integrity*, 2 :3040–3048, 2016.
- [178] Jean Pierre Bergmann, Martin Bielenin, and Thomas Feustel. Aluminum welding by combining a diode laser with a pulsed nd : Yag laser. *Welding in the World*, 59(2) :307–315, 2015.
- [179] Matthew Wong, Sozon Tsopanos, Chris J. Sutcliffe, and Ieuan Owen. Selective laser melting of heat transfer devices. *Rapid Prototyping Journal*, 13(5) :291–297, October 2007.
- [180] 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.
- [181] AW Jenike. Gravity flow of frictional-gosiesive solids—convergence to radial stress fields. 1965.
- [182] David J. H. Cant, Yung-Chen Wang, David G. Castner, and Alexander Shard. *A Technique for Calculation of Shell Thicknesses for Core-Shell-Shell Nanoparticles from XPS Data*, volume 48. February 2016.
- [183] Wolfram Hergert and Thomas Wriedt. *The Mie theory : basics and applications*, volume 169. Springer, 2012.
- [184] S Akhtar, A Ali, A Haider, and M Farooque. Measurement of loose powder density. In *Key Engineering Materials*, volume 510, pages 597–601. Trans Tech Publ, 2012.
- [185] ASTM International. tandard test methods for flow rate of metal powders using the hall flowmeter funnel, 2017.
- [186] Ralph L Carr. Evaluating flow properties of solids. 1965.
- [187] April Cooke and John Slotwinski. *Properties of metal powders for additive manufacturing : a review of the state of the art of metal powder property testing*. US Department of Commerce, National Institute of Standards and Technology, 2012.
- [188] ASTM International. Standard test methods for flow rate of metal powders using the carney funnel, 2016.

- [189] Henry H Hausner. Friction conditions in a mass of metal powder. Technical report, Polytechnic Inst. of Brooklyn. Univ. of California, Los Angeles, 1967.
- [190] Adriaan B Spierings, Mark Voegtlin, T Bauer, and Konrad Wegener. Powder flowability characterisation methodology for powder-bed-based metal additive manufacturing. *Progress in Additive Manufacturing*, 1(1-2) :9–20, 2016.
- [191] Guillaume Leonard, Cedric BRIENS, Alexandre CABRAL, Pierre PROULX, and Jean-Sébastien SIMARD. *Analyses rhéologiques des systèmes granulaires appliquées à l'étude des effets des forces électrostatiques*. PhD thesis, Université de Sherbrooke., 2011.
- [192] C Burggraf, B Carrière, and S Goldsztaub. Spectrométrie des électrons auger. *Revue de physique appliquée*, 11(1) :13–21, 1976.
- [193] Christian Ruby. *Elaboration, caractérisation et interaction avec l'eau de couches minces d'oxyde de fer déposées sur Cu (111), MgO (001) et Al₂O₃ (-1012)*. PhD thesis, Université Henri Poincaré-Nancy 1, 1997.
- [194] S Tougaard. Quases-imfp-tpp2m program. *Quases-Tougaard Inc*, 2002.
- [195] J Hrn Scofield. Hartree-slater subshell photoionization cross-sections at 1254 and 1487 ev. *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena*, 8(2) :129–137, 1976.
- [196] Neal Fairley, Alan Carrick, and Neal Fairly. *The casa cookbook*, volume 1. Acolyte science Cheshire, 2005.
- [197] Alexander G Shard. A straightforward method for interpreting xps data from core-shell nanoparticles. *The Journal of Physical Chemistry C*, 116(31) :16806–16813, 2012.
- [198] C. J. Powell, W. S. M. Werner, A. G. Shard, and D. G. Castner. Evaluation of two methods for determining shell thicknesses of core-shell nanoparticles by x-ray photoelectron spectroscopy. *J. Phys. Chem. C*, 120(39) :22730–22738, October 2016.
- [199] Azman Jalar, Nur Azida Che Lah, Norinsan Kamil Othman, Roslinda Shamsudin, Abdul Razak Daud, Sayd Bakar, and Syed Roslee. Characterization of oxide growth on surface of al-mg-si welded joint. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2014 :-, 2014.
- [200] Mohamed Aymen Mahjoub. *Contributions aux études quantitatives par spectroscopies électroniques (EPES et XPS) : Applications aux surfaces nanostructurées*. PhD thesis, 2016.
- [201] CJ Powell and A Jablonski. Nist standard reference database 82. *National Institute of Standards and References*, 2011.
- [202] American Society of Heating, Refrigerating, Air-Conditioning Engineers, and American National Standards Institute. *Thermal environmental conditions for human occupancy*, volume 55. American Society of Heating, Refrigerating and Air-Conditioning Engineers, 2004.
- [203] A Bhatia. Air conditioning psychrometrics. *Continuing Education and Development, Inc.*, <https://www.cedengineering.com>, 2012.

- [204] Georges Asch and Bernard Poussery. *Les capteurs en instrumentation industrielle-8e éd.* Dunod, 2017.
- [205] Sandrine Karam. Application de la méthodologie des plans d'expériences et de l'analyse de données à l'optimisation des processus de dépôt. *University of Limoges*, 2004.
- [206] Frédéric Gillon. *Modélisation et optimisation par plans d'expériences d'un moteur à commutations électroniques*. PhD thesis, 1997.
- [207] Stéphane Vivier. *Stratégies d'optimisation par la méthode des Plans d'Expériences, et Application aux dispositifs électrotechniques modélisés par Eléments Finis*. PhD thesis, Université des Sciences et Technologie de Lille-Lille I, 2002.
- [208] William S Krasker, Edwin Kuh, and Roy E Welsch. Estimation for dirty data and flawed models. *Handbook of econometrics*, 1 :651–698, 1983.
- [209] Joan Fisher Box. Gosset, fisher, and the t distribution. *The American Statistician*, 35(2) :61–66, 1981.
- [210] Aqeel Bhutto, Md Saidin Wahab, Azli Raus, Khairu Kamarudin, Qadir Jamali, and Danish Ali. Effects of selective laser melting parameters on relative density of als10mg. 8 :2552–2557, 12 2016.
- [211] METTLER TOLEDO. *Operating instruction, METTLER TOLEDO 33360 210260*. Mettler-Toledo GmbH 1998, CH-8606 Greifensee, Switzerland.
- [212] Tao Zhang. *Imagerie multi-résolution par tomographie aux rayons X : application à la tomographie locale en science des matériaux*. PhD thesis, Université de Grenoble, 2012.
- [213] Christian Thiery. Tomographie à rayons x. *Techniques de l'ingénieur. Analyse et caractérisation*, 1(P950) :P950–1, 2002.
- [214] Aymeric Larrue. *Observation et quantification tridimensionnelle de microfissures de l'os trabéculaire par microtomographie Synchrotron*. PhD thesis, Lyon, INSA, 2010.
- [215] Thierry Baudin, Daniel Chateigner, Claude Esling, Luca Lutterotti, and Magali Morales. Analyse des textures cristallographiques et des microstructures. *Reflète de la physique*, (44-45) :80–85, 2015.
- [216] H-J Bunge. *Texture analysis in materials science : mathematical methods*. Elsevier, 2013.
- [217] Nader Bouchaala. *Etude des propriétés structurale et physico-chimique des systèmes Nd-Fe-Co*. PhD thesis, Université Paris-Est, 2017.
- [218] Camille Deleuze. *Méthodologie d'analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X sur des pièces d'alliage de titane de nuance Ti-10V-2Fe-3Al*. PhD thesis, 2010.
- [219] Miroslav KARLIK and Bernard Jouffrey. Etude des métaux par microscopie électronique en transmission (met)-microscope, échantillons et diffraction. 2008.
- [220] Tristan Barbier. *Synthèse et caractérisation de nouveaux matériaux à permittivité colossale*. PhD thesis, Tours, 2012.

- [221] Marie-Faith Fiawoo. *Etude par microscopie électronique en transmission de la germination et de la croissance des nanotubes de carbone synthétisés à moyenne température*. PhD thesis, 2009.
- [222] TN Blanton, TC Huang, H Toraya, CR Hubbard, SB Robie, D Louer, HE Göbel, G Will, R Gilles, and T Raftery. Jcpds—international centre for diffraction data round robin study of silver behenate. a possible low-angle x-ray diffraction calibration standard. *Powder Diffraction*, 10(2) :91–95, 1995.
- [223] Polychronis Karapatis. A sub-process approach of selective laser sintering. Technical report, EPFL, 2002.
- [224] LC Ardila, F Garcíandia, JB González-Díaz, P Álvarez, A Echeverria, MM Petite, R Deffley, and J Ochoa. Effect of in718 recycled powder reuse on properties of parts manufactured by means of selective laser melting. *Physics Procedia*, 56 :99–107, 2014.
- [225] Khadidja Boulemzaoud and Smail Hamamda. Analyse thermique des alliages d'aluminium almgisi (cu). 2012.
- [226] Laura Cordova, Mónica Campos, and Tiedo Tinga. Assessment of moisture content and its influence on laser beam melting feedstock. In *Euro PM2017 Congress & Exhibition : European Annual Powder Metallurgy congress and exhibition*, 2017.
- [227] CM Gourlay and AK Dahle. Dilatant shear bands in solidifying metals. *Nature*, 445(7123) :70, 2007.
- [228] Aurélie Niel, Frédéric Deschaux-Beaume, Cyril Bordreuil, and Gilles Fras. Influence de la microstructure lors d'essais de fissuration à chaud d'alliage d'aluminium 6061 en soudage tig. 2010.
- [229] Kun V Yang, Yunjia Shi, Frank Palm, Xinhua Wu, and Paul Rometsch. Columnar to equiaxed transition in al-mg (-sc)-zr alloys produced by selective laser melting. *Scripta Materialia*, 145 :113–117, 2018.
- [230] Adriaan Bernardus Spierings, Karl Dawson, Kerstin Kern, Frank Palm, and Konrad Wegener. Slm-processed sc-and zr-modified al-mg alloy : Mechanical properties and microstructural effects of heat treatment. *Materials Science and Engineering : A*, 701 :264–273, 2017.
- [231] David N Seidman, Emmanuelle A Marquis, and David C Dunand. Precipitation strengthening at ambient and elevated temperatures of heat-treatable al (sc) alloys. *Acta Materialia*, 50(16) :4021–4035, 2002.
- [232] Daniel Rosenthal. The theory of moving sources of heat and its application of metal treatments. *Transactions of ASME*, 68 :849–866, 1946.
- [233] HE Cline and TRf Anthony. Heat treating and melting material with a scanning laser or electron beam. *Journal of Applied Physics*, 48(9) :3895–3900, 1977.
- [234] RC Dykhuizen and D Dobranich. Analytical thermal models for the lens process. *Sandia National Laboratories Internal Report*, 1998.
- [235] Srikanth Bontha. The effect of process variables on microstructure in laser-deposited materials. 2006.
- [236] Satish C Kuchi. Effect of finite geometry on solidification microstructure in beam-based fabrication of thin wall structures. pages –, 2009.

- [237] JJ Blecher, TA Palmer, and Tarasankar DebRoy. Solidification map of a nickel-base alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 45(4) :2142–2151, 2014.
- [238] John C Lippold et al. *Welding metallurgy and weldability*. Wiley Online Library, 2015.
- [239] Yao-Jian Liang and Hua-Ming Wang. Origin of stray-grain formation and epitaxy loss at substrate during laser surface remelting of single-crystal nickel-base superalloys. *Materials & Design*, 102 :297–302, 2016.
- [240] P.A Kobryn and S.L Semiatin. Microstructure and texture evolution during solidification processing of ti-6al-4v. *Journal of Materials Processing Technology*, 135(2) :330 – 339, 2003. Special Issue containing paper from the conference.
- [241] M Gäumann, C Bezencon, P Canalis, and W Kurz. Single-crystal laser deposition of superalloys : processing–microstructure maps. *Acta materialia*, 49(6) :1051–1062, 2001.
- [242] Wilfried Kurz, C Bezencon, and M Gäumann. Columnar to equiaxed transition in solidification processing. *Science and technology of advanced materials*, 2(1) :185, 2001.
- [243] A.B. Spierings, K. Dawson, T. Heeling, P.J. Uggowitzer, R. SchÄublin, F. Palm, and K. Wegener. Microstructural features of sc- and zr-modified al-mg alloys processed by selective laser melting. *Materials & Design*, 115 :52–63, 2017.
- [244] Joseph R Croteau, Seth Griffiths, Marta D Rossell, Christian Leinenbach, Christoph Kenel, Vincent Jansen, David N Seidman, David C Dunand, and Nhon Q Vo. Microstructure and mechanical properties of al-mg-zr alloys processed by selective laser melting. *Acta Materialia*, 153 :35–44, 2018.