



HAL
open science

**Etude paramétrique d'un procédé d'impression 3D
(LMD) en vue d'optimiser l'intégrité matière:
Application à l'alliage maraging 1.2709**

Aleksandr Kulish

► **To cite this version:**

Aleksandr Kulish. Etude paramétrique d'un procédé d'impression 3D (LMD) en vue d'optimiser l'intégrité matière: Application à l'alliage maraging 1.2709. Autre. Université de Lyon, 2022. Français. NNT: 2022LYSEE001 . tel-03813608

HAL Id: tel-03813608

<https://theses.hal.science/tel-03813608>

Submitted on 13 Oct 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.



CENTRALE LYON
ENISE

N° d'ordre NNT : 2022LYSEE001

**THESE de DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE LYON
opérée au sein de l'Ecole centrale de Lyon**

**Ecole Doctorale N° 488
(Sciences Ingénierie Santé)**

Spécialité de doctorat : Mécanique et ingénierie

Soutenue publiquement le 09/05/2022, par :
Aleksandr KULISH

**Etude paramétrique d'un procédé
d'impression 3D (LMD) en vue
d'optimiser l'intégrité matière.
Application à l'alliage maraging 1.2709**

Devant le jury composé de :

M. HASCOET Jean-Yves / Professeur / Ecole Centrale de Nantes

Président

M. PEYRE Patrice / Directeur de recherche CNRS /
ENSAM Paris, Laboratoire PIMM

Rapporteur

Mme. CHANAL Hélène / Maître de conférences-HDR /
SIGMA Clermont, Institut Pascal

Rapporteuse

M. TARDIF Nicolas / Maître de conférences / INSA Lyon, LaMCoS

Examineur

M. FAVERJON Pierre / Directeur de la recherche / PCI TONGTAI

Examineur

M. RECH Joël / Professeur / Ecole Centrale de Lyon

Directeur de thèse

M. COURBON Joël / Professeur / INSA Lyon

Co-directeur de thèse

M. SALVATORE Ferdinando / Maître de conférences / Ecole Centrale de Lyon

Co-encadrant

Remerciements

Ce mémoire de thèse est le plus grand travail dans ma vie. Il n'aurait pas pu être réalisé sans des efforts personnels et, l'aide d'un grand nombre de personnes qui m'ont permis de progresser dans le contexte scientifique, expérimental et, parfois, dans le sens personnel. Toute l'équipe de notre projet a rencontré des temps difficiles et des tâches non prévues lors de mon doctorat. Ce travail a été réalisé lors de la crise sanitaire du COVID-19, ce qui a retardé l'avancement expérimental de notre projet. Malgré tout, j'ai essayé de planifier au mieux

Tout d'abord, je tiens à adresser mes remerciements à Maria Doubenskaia qui était ma tutrice tout au long de mon Master et qui m'a permis de trouver la meilleure continuation pour mon expérience et mes connaissances scientifiques. Elle est une personne irremplaçable qui a su me soutenir dans ma vie privée et la vie au sein de laboratoire LTDS.

Je souhaite remercier mon directeur de thèse Joël Rech de l'ENISE et mon co-directeur Joël Courbon de l'INSA Lyon qui ont accepté de me soutenir et de superviser ma thèse durant ces quatre années. Je remercie également mon co-encadrant Ferdinando Salvatore pour son aide et ses conseils lors de nos réunions et discussions. Merci encore pour le soutien, votre disponibilité et la confiance que vous m'avez accordé tout au long de mon travail. Grâce à vous je me suis enrichi à plusieurs niveaux - d'un point de vue théorique et personnel d'un point de vue pratique.

Je remercie aussi l'ensemble du jury et, particulièrement Hélène Chanal, Patrice Peyre et Jean-Yves Hascoet qui m'ont fait l'honneur d'évaluer ce travail de thèse.

Je tiens à remercier les autres personnes clés de notre projet, notamment, la société PCI et personnellement Jordan Munoz qui m'a fourni la possibilité de réaliser tous mes essais sur la machine DED et qui m'a conseillé sur les points techniques et technologiques. Je remercie également Pierre Faverjon, directeur R&D de la société PCI pour avoir cru dans le développement de notre projet de recherche. Merci à Julien Bajolet du centre technique IPC qui nous a suivi au début du projet et Thomas Joffre qui a repris cette responsabilité après pour la fin. Julien, avec ses conseils techniques, a joué un grand rôle pour la préparation de nos essais et pour tout qui concerne les perspectives de notre projet. Thomas a bien participé dans le contexte scientifique en nous supportant dans une publication et dans une interprétation des résultats obtenus. Je voudrais

remercier l'équipe de l'INSA Lyon incluant Nicolas Tardif et Thomas Elguedj pour la qualité de nos échanges surtout sur la modélisation numérique.

Pour n'oublier personne, j'adresse mes remerciements à l'équipe « stéphanoise » du laboratoire LTDS de l'ENISE, particulièrement, à Christophe, Hervé, Maryane et Eric qui m'ont assisté à préparer et réaliser les essais de caractérisation ; à Hervé, Patrick et Mehmet qui ont fabriqué et usiné des éprouvettes et ensuite à Julien et Mehmet pour ses conseils experts dans le domaine « fabrication additive ». Je remercie également Florian Mercier et Jérôme Adrien côté plates-formes INSA Lyon qui m'ont permis d'effectuer les essais mécaniques ainsi que la préparation d'échantillons et sa caractérisation.

Enfin, je voudrais passer mes derniers mots à Isabelle qui m'a aidé avec la préparation de ma thèse et pour sa communication vivante ; Laurence, pour avoir simplifié ma vie autour de notre laboratoire quand j'étais en mission. Je voudrais également noter mes jeunes collègues – Irati, Gregory, Maxime, Jian, Raphael, Timothé, Thomas, Oussama et Florent pour une bonne atmosphère dans notre « open-space » et des moments drôles.

Résumé

La thèse de doctorat présentée dans ce travail est consacrée à une méthode innovante de production de moules d'injection plastique. Cette méthode combine la technologie additive laser, notamment le rechargement par injection coaxiale de poudre (LMD) et la technique de traitement laser visant à réduire les contraintes résiduelles. Par conséquent, l'objectif principal du présent travail est d'optimiser et d'analyser la méthode de fabrication proposée en ce qui concerne les propriétés finales des pièces déposées. Il s'agit en particulier de la résistance à la fatigue des moules d'injection, principalement définie par l'intégrité de la surface des canaux internes.

Tout d'abord, l'étude bibliographique est réalisée pour souligner les principaux défis des technologies additives et, en particulier, du dépôt d'acier maraging 1.2709. Malgré la possibilité de fabriquer des pièces denses, le LMD de l'acier maraging nécessite une étude plus approfondie dans le domaine de la formation des contraintes résiduelles. En outre, le choix de l'énergie de déposition doit être correctement justifié.

L'étude paramétrique de LMD des "simples cordons", des structures de type "mur" et des "cubes" a été réalisée. Le LMD des simples cordons et des murs a été étudié en fonction de leurs caractéristiques géométriques optimales. Ensuite, la LMD d'échantillons cubiques a été analysée en fonction de la densité, des contraintes résiduelles et de la microstructure. De plus, la distribution de la microdureté a été évaluée.

Les paramètres optimaux de LMD ont été vérifiés lors du dépôt à long terme d'échantillons cubiques et cylindriques en une seule et plusieurs fois. La tenue en fatigue ainsi que la densité, la microdureté et la microstructure ont ensuite été évaluées. La simulation numérique a également été réalisée pour prédire les champs thermiques générés pendant le procédé LMD.

Enfin, cette thèse comprend l'étude numérique et expérimentale du processus de traitement laser (de détentionnement) visant à réduire les contraintes résiduelles et à éviter les post-traitements durables tels que le vieillissement.

Abstract

The PhD thesis presented in this work is dedicated to the innovative method of plastic injection mould production. This method combines laser additive technology, namely, the Laser Metal Deposition (LMD) and technique of laser treatment aiming to reduce the residual stresses. Therefore, the main objective of the present work is to optimize and analyze the proposed fabrication method regarding the final properties of deposited parts. It concerns especially the fatigue resistance of injection moulds mostly defined by the surface integrity of internal channels.

Firstly, the comprehensive bibliographical study is carried out to underline principal challenges of the additive technologies and, particularly, of 1.2709 maraging steel deposition. Despite the possibility of a dense part fabrication, LMD of maraging steel requires a further study in the field of residual stress formation. Moreover, the choice of deposition energy should be properly justified.

The parametrical study of “single-bead”, multi-bead “wall” and multi-bead “cube” LMD has been carried out. The LMD of single beads and walls has been studied regarding their optimal geometrical features. Then, the LMD of cubic specimens has been analyzed with respect to the density, residual stresses and microstructure. Additionally, the microhardness distribution has been evaluated.

The optimal LMD parameters have been verified during the longtime deposition of cubic and cylindrical specimens in a single operating session and after multiple pauses. The fatigue resistance as well as the density, microhardness and microstructure were then evaluated. The numerical simulation has been also performed to predict the thermal fields generated during LMD.

Finally, this thesis includes the numerical and experimental study of laser treatment process aiming to reduce the residual stresses and avoid the possible long-lasting post-treatment such as aging.

Table des matières

Remerciements	2
Résumé.....	4
Abstract	5
Table des matières	6
Table des figures.....	10
Liste de tableaux.....	17
Nomenclature.....	18
CHAPITRE 1 – Contexte général de l’étude.....	24
1.1 Introduction – « état-de-l’art » de moulage par injection.....	25
1.2 La fabrication additive.....	29
1.2.1. Vision globale sur les technologies additives	29
1.2.2. Histoire de la fabrication additive – premiers apports	32
1.2.3. Principes de la fabrication additive de pièces métalliques	34
1.2.4. Paramètres du procédé	38
1.2.5. Sources d’émission laser pour les technologies additives	41
1.2.6. Les verrous principaux de la fabrication additive	45
1.3 L’acier maraging 1.2709 pour la fabrication de moules.....	51
1.4 Enjeu du projet OCIM3D	52
1.5 Organisation du manuscrit.....	55
CHAPITRE 2 – Etat de l’art et problématique.....	58
2.1 Fabrication additive de l’acier maraging.....	59
2.1.1 Rechargement laser de l’acier maraging 1.2709	59
2.1.1.1 Densité des échantillons rechargés.....	59
2.1.1.2 Microstructure et microdurété après le rechargement	61
2.1.1.3 Microstructure après le traitement thermique	66

2.1.1.4 Contraintes résiduelles	69
2.1.1.5 Tenue en fatigue	73
2.2 Définition des objectifs pour le projet OCIM3D	78
CHAPITRE 3 – Etude paramétrique du procédé LMD.....	80
3.1 Rechargement LMD de « simple cordon »	82
3.1.1 Dispositif de rechargement	82
3.1.2 Dispositifs de caractérisation.....	85
3.1.2.1 Estimations des contraintes résiduelles	85
3.1.2.2 Mesures de porosité / densité	87
3.1.2.3 Topographie des surfaces / volumes	89
3.1.2.4 Analyse de la microstructure et mesures de microdureté	91
3.1.3 Etat de poudre d’acier maraging.....	91
3.1.4 Plan expérimental de rechargement	94
3.1.5 Analyse de cordons rechargés	96
3.1.5.1 Analyse de géométrie.....	96
3.1.5.2 Analyse de variances (ANOVA).....	101
3.2 Rechargement LMD de « mur »	103
3.2.1 Plan expérimental de rechargement.....	103
3.2.2 Analyse des échantillons	105
3.3 Rechargement LMD de « cube »	107
3.3.1 Plan expérimental de rechargement.....	108
3.3.2 Caractérisation de cubes rechargés	109
3.3.2.1 Estimation des contraintes résiduelles.....	109
3.3.2.2 Analyse de la densité	116
3.3.2.3 Analyse de la microdureté	119
3.3.2.4 Analyse de la microstructure	126
3.4 Conclusions.....	129
CHAPITRE 4 – Rechargement de grandes structures.....	131
4.1 Changement d’échelles des paramètres optimaux de LMD	132

4.1.1 Plan expérimental de rechargement.....	132
4.1.2 Analyse d'échantillon, profil carré.....	133
4.1.3 Analyse des échantillons cylindriques.....	135
4.2 Etude de la tenue en fatigue de pièces rechargées	138
4.2.1 Préparation des éprouvettes	138
4.2.2 Organisation des essais de fatigue	140
4.2.3 Analyse des résultats de l'essai fatigue.....	142
4.2.3.1 Analyse des faciès de rupture	143
4.2.3.2 Distribution de la microdureté.....	147
4.2.3.3 Analyse de la microstructure	151
4.3 Modélisation du rechargement	153
4.3.1 Définition du coefficient d'absorption.....	154
4.3.2 Réalisation de la modélisation du rechargement	159
4.4 Conclusions.....	164
CHAPITRE 5 – Etude du détentionnement par laser.....	166
5.1 Estimation des paramètres de relaxation	168
5.1.1 Essais mécaniques	169
5.1.1.1 Essais de compression.....	169
5.1.1.2 Essais de fluage	172
5.1.2 Modélisation de fluage.....	176
5.1.3 Modélisation du détentionnement laser	180
5.2 Essais de rechargement / détentionnement.....	187
5.2.1 Plan expérimental de rechargement	187
5.2.2 Analyse des échantillons rechargés	189
5.2.2.1 Estimation des contraintes résiduelles.....	189
5.2.2.2 Analyse de la microdureté / microstructure	192
5.3 Modélisation du détentionnement sans refusion.....	198
5.4 Conclusions.....	199
Conclusions et perspectives	203

Annexe 1– Résultats d’ANOVA, groupe « basse-énergie »	206
Bibliographie	207

Table des figures

Figure 1.1 – Principe simplifié du moulage par injection (a), exemple de pièces en plastique [YAS2020] (b) et une pièce métallique [PIM2016] (c).....	31
Figure 1.2 – Une cycle de typique moulage [DIM2005].....	32
Figure 1.3 – Exemple de canaux « conventionnels » dans un moule en deux parties [MAR2014] (a) et en seule partie [SOS2017] (b).....	33
Figure 1.4 – Effet de stabilisation thermique pendant les injections [XU2001]	33
Figure 1.5 – Stratégies de « conformal cooling » [PAR2009] (a) et exemple industriel (PERNOUD) [VAN2012] (b).....	34
Figure 1.6 – Evolution de la production de pièces par les technologies additives [WOH2014]...36	
Figure 1.7 – Distribution des applications particulières de la fabrication additive [AMP2019]...38	
Figure 1.8 – Distribution des applications principales de la fabrication additive [WOH2014]....38	
Figure 1.9 – Principe de conception du format <i>.stl</i> (a) et processus de fabrication additive (b) [CAM2011]	40
Figure 1.10 – Schéma de principe fabrication par fusion sur lit de poudre à l'aide d'une source laser (a) et d'une source électronique (b)	41
Figure 1.11 – Schéma de principe de fabrication par fusion de poudre injectée coaxialement (a) et de fil/poudre injectée latéralement (b).....	43
Figure 1.12 – Paramètres du procédé de rechargement d'un simple cordon (a) et d'une structure 3D (b).....	46
Figure 1.13 – Chiffre d'affaires du marché et proportion de lasers par rapport à la fabrication additive, [LEE2017]	48
Figure 1.14 – Absorptivité de l'émission laser selon les matériaux : métalliques (a) et non-métalliques (b), [LAZ2010].....	49
Figure 1.15 – Schéma d'un faisceau Gaussien (a) et variation de BPP parmi les sources lasers (b), [MAJ2013]	50
Figure 1.16 – Qualité de faisceau de lasers industriels, [RPP2018].....	50
Figure 1.17 – Types de contraintes résiduelles (a) et génération de contraintes lors de lasage (b), [WIT2001, MER2006]	53
Figure 1.18 – Diagramme métastable d'acier maraging [BAN2017]	58
Figure 1.19 – Présentation de la machine 5 axes de Tongtai (a), chemin théorique de fabrication d'une pièce dans le cadre du projet OCIM3D (b)	60

Figure 1.21 – Structure du manuscrit	62
Figure 2.1 – Comparaison de la microstructure typique après le rechargement (gauche) et de la microstructure forgée (droite), [JAG2017].....	70
Figure 2.2 – Comparaison de la microstructure après l’attaque chimique par Nital 3% et par réactif d’Adler [KUC2019].....	70
Figure 2.3 – Evolution de la microstructure lors du procédé de rechargement [TAN2017].....	71
Figure 2.4 – Diagramme de phases calculée pour la composition donnée de l’acier maraging 1.2709 [CON2019]36.....	72
Figure 2.5 – Exemple des défauts lors du procédé LMD [KAR2016].....	73
Figure 2.6 – Distribution de la microdureté au long de la direction de rechargement [JAG2017]	74
Figure 2.7 – Propriétés de l’acier maraging en fonction des paramètres du vieillissement [CAS2016].....	76
Figure 2.8 – Evolution de la microstructure en fonction de la température de vieillissement pendant 6 h: 460 °C (a), 490 °C (b) et 540 °C (c) [MOO2019].....	76
Figure 2.10 (a) – Résumé de l’étude bibliographique sur les contraintes résiduelles après LMD : au cœur d’échantillon	77
Figure 2.10 (b) – Résumé de l’étude bibliographique sur les contraintes résiduelles après LMD sur les bords d’échantillon.....	77
Figure 2.10 (c) – Résumé de l’étude bibliographique sur les contraintes résiduelles après LMD à la surface haute d’échantillon.....	78
Figure 2.9 – Exemple des échantillons analysés par Sanz et Navas (2013) et points de mesures: en forme H (gauche) et cylindrique (droite) [SAN2013].....	80
Figure 2.11 – Exemple d’échantillons de fatigue rechargés par SLM dans deux directions différentes [MEN2019].....	83
Figure 3.1 – Vue générale de la machine LMD hybride AMH-350 (a), partie centre d’usinage (b), partie tête laser « multi-jet » (c), schéma et paramètres de rechargement (d).....	92
Figure 3.2 – Analyse du jet de poudre par une caméra haute vitesse Phantom VEO-710L	93
Figure 3.3 – Exemple de jet de poudre filmé à 100 FPS et 9900 µs de temps d’exposition.....	93
Figure 3.4 – Appareil de l’analyse de contraintes résiduelles PROTO (a), schéma de mesures de contraintes (b) et représentation de la loi de Bragg (c).....	95
Figure 3.5 – Microscope optique Olympus CX22.....	97
Figure 3.6 – Balance Mettler Toledo AB104-S.....	98
Figure 3.7 – Microscope confocal Alicona G4.....	98
Figure 3.8 – Position d’un substrat lors des mesures sur le microscope Alicona : d’un cordon (a) et d’un mur (b).....	99

Figure 3.9 – Chemin de mesures des profils d’un unique cordon simple : vue de cordon scanné (a), choix des sections transversales (b) et profils mesurés à partir de 20 sections (c).....	99
Figure 3.10 – Résultats de PSD de deux lots de poudre 1.2709 (a), morphogranulomètre OCCHIO NanoXY (b).....	101
Figure 3.11 – Morphologie de poudre fournie en 2018 (a) et en 2021 (b).....	101
Figure 3.12 – Position de points de mesures EDX sur la poudre livrée en 2018 (a) et en 2021 (b).....	102
Figure 3.13 – Substrat avec les cordons rechargés, groupe « haute-énergie » (a), surface centrale des cordons (b) et ses images scannées sur Alicona (c).....	105
Figure 3.14 – Profil latéral de cordon rechargé à 10.1 g/dm ² , 310 W (b) et rechargé à 20.2 g/dm ² , 310W (b).....	106
Figure 3.15 – Impact des paramètres du rechargement sur la géométrie des cordons: haute énergie – hauteur (a), haute énergie – largeur (b), basse énergie – hauteur (c), basse énergie – largeur (d).....	107
Figure 3.16 – Ratio d’aspect (AR) en fonction de la densité de poudre Q_p pour plusieurs puissances P	108
Figure 3.17 – Ratio d’aspect (AR) en fonction de la densité d’énergie E_s pour le débit q différent.....	108
Figure 3.18 – Hauteur H et largeur L en fonction de la densité de poudre Q_p pour la puissance P différente.....	109
Figure 3.19 – Stratégie unidirectionnelle du rechargement d’un mur.....	113
Figure 3.20 – Vue de murs rechargés à la haute énergie et ses profils scannés pour 5 (a), 10 (b) et 20 (c) couches rechargées.....	114
Figure 3.21 – Vue de murs rechargés à la basse énergie et ses profils scannés pour 5 (a), 10 (b) et 20 (c) couches rechargées.....	115
Figure 3.22 – Mesures de profils d’un côté des murs rechargés à la haute (a) et à la basse énergie (b).....	115
Figure 3.23 – Conditions thermiques différentes (les flèches indiquent la direction de dissipation de chaleur).....	116
Figure 3.24 – Stratégies de rechargement et paramètres géométriques.....	117
Figure 3.25 – Ensemble des cubes rechargés selon une variation des paramètres différents.....	119
Figure 3.26 – Topographie typique des cubes rechargés.....	119
Figure 3.27 – Rugosité de surface des cubes après le polissage électrochimique (a) et les contraintes mesurées à partir d’une surface brute pour deux taux de recouvrements (b).....	120
Figure 3.28 – Estimation de la profondeur impactée par le fraisage.....	121

Figure 3.29 – Procédure d’analyse de contraintes résiduelles dans les cubes rechargés.....	122
Figure 3.30 – Contraintes résiduelles en fonction de l’énergie de rechargement (a), de l’apport massique (b), du recouvrement (c) et de la stratégie (d)	123
Figure 3.31 – Préparation des échantillons cubiques pour l’analyse optique de la densité.....	125
Figure 3.32 – Densité des cubes en fonction de l’énergie de rechargement (a), de l’apport massique (b), du recouvrement (c) et de la stratégie (d)	126
Figure 3.33 – Exemple de sections polies des cubes rechargés avec des énergies différentes : 41.4 J/mm ² (a) et 28.0 J/mm ² (b), Z – la direction de rechargement.....	127
Figure 3.34 – Exemple de sections polies des cubes rechargés avec deux taux de recouvrement : 60% (a) et 30% (b), Z – la direction de rechargement	128
Figure 3.35 – Plan de mesures de la microdureté.....	129
Figure 3.36 – Microdureté des cubes en fonction de l’énergie de rechargement.....	130
Figure 3.37 – Microdureté des cubes en fonction du recouvrement de rechargement.....	131
Figure 3.38 – Microdureté des cubes en fonction des stratégies de rechargement	132
Figure 3.39 – Plan d’analyse de la microstructure	132
Figure 3.40 – Macrostructure typique de l’acier maraging rechargé, objectif x5 (a) et forgé, objectif x10 (b)	133
Figure 3.41 – Macrostructure de cube rechargé à haute énergie de 48.1 J/mm ² (a) et à basse énergie de 28.0 J/mm ² (b), objectif x5	134
Figure 3.42 – Macrostructure de cube rechargé avec des taux de recouvrement de 30% (a) et de 50% (b), objectif x5	135
Figure 3.43 – Macrostructure au début du rechargement, objectif x5.....	136
Figure 3.44 – Macrostructure du 10 ^{ème} cube, objectif x5 (a) et la microstructure correspondante, objectif x50 (b)	137
Figure 4.1 – Aperçu des échantillons	143
Figure 4.2 – Stratégie de rechargement d’un cylindre [PET2016].....	144
Figure 4.3 – Schéma de découpe des échantillons (a) et plan de mesures de la microdureté (b).....	145
Figure 4.4 – Densité des échantillons de section carré avec deux volumes différents.....	145
Figure 4.5 – Distribution de la microdureté dans les échantillons 18x18x24 mm ³	146
Figure 4.5 – Petit (a) et grand (b) cylindres rechargés et schéma de préparation des échantillons (c, d).....	147
Figure 4.6 – Densité des cylindres rechargés	148
Figure 4.7 – Distribution de la microdureté de l’échantillon cylindrique	148
Figure 4.8 – Eprouvette pour les essais de fatigue en flexion rotative.....	149

Figure 4.9 – Machine de flexion rotative Walter + Bai UBM200 (a) et schéma cinématique (b)	151
Figure 4.10 – Exemple de courbes hypothétiques par rapport au chemin de chargement Locati (a) et estimation de la limite d’endurance (b)	153
Figure 4.11 – Limite d’endurance des échantillons rechargés et forgés	153
Figure 4.12 – Vues macrographiques des faciès de rupture selon le Tableau 4.3: l’éprouvette n°1 (a), l’éprouvette n°3 (b), l’éprouvette n°4 (c), l’éprouvette n°5 (d), l’éprouvette n°6 (e) et l’éprouvette n°7 (f)	155
Figure 4.13 – Exemple de manque de fusion sub-surfacique (a) et surfacique (b)	156
Figure 4.14 – Exemple d’autres défauts typiques : microfissure (a), micro-vide (b) et particule non-fusionnée (c)	157
Figure 4.15 – Préparation d’échantillons pour l’analyse (a) et schéma de mesure de la microdureté (exemple de l’éprouvette n°6) (b)	158
Figure 4.16 – Distribution de la microdureté dans l’éprouvette n°2	159
Figure 4.17 – Distribution de la microdureté dans l’échantillon n°5	160
Figure 4.18 – Distribution de la microdureté dans l’échantillon 6 (a) et dans l’échantillon 7 (b)	161
Figure 4.19 – Macrostructure des transitions nettes, éprouvette 2, grossissement x5	162
Figure 4.20 – Microstructure dans les transitions nettes, éprouvette 2, grossissement x5, x10 et x20	163
Figure 4.21 – Images au MEB de la deuxième transition (a) et de la première transition (b), grossissement x1000 et x4000	164
Figure 4.22 – Montage pour les mesures de la température (a) schéma de placement des thermocouples (b)	166
Figure 4.23 – Domaine de calcul numérique	167
Figure 4.24 – Comparaison des résultats expérimentaux et numériques de la température à l’exposition de 4 s (a) et de 3 s (b)	170
Figure 4.25 – Description de la géométrie du modèle de rechargement	171
Figure 4.26 – Stratégie de rechargement pour la modélisation (a), position du point focal du faisceau laser (b)	173
Figure 4.27 – Evolution de la température lors du rechargement de 6 premières couches	173
Figure 4.28 – Evolution de la température suite au rechargement de la 90 ^{ème} couche	174
Figure 4.29 – Diagramme de phases de l’acier maraging 1.2709	175
Figure 5.1 – Montage des essais de compression à chaud	181
Figure 5.2 – Schéma des essais de compression à chaud	182

Figure 5.3 – Résultats de compression à chaud à la température différente	183
Figure 5.4 – Schéma des essais de relaxation.....	184
Figure 5.5 – Courbes contraintes-temps lors des essais de fluage à 800°C, résultats non moyennés	185
Figure 5.6 – Courbes contraintes-temps lors des essais de fluage à 800°C, résultats moyennés	186
Figure 5.7 – Courbes contraintes-déformations lors des essais de fluage à 800°C.....	187
Figure 5.8 – Description de la géométrie du modèle de fluage.....	188
Figure 5.9 – Relaxation de contraintes à 700 °C, estimation de l'énergie d'activation	190
Figure 5.10 – Relaxation de contraintes à 800 °C	190
Figure 5.11 – Stratégie de détentionnement pour la modélisation (a), position du point focal du faisceau laser (b).....	193
Figure 5.12 – Evolution de la température lors de détentionnement laser avec différentes énergies	194
Figure 5.13 – Domaine de calcul pour la modélisation du rechargement et du détentionnement sur un substrat céramique	195
Figure 5.14 – Distribution des températures lors de détentionnement laser sur le substrat céramique à l'énergie de 120 J/mm ²	197
Figure 5.15 – Evolution de la température suite au rechargement de la 90 ^{ème} couche.....	197
Figure 5.16 – Distribution des températures lors du détentionnement laser sur le substrat céramique à l'énergie de 120 J/mm ² à 5 et 9 passes de détentionnement	198
Figure 5.17 – Montage des essais de rechargement + relaxation	199
Figure 5.18 – Exemple des échantillons rechargés avec le détentionnement laser : échantillon n°2 (a), échantillon n°4 (b) et échantillon n°5 (c)	201
Figure 5.19 – Contraintes résiduelles en fonction de la stratégie de détentionnement	202
Figure 5.20 – Schéma de découpe de l'échantillon n°1 et de l'échantillon n°5 (a) et plan de mesures de la microdureté	204
Figure 5.21 – Microdureté des cubes (10x10x10 mm ³) en fonction des paramètres de détentionnement	205
Figure 5.22 – Microdureté de l'échantillon long (40x10x10 mm ³) en fonction des paramètres de détentionnement	206
Figure 5.23 – Macrostructure de la partie « latérale » de l'échantillon n°2 (a) et de la partie « transversale » de l'échantillon n°5 (b).....	207
Figure 5.24 – Microstructure de la partie centrale de l'échantillon 1 non-traité (a) et de l'échantillon n°2 (b), grossissement x20	208

Figure 5.25 – Distribution des températures lors du détentionnement laser avec un spot laser de 4 mm et une énergie de 35 J/mm² à niveau dans l'échantillon.....210

Liste des tableaux

Tableau 1.1 – Recommandations de paramètres géométriques des canaux [MAY2005].....	35
Tableau 1.2 – Comparaison des procédés pour la fabrication additive [GIB2015]	44
Tableau 1.3 – Composition chimique de l’acier maraging 1.2709.....	57
Tableau 2.1 – Résumé des paramètres LMD de l’acier maraging 1.2709	69
Tableau 3.1 – Paramètres de mesures de contraintes par DRX [MUG2018-1]	95
Tableau 3.2 – Comparaison des mesures EDX sur deux lots de poudre.....	102
Tableau 3.3 – Plan d’expérience full factoriel « haute-énergie ».....	103
Tableau 3.4 – Plan d’expérience full factoriel « basse-énergie ».....	104
Tableau 3.5 – Résultats de l’analyse de variance, groupe « haute-énergie », hauteur H	111
Tableau 3.6 – Résultats de l’analyse de variance, groupe « haute-énergie », largeur W	112
Tableau 3.7 – Résultats de l’analyse de variance, groupe « haute-énergie », ratio d’aspect AR	112
Tableau 3.8 – Paramètres du rechargement de « mur ».....	113
Tableau 3.9 – Paramètres de rechargement des cubes.....	118
Tableau 3.10 – Paramètres du fraisage de l’acier maraging.....	121
Tableau 4.1 – Paramètres du rechargement.....	144
Tableau 4.2 – Paramètres de tournage des éprouvettes de fatigue	150
Tableau 4.3 – Plan de rechargement d’échantillons « fatigue ».....	150
Tableau 4.4 – Propriétés thermomécaniques et autres coefficients pour la modélisation du chauffage laser.....	169
Tableau 4.5 – Propriétés thermomécaniques et autres coefficients pour la modélisation du rechargement	172
Tableau 5.1 – Paramètres pour la modélisation du fluage.....	189
Tableau 5.2 – Paramètres de la modélisation de rechargement et de détentionnement sur le substrat céramique.....	196
Tableau 5.3 – Plan expérimental de rechargement et de détentionnement laser.....	200

Nomenclature

b	Diamètre du canal d'un moule d'injection (mm) ;
a	Distance entre les canaux (mm) ;
c	Distance entre le canal et la cavité (mm) ;
T_m	Température de fusion du matériau considéré (°C);
E_s	Densité d'énergie (J/mm ²) ;
E	Apport énergétique (J/mm);
E_v	Densité volumique d'énergie (J/mm ³) ;
Q	Apport massique (g/mm) ;
Q_p	Densité de poudre (g/mm ²) ;
Q_s	Densité spécifique (J/g) ;
P	Puissance de la source laser (W) ;
v	Vitesse de déplacement de la tête laser / vitesse de balayage (mm/s) ;
v_b	Vitesse de balayage (mm/s) ;
d	Diamètre de spot laser (J/mm ³) ;
h	Epaisseur de couche (mm) ;
h_c	Distance entre deux cordons adjacents (mm) ;
q	Débit de poudre (g/min) ;
W	Largeur de cordon (mm) ;
H	Hauteur de cordon (mm) ;
AR	Ratio d'aspect ;
D_o	Dilution ;
r	Recouvrement (%) ;
BPP	« Beam parameter product » (mm*mrad) ;

w_0	Rayon d'un faisceau laser mesuré à son origine (mm) ;
θ	Demi-angle d'ouverture du faisceau depuis son origine (mrad) ;
λ	Longueur d'onde (μm) ;
M^2	Facteur « M^2 » ;
σ^I	Contraintes résiduelles du premier ordre (MPa) ;
σ^{II}	Contraintes résiduelles du deuxième ordre (MPa) ;
σ^{III}	Contraintes résiduelles du troisième ordre (MPa) ;
ε_{th}	Expansion thermique ;
ε_{pl}	Déformation plastique ;
ε_{el}	Déformation élastique ;
R_a	Rugosité moyenne de surface (μm) ;
R_t	Hauteur des irrégularités / rugosité macroscopique (μm) ;
S_a	Rugosité moyenne surfacique (μm) ;
R	Rapport de contraintes maximales est minimales ;
D_{jet}	Diamètre minimal du jet de poudre (mm);
d_h	Distance inter-réticulaire (mm);
ε_d	Déformation de cristaux ;
θ_d	Angle de diffraction (mrad) ;
λ_{rx}	Longueur d'onde émise par la source RX (μm) ;
A_e	Constante élastique radiocristallographique ;
E	Module d'élasticité (module de Young) (MPa) ;
ν	Coefficient de Poisson d'un matériau ;
φ	Facteur d'anisotropie radiocristallographique ;
ψ	Angle entre la normale aux plans diffractant et la normale à la surface (mrad) ;

ρ	Densité du matériau considéré (g/cm ³) ;
m	Masse d'échantillon (g) ;
m_p	Masse d'échantillon plongé dans un liquide (g) ;
ρ_l	Densité de liquide (g/cm ³) ;
k_1	Nombre de niveaux de variation des facteurs ;
k_2	Nombre de facteurs ;
k_3	Nombre de répétitions ou réplifications ;
N	Nombre total des essais ;
DL	Degré de liberté d'un facteur ;
DL_e	Degré de liberté d'une erreur ;
N_n	Nombre de niveaux d'observations ;
N_o	Nombre d'observations ;
SC	Somme des carrés pour un facteur ;
SC_e	Somme des carrés pour une erreur ;
y_{mi}	Moyenne des observations de niveau i de facteur ;
y_m	Moyenne de toutes les observations ;
y_{ij}	Valeur de la j^e observation de niveau i de facteur ;
CM	Carrés moyens pour un facteur ;
CM_e	Carrés moyens pour une erreur ;
F	Valeur de Fischer ;
Δh	Incrément le long de l'axe de rechargement Z (mm) ;
σ_1	Contrainte résiduelle en direction de balayage Y (MPa) ;
σ_2	Contrainte résiduelle en direction de recouvrement X (MPa) ;
v_f	Vitesse de coupe (m/min) ;
σ_a	Contrainte de sollicitation (MPa) ;

M	Moment fléchissant dans une flexion rotative (N*m) ;
P_c	Charge dans une flexion rotative (N) ;
d_u	Diamètre de la partie utile de l'éprouvette fatigue (mm) ;
l	Longueur du bras de levier (mm) ;
D	Domage cumulé ;
σ_d	Limite d'endurance (MPa) ;
N_i	Nombre de cycles à rupture pour un niveau de contrainte considéré ;
n_i	Nombre de cycles effectués à un niveau de contrainte considéré ;
p	Nombre de niveaux de contraintes ;
R_s	Rayon du spot laser (mm) ;
r_d	Distance radiale par rapport au centre du faisceau laser (mm) ;
R_x, R_y, R_z	Composantes du vecteur de flux thermique (W/m ²) ;
k_x, k_y, k_z	Composantes de la conductivité thermique (W/(m*°C)) ;
C	Chaleur spécifique (J/(kg*°C)) ;
q_{conv}	Pertes de chaleur par convection (W/m ²) ;
q_r	Pertes de chaleur par rayonnement (W/m ²) ;
h_e	Coefficient d'échange thermique (W/(m ² *°C)) ;
ξ	Coefficient d'émissivité de la surface ;
t	Temps (s) ;
T	Température (°C) ;
T_o	Température ambiante (°C) ;
ε_p	Vitesse de déformation (s ⁻¹) ;
E_a	Module d'élasticité apparent (MPa) ;
k_m	Raideur de la machine (MPa) ;
ε_f	Vitesse de déformation de fluage (s ⁻¹) ;

σ_f	Niveau de contrainte lors de fluage (MPa) ;
Q_a	Energie d'activation (J/mol) ;
R_u	Constante universelle de gaz (J/(mol*°C)) ;
E_{sd}	Energie de détentionnement (J/mm ²) ;
Q_{sd}	Densité d'énergie surfacique (W/mm ²) ;
P_d	Puissance de détentionnement (W) ;
v_d	Vitesse de détentionnement (mm/s) ;

Chapitre 1. Contexte général de l'étude

Sommaire

1.1 Introduction – « état-de-l'art » de moulage par injection	20
1.2 La fabrication additive	24
1.2.1. Vision globale sur les technologies additives	24
1.2.2. Histoire de la fabrication additive – premiers apports	27
1.2.3. Principes de la fabrication additive de pièces métalliques	29
1.2.4. Paramètres du procédé	33
1.2.5. Sources d'émission laser pour les technologies additives	36
1.2.6. Les verrous principaux de la fabrication additive	40
1.3 L'acier maraging 1.2709 pour la fabrication de moules	46
1.4 Enjeu du projet OCIM3D	47
1.5 Organisation du manuscrit	50

Dans ce premier chapitre, le cadre et le plan général de nos travaux sont décrits. Ils permettent d'avoir une vision globale et claire sur le contexte scientifique lié à ces travaux de thèse.

Tout d'abord, l'état actuel de l'industrie utilisant **les procédés de moulage par injection plastique** sera présenté. Parmi les procédés de fabrication des moules d'injection plastique, nous définirons les technologies dites conventionnelles et les technologies additives qui sont plus avantageuses en termes de complexité de pièces fabriquées.

Ensuite, nous présenterons brièvement ces **technologies additives**, l'histoire, leurs possibilités et les applications. Malgré tous les points forts de ces techniques de fabrication, il existe plusieurs défis à résoudre qui seront donc soulignés. L'introduction de **technologie « hybride »** sera abordée en notant son apport vers la production des moules d'injection.

Enfin, nous décrirons **le matériau** choisi pour ces études ainsi que **notre projet** qui s'appelle OCIM3D. Et pour finir, la dernière partie permettra de présenter **le plan** qui sera suivi dans la suite de ce manuscrit.

1.1 Introduction – « état-de-l’art » de moulage par injection

Parmi les procédés de fabrication de pièces en métal et surtout en plastique, la technologie de moulage par injection est très populaire. Actuellement, selon de nombreuses recherches du marché [MAR2020, MAR2021], le processus de fabrication par injection plastique est effectivement très largement répandu : on attend un taux de croissance annuel entre 4.6 et 4.8 % jusqu’à l’année 2028. La taille du marché est très grande et égale à 286-350 milliards de dollars (US\$) (pour comparaison, la taille du marché de l’usinage de métaux est de l’ordre de 400 milliards de dollars (US\$) [MAR2021]). Cette croissance est donc assez forte du fait de la popularité du plastique dans tout le monde. Au niveau de l’injection métallique, ces chiffres sont plus modestes (2.5-3 milliards de dollars (US\$)), mais une croissance annuelle pouvant atteindre 14% est anticipée [GER2012]. Tout cela présente les technologies d’injection plastique ou métallique comme des procédés à fortes perspectives et importants pour l’industrie et pour une grande variété de besoins, de l’emballage et de l’industrie automobile, aux domaines médicaux et électrique/électronique.

L’injection plastique a été conçue pour produire de très grands volumes de pièces relativement complexes et il s’agit d’un procédé de haute précision au cycle court [KAS2015, CHE2005, SIN2016, STA2011], bon marché, flexible et fiable [KAN2020]. Grâce à ces avantages cette technologie est très populaire et parfois irremplaçable. Le principe simplifié de moulage par injection est présenté sur la Figure 1.1 (a). La matière à former, soit une poudre métallique soit des granulés de plastique, est ramollie par la chaleur puis injectée dans une cavité de moule qui définit la géométrie d’une pièce après le refroidissement et, normalement, consiste en deux parties.

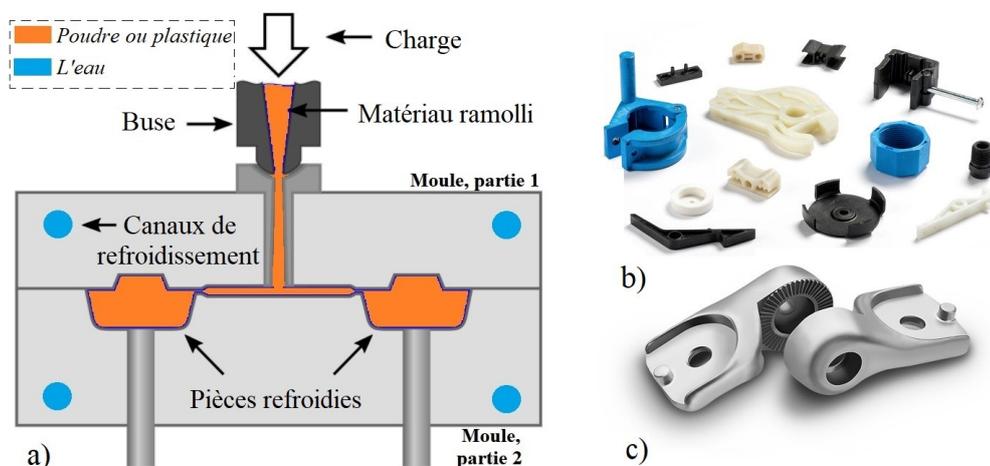


Figure 1.1 – Principe simplifié du moulage par injection (a), exemple de pièces en plastique [YAS2020] (b) et une pièce métallique [PIM2016] (c)

Dans une production en grande quantité, le temps de cycle de production est très important parce qu'il définit la productivité du moulage et, en conséquence, son coût. Au sein du procédé de moulage par injection le temps de cycle peut être réduit par l'optimisation du procédé et ses paramètres [STA2011, ENG201] ou en choisissant la géométrie d'un moule afin d'améliorer les conditions de refroidissement après chaque injection [XU2001, DIM2005]. Cette géométrie optimale définit non seulement le profil du moule pour la pièce fondue mais aussi et surtout la structure et la disposition des canaux internes de refroidissement. Parce que le temps de refroidissement peut prendre presque 50% de tout le procédé (Figure 1.2), il est nécessaire de le réduire au maximum. Il est à noter que les températures peuvent varier selon le matériau choisi mais la séquence temporelle est la même. En plus, le refroidissement homogène et rapide est également conseillé par rapport aux propriétés mécaniques de la pièce finie ainsi que sa précision dimensionnelle, sa rugosité finale etc. Il est à noter que le temps de refroidissement est lié à la distance entre le canal et la surface de la pièce, ainsi que le diamètre du canal [DUL2012].

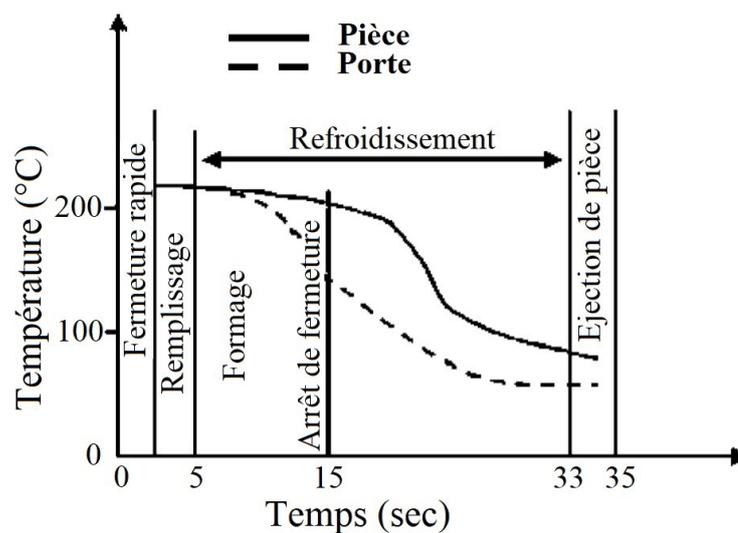


Figure 1.2 – Une cycle de typique moulage [DIM2005]

Principalement, il y a deux types possibles de refroidissement dans un moule qui diffèrent par leur efficacité à évacuer la chaleur et par la méthode de fabrication des canaux. Le système des canaux «conventionnels» est usiné par perçage ou fraisage. C'est l'approche la plus économique, la plus facile à réaliser et ainsi la plus répandue [MAR2014]. En revanche, elle améliore faiblement les conditions thermiques dans un moule à cause de la géométrie des canaux usinés, qui est plutôt «droite», simple et qui ne peut pas couvrir toute la surface intérieure de moule proche de la pièce refroidie. Des exemples de canaux « conventionnels » sont présentés sur la Figure 1.3.

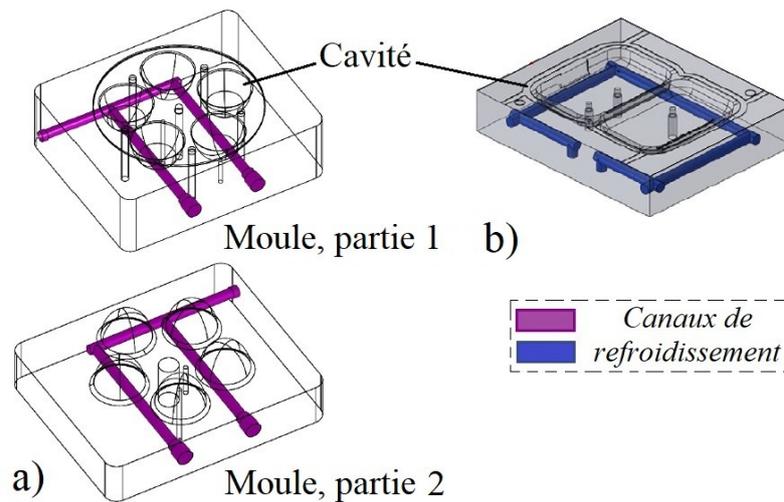


Figure 1.3 – Exemple de canaux « conventionnels » dans un moule en deux parties [MAR2014] (a) et en seule partie [SOS2017] (b)

Avec les progrès de la conception assistée par ordinateur (CAO) ainsi que des procédés qui permettent de créer des pièces très complexes directement à partir de leur modèle 3D, un système de canaux appelé en anglais «conformal cooling» est devenu réalisable. Ce terme est normalement utilisé pour définir les canaux comme ceux qui épousent la surface de cavité où la pièce se refroidit. Certains chercheurs lient parfois ce terme avec l’histoire thermique du procédé de moulage en soulignant par exemple le temps de stabilisation de la température lors de chaque cycle d’injection comme présenté sur la Figure 1.4 [XU2001]. Si les canaux sont assez loin d’une cavité, les échauffements successifs contribuent à chauffer le moule jusqu’à sa température de régime stationnaire. Par contre, le « conformal cooling » permet d’éliminer ce chauffage et de stabiliser le procédé au plus vite possible.

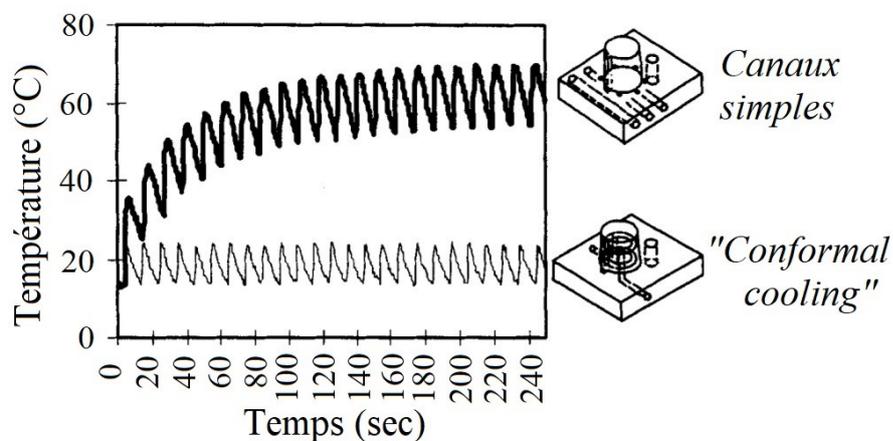


Figure 1.4 – Effet de stabilisation thermique pendant les injections [XU2001]

La complexité et la variété de ces canaux ne sont pas limitées et dépendent juste de la pièce fabriquée pour assurer au mieux son refroidissement rapide et homogène. Figure 1.5 (a) illustre les stratégies principales qui peuvent être réalisées dans le « conformal cooling » et quelques exemples réels de son application sont présentés sur la Figure 1.5 (b). Le diamètre de canal et son profil peuvent être variables même dans une seule configuration. Le choix de diamètre, de distance entre les canaux et la cavité et les canaux eux-mêmes dépendent de l'épaisseur d'une pièce fabriquée. Les recommandations générales sont présentées dans le Tableau 1.1. [MAY2005]

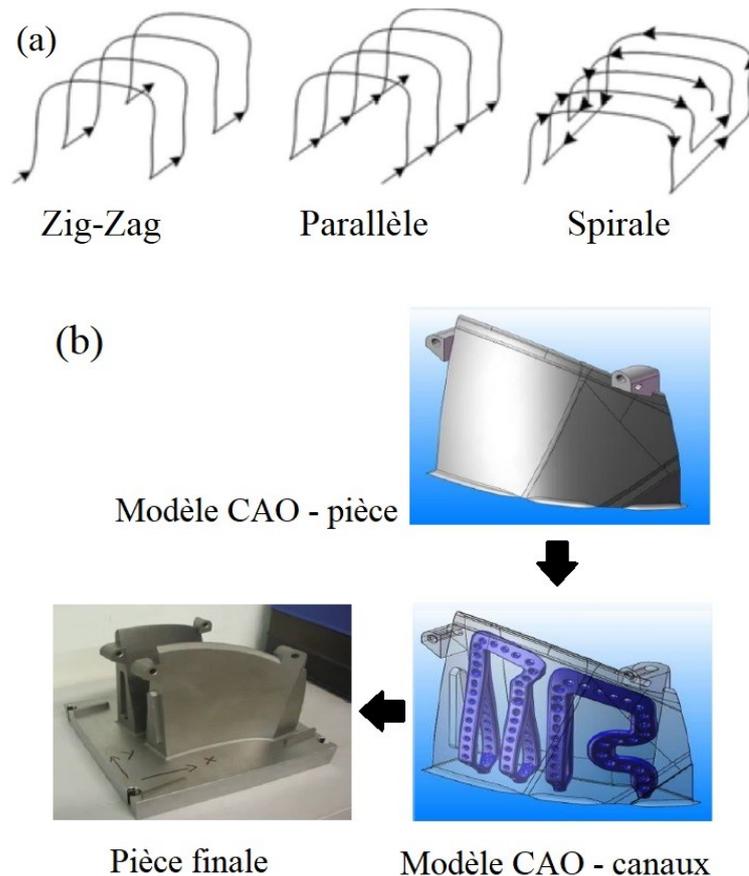


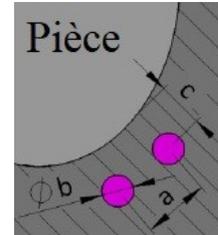
Figure 1.5 – Stratégies de « conformal cooling » [PAR2009] (a) et exemple industriel (PERNOUD) [VAN2012] (b)

Il existe plusieurs recherches qui visent à réduire le temps de cycle et à améliorer les propriétés mécaniques grâce au système de « conformal cooling » et son optimisation via une modélisation numérique. Par exemple, le moule d'injection d'un vase d'expansion d'automobile présenté sur la Figure 1.5 (b) a gagné 35% de réduction du temps de cycle d'injection, moins de distorsion et un coût final réduit [VAN2012]. Dans le cadre d'autres projets, le cycle de fabrication a été réduit jusqu'à 20% en limitant les déformations et en améliorant la rugosité surfacique

[VAN2012]. Dans d'autres études ces valeurs peuvent atteindre 50% environ après optimisation numérique [SOS2017, WAN2014].

Tableau 1.1 – Recommandations de paramètres géométriques des canaux [MAY2005]

Épaisseur d'une pièce, mm	Diamètre b , mm	Distance entre canaux a , mm	Distance entre canal et cavité c , mm
0-2	4-8	$2 - 3 \cdot b$	$1.5 - 2 \cdot b$
2-4	8-12	$2 - 3 \cdot b$	$1.5 - 2 \cdot b$
4-6	12-14	$2 - 3 \cdot b$	$1.5 - 2 \cdot b$



Mais comment ces canaux internes complexes peuvent-ils être fabriqués ? Parmi les procédés qui sont relativement jeunes et qui sont généralement basés sur la préparation d'une pièce future par CAO, il est toujours possible de réaliser la géométrie de « conformal cooling » par les méthodes traditionnelles comme le moulage de métaux ou de matériau époxy et l'usinage de rainures dans l'une des parties du moule [FEN2021]. Toutes les technologies de moulage nécessitent une pièce qui forme les canaux internes et qui doit être enlevée à la fin de moulage. Cette pièce ou modèle est normalement fabriquée en utilisant les mêmes technologies qui font le sujet de notre travail. Autrement dit, la technologie « traditionnelle » du moulage inclut les procédés additionnels, par exemple, la préparation de modèle et son enlèvement. De plus, l'usinage de rainures est toujours difficile à implémenter pour des configurations complexes et tridimensionnelles. En plus, il faut prévoir une fermeture propre et hermétique des deux parties du moule.

Dans ce mémoire, nous nous concentrons du coup sur les technologies additives qui permettent la fabrication d'un moule de « conformal cooling » juste en quelques étapes simples à réaliser techniquement. L'état de l'art de ces technologies sera abordé dans le prochain paragraphe ainsi que les aspects technologiques qui peuvent retarder entraver les applications.

1.2 La fabrication additive

1.2.1 Vision globale sur les technologies additives

La fabrication additive regroupe l'ensemble des techniques qui permettent d'obtenir des pièces denses ou poreuses par ajout de matière couche par couche à partir d'un modèle numérique. La fabrication additive est l'un des procédés très prometteurs aujourd'hui grâce à son application dans les domaines importants : aéronautique, automobile, biomédical etc.. Les procédés additifs

sont d'ailleurs essentiels pour la quatrième révolution industrielle [HAL2019]. Depuis une vingtaine d'années, il y a une forte croissance de la production de pièces qui est quasi-exponentielle (Figure 1.6). La même augmentation exponentielle est visible sur le nombre de machines qui sont industriellement implantées [WOH2014].

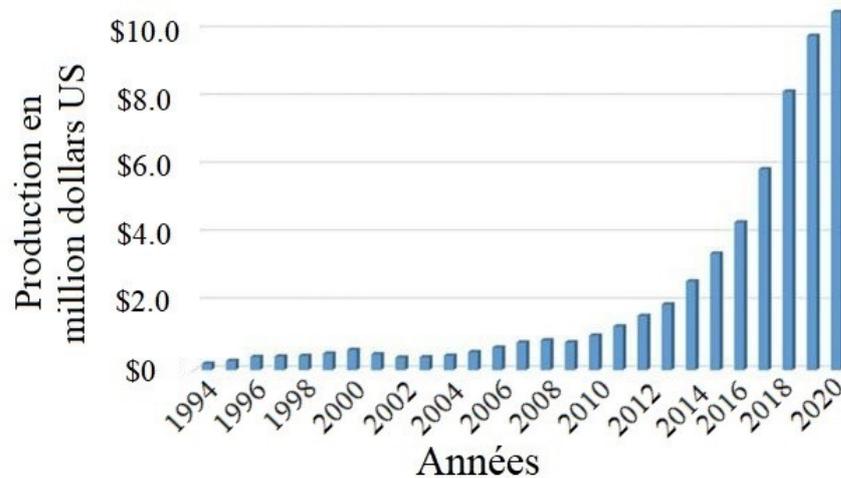


Figure 1.6 – Evolution de la production de pièces par les technologies additives [WOH2014]

La taille du marché est estimée au niveau de 12.8 million de US\$ en 2020. A noter cependant que cette valeur est 30 fois moins que la même estimation du marché d'usinage. Par ailleurs, la croissance annuelle a atteint presque 30% depuis la dernière dizaine d'années [WOH2014]. Il est certain que ces technologies sont très progressives, notamment celles de fabrication de pièces métalliques (LMD, SLM etc.). Néanmoins, elles ne sont pas encore bien maîtrisées et leurs utilisations par des industriels est donc assez faible du fait de certains verrous scientifiques, techniques et technologiques.

Les applications de la fabrication additive peuvent être divisées en trois groupes principaux :

- Le prototypage rapide désigne l'obtention de prototypes qui peuvent servir en tant que modèle représentatif lors d'un développement ou d'une présentation de produit. C'est-à-dire que le prototype permet visuellement de réaliser une pièce future et de valider ses fonctionnalités en peu du temps. Il ne nécessite pas d'outillages additionnels et peut être fabriqué dans une large gamme de matériaux. Son coût est relativement faible. La fabrication additive constitue une bonne réponse pour la production en petites séries. [HON2007].

- Le deuxième groupe comprend des applications pour l'outillage rapide et, selon sa désignation, la fabrication additive permet d'obtenir rapidement les outils pour des demandes nombreuses comme les moules d'injection. La création de structures fonctionnelles internes telles que les canaux de refroidissement dans les moules, ainsi que l'absence de procédés d'assemblage sont les autres aspects attirants [CAM2012]. En plus, les procédés additifs peuvent drastiquement augmenter la complexité des outillages et ses fonctionnalités en réduisant le coût et le temps de fabrication totale [NIC2009].
- La fabrication directe forme le troisième domaine intéressant pour des industriels et pour le projet décrit dans ce mémoire car elle implique surtout des pièces fonctionnelles. Cette application est la plus récente. Elle se développe progressivement depuis une vingtaine d'années. De nos jours, les produits fonctionnels et personnalisés sont devenus une tendance de la fabrication additive, comme l'avait anticipé Wöhlers, qui a prédit 50% de fabrication directe parmi les autres procédés traditionnels [BER2012]. D'un autre côté, ces technologies étaient faiblement utilisées depuis longtemps en occupant 5% du marché en 2004 et 20% vers 2012 [WOH2014]. En citant les secteurs industriels dans lesquels la fabrication directe est adaptée et progresse, on peut d'abord souligner l'aéronautique, pour laquelle les possibilités de production des pièces de haute performance et de haute complexité sont importantes. Il est à noter que les entreprises aérospatiales ont été les utilisateurs majeurs en 2019 avec 29% de systèmes additifs vendus, le secteur automobile comptant pour 27% et le biomédical pour 20% des ventes (Figure 1.7) [AMP2019]. Une grande complexité des pièces fabriquées est évidemment exigée par tous les domaines, néanmoins, la fiabilité fonctionnelle est vitale pour l'aéronautique, alors que et la productivité est fondamentale pour les pièces d'automobiles tandis que la personnalisation est très important pour des implants produits pour le secteur biomédical [CAM2012].

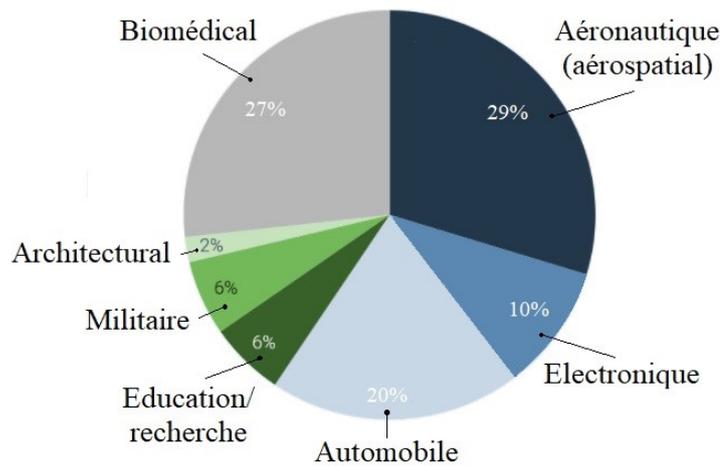


Figure 1.7 – Distribution des applications particulières de la fabrication additive [AMP2019]

Le diagramme présenté sur la Figure 1.8 illustre une distribution en pourcentage des applications de technologies additives [WOH2014]. Il est clair qu'en 2013 et même après six années passées le prototypage rapide est encore la plus populaire application [AMP2019], mais aujourd'hui c'est évident que la fabrication directe va dépasser ou au moins va avoir la même tendance que le prototypage rapide.

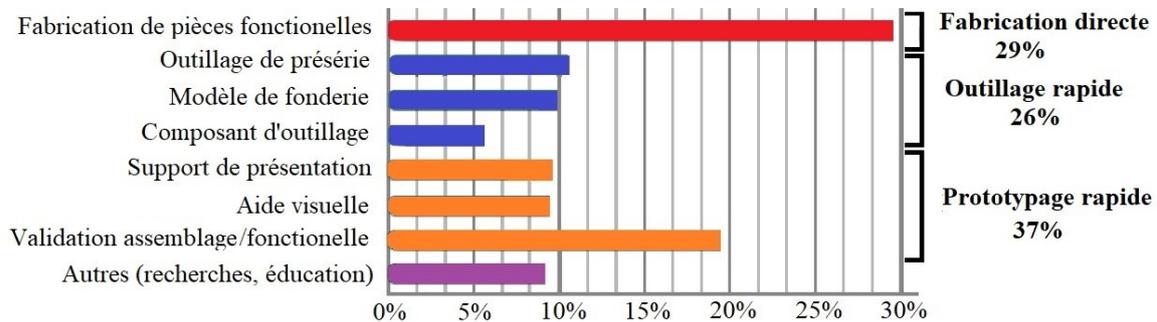


Figure 1.8 – Distribution des applications principales de la fabrication additive [WOH2014]

1.2.2 Histoire de la fabrication additive – premiers apports

L'histoire de la fabrication additive prend son origine à 1892 quand les cartes topographiques étaient fabriquées couche par couche. Cette méthode a été proposée par Blather [BLA1892]. L'idée était d'empiler et lisser des plaques de cire sur lesquelles il fallait dessiner ou imprimer des courbes topographiques. Avant l'empilement et le lissage des plaques, elles étaient découpées selon ces courbes dessinées.

Quasiment un siècle plus tard, la première technologie additive moderne est apparue. Il s'agit de la technologie de photo-polymérisation, née en Japon au début des années 1980. Hideo Kodama a inventé deux dispositifs de photo-polymérisation où un dispositif de scanner contrôle le déplacement de la fibre optique apportant le faisceau ultraviolet sous l'effet duquel le polymère liquide se durcit [KOD1981]. La pièce voulue est rechargée en répétant le procédé de lasage sur chaque couche liquide renouvelée. En fait, Kodama est l'une des personnes qui a inventé le système de prototypage avec une seule source laser. Auparavant (fin des années 1960), des approches de photo-polymérisation avaient été réalisées au moyen de deux faisceaux laser [WOH2016]. Il est à noter que ni Hideo Kodama ni les autres chercheurs avant lui (*Wyn K. Swainson, 1967*) n'ont pas réussi à breveter son développement et à arriver donc à la commercialisation. Deux ans plus tard, en 1983, la stéréolithographie ou SLA a été développée par Charles Hull. Cette technologie a le même principe que celle de Kodama mais, par contre, c'est la première fabrication additive brevetée et commercialisée avec succès en 1986. Selon Alan Herbert, un autre chercheur essayant de commercialiser son invention de polymérisation sous faisceau laser ionique Argon, les premiers échantillons rechargés sur la machine SLA de Hull sont très impressionnants par rapport aux résultats de Kodama [WOH2016]. L'entreprise « 3D Systems » fondée par Hull a ensuite mis en vente les premiers systèmes SLA en 1988. Ce sont les machines SLA de « prototypage rapide » qui précédemment n'existaient pas. L'obtention d'un prototype coûtait 1000 US\$ et prenait quelques mois. Avant cette invention, des ingénieurs et des concepteurs utilisant la CAO n'avaient pas la possibilité de combiner le système de prototypage et celui de conception. Par conséquent, Hull et son entreprise ont développé un format électronique *.stl* (pour stéréolithographie) pour simplifier le transfert de données entre la CAO et la machine SLA. Aujourd'hui, ce format est utilisé par tous les procédés additifs et même dans d'autres domaines et décrit les modèles sous formes de surfaces triangulaires contiguës (Figure 1.9 (a)). Avec l'apparition du procédé de SLA et du format *.stl*, il est devenu possible de présenter (Figure 1.9 (b)) une chaîne de fabrication additive qui est assez typique pour tout ce domaine. Il est à noter que toutes les pièces physiques prévues pour le rechargement doivent être décrites en format numérique, c'est-à-dire en format *.stl*, et divisées en tranches -normalement- d'épaisseur fixe. Une trajectoire de remplissage est choisie pour chaque couche et ensuite cette trajectoire génère un code numérique qui se transfère vers une machine de rechargement. Il est donc évident que ces procédés ne limitent pas la complexité d'objets futurs, mais il existe des verrous scientifiques autour des choix et de la génération de trajectoires optimales [TAB2014].

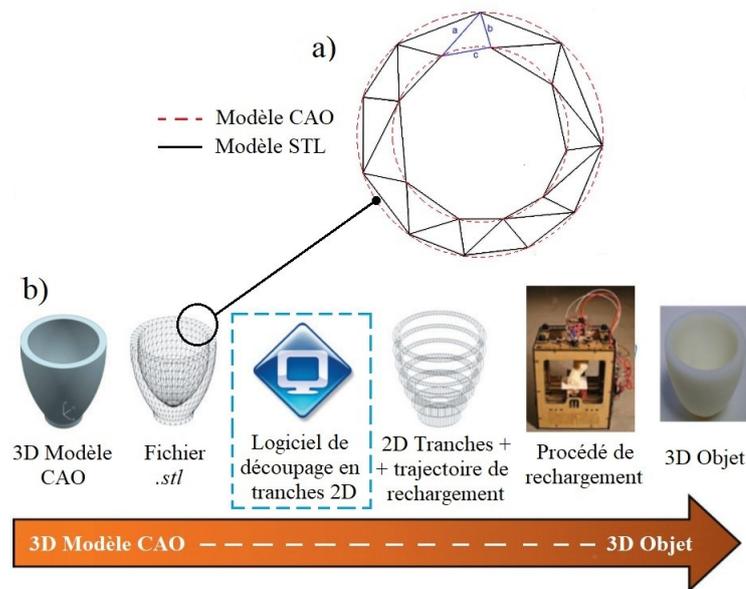


Figure 1.9 – Principe de conception du format *.stl* (a) et processus de fabrication additive (b)
[CAM2011]

Parmi les autres procédés de prototypage rapide permettant l'obtention des pièces, surtout non métalliques, on peut souligner la technologie de fabrication par stratification (Laminated Object Manufacturing (LOM)) brevetée en 1986, la technologie de photo-polymérisation par une masque (Solid Ground Curing (SGC)) brevetée également en 1986 et le procédé de dépôt de fil fondu (Fused Deposition Modelling (FDM)) brevetée en 1989 [GIB2015]. Ils sont tous commercialisés depuis 1991, mais il est à noter que la technologie FDM a le plus grand succès grâce à son application dans les procédés différents d'impression 3D qui ne sont pas chers et s'utilisent actuellement presque partout.

1.2.3 Principes de la fabrication additive de pièces métalliques

Dans le cadre du présent mémoire, nous nous intéresserons à la fabrication des moules d'injection comme l'a relaté le premier paragraphe. Le premier procédé, permettant l'obtention de pièces métalliques est la technologie de frittage laser développée par Deckard en 1989 [DEC1989]. Cependant cette technologie a été développée pour le rechargement de pièces assez poreuses : jusqu'à 30% de porosité [GIB2015].

La porosité élevée qui est évidemment un facteur défavorable par rapport aux propriétés mécaniques, vient du fait qu'on assemble des particules de matériaux pulvérulents. Elles peuvent se coller à l'état solide par frittage. La diffusion atomique est le mécanisme, qui a lieu à des températures comprises entre $0.5 T_m$ et T_m , où T_m est la température de fusion. Généralement, le

procédé de diffusion est lent et le préchauffage de poudre est donc vivement recommandé. L'avantage du procédé de frittage sans fusion et la grande variété de matériaux utilisables, en particulier les matériaux pour lesquels les procédés de fusion ne sont pas disponibles (céramiques, alliages mixtes, alliages de titane etc.) [BER2007]. Un frittage laser peut être également réalisé par fusion partielle, en mélangeant deux matériaux dont l'un a un point de fusion beaucoup plus bas que l'autre. Le matériau dont la température de fusion est la plus basse fond. Il sert de liant pour les particules non fondues. Ce mélange de deux matériaux peut être réalisé en mixant deux poudres différentes, la poudre composite ou la poudre dont les particules sont enrobées [KRU2005]. Par ailleurs, la porosité peut être réduite et les propriétés mécaniques peuvent être améliorées notamment par un post-traitement de compression isostatique à chaud. Néanmoins, il subsiste toujours une porosité qui limite les applications de fabrication directe par frittage laser.

Concernant les procédés en vue d'obtenir des pièces métalliques denses, il y a principalement deux groupes de technologies additives : par lit de poudre et par projection de poudre/fil. Ce sont les technologies de fusion de lit de poudre par un faisceau d'électrons développées en 1997 (commercialisées en même temps par Arcam) et par un faisceau laser développée en 2001. Le schéma principal de ces technologies est présenté sur la Figure 1.10 (a, b). Tout d'abord, il faut déposer et étaler une fine couche de poudre sur un piston de fabrication qui peut descendre ou monter le long de l'axe Z. La poudre brute vient du piston. Elle est étalée par un rouleau ou un couteau. Lorsqu'une couche est terminée, le plateau de fabrication descend d'un incrément de hauteur d'une couche et une nouvelle couche de poudre est préparée. Le procédé de rechargement se répète couche par couche jusqu'à l'obtention de la pièce complète.

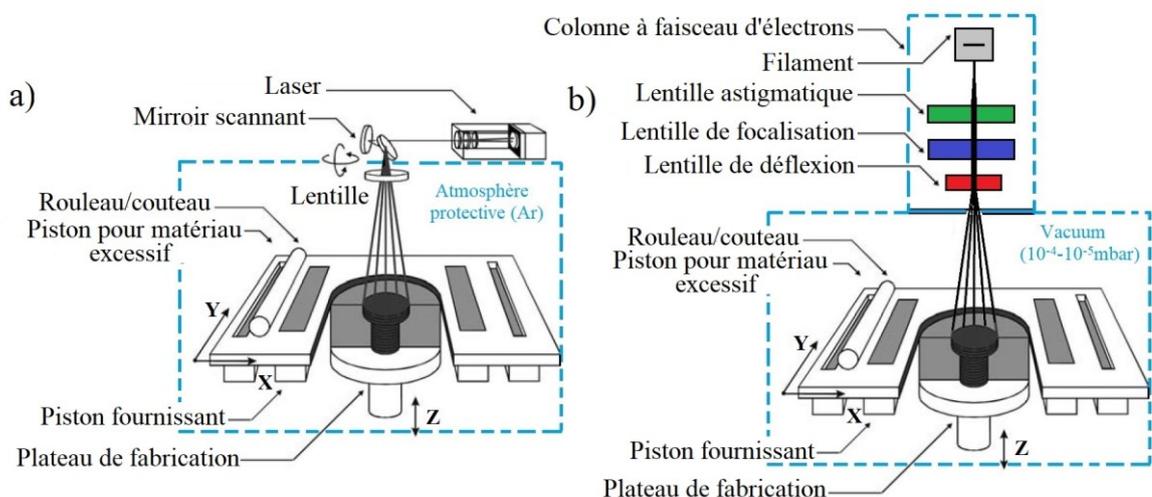


Figure 1.10 – Schéma de principe fabrication par fusion sur lit de poudre à l'aide d'une source laser (a) et d'une source électronique (b)

Tandis que le chemin de préparation de poudre est le même pour les deux technologies, une seule différence consiste en la source de chaleur et, par conséquent, le système de génération et de déplacement soit du faisceau laser, soit du faisceau d'électrons. La présence d'atmosphère gazeuse est gênante pour le faisceau d'électrons qui peut interagir avec les molécules du gaz en réduisant l'efficacité de rechargement. C'est pourquoi un vide poussé (10^{-4} - 10^{-5} mbar) doit être maintenu dans l'enceinte de fabrication. La réalisation du vide prend du temps ; en revanche, le système magnétique de déplacement du faisceau n'a pas d'inertie et est donc plus rapide que celui du laser. Parmi les autres avantages de la fusion par faisceau d'électrons on peut noter la possibilité de fusionner les matériaux réactifs comme le titane bien plus sûrement que dans l'air ou même en atmosphère inerte (alliages titaniques). En conséquence, la qualité métallurgique des pièces est meilleure car elles sont peu oxydées. Le rechargement par fusion laser est lui aussi effectué dans une chambre remplie de gaz inerte comme l'argon. Néanmoins, il y a des fournisseurs de machines SLM, par exemple FITEL (Japon), qui actuellement proposent le rechargement sous vide [SAT2016]. Toutes les technologies de fusion par lit de poudre ont également une option de préchauffage visant à réduire les contraintes résiduelles générées pendant le procédé et qui normalement sont assez élevées. En comparant ces deux technologies, un faible niveau de contraintes peut être atteint par utilisation du faisceau d'électrons [MER2006].

L'autre procédé de fabrication additive capable de recharger une pièce métallique dense est la fusion par projection de poudre ou par le dépôt de fil montrée sur la Figure 1.11 (a, b). Une source de chaleur, normalement un faisceau laser, un faisceau d'électrons ou un arc électrique, vient fondre le substrat métallique afin de créer un bain fondu. La poudre, injectée coaxialement ou latéralement au faisceau laser, fond dans le bain et, ainsi, au cours du déplacement et d'injection simultanés, vient se former un cordon qui se lie au substrat. Plusieurs cordons rechargés au même niveau de la tête laser en axe Z forment une couche. Une pièce finale est ainsi fabriquée cordon par cordon et couche par couche en répétant le rechargement, piloté par un programme informatique. La même technique s'applique pour la fusion de fil, qui normalement se dépose latéralement au faisceau laser (Figure 1.11 (b)) ou à une autre source de chaleur.

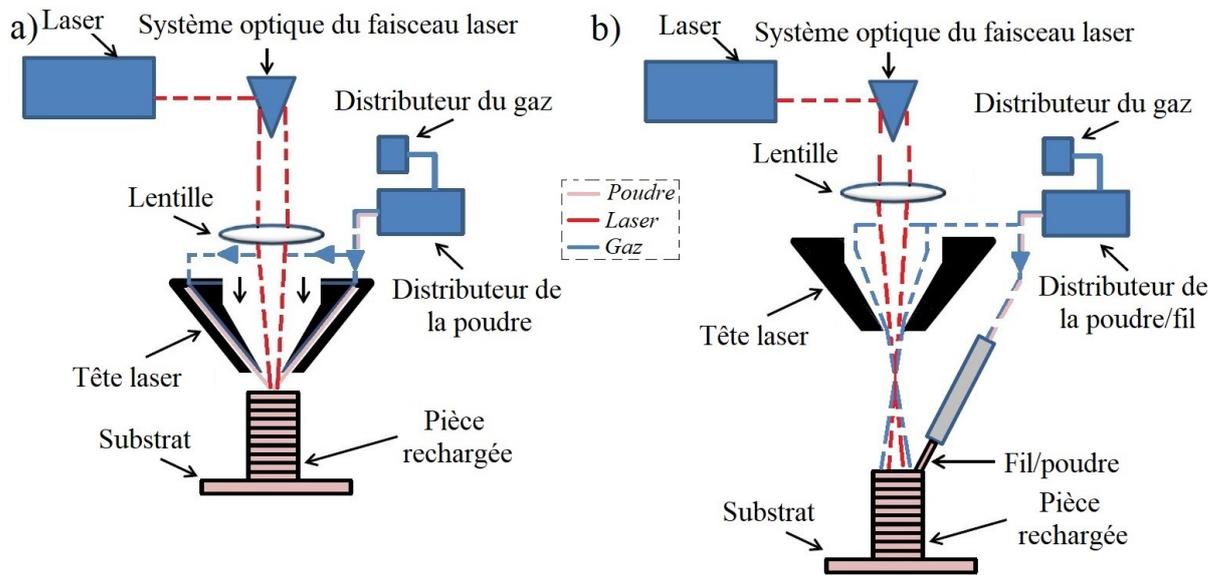


Figure 1.11 – Schéma de principe de fabrication par fusion de poudre injectée coaxialement (a) et de fil/poudre injectée latéralement (b)

Il est important de noter que, parmi tous les procédés additifs, la productivité de la fusion par dépôt de fil est maximale et peut atteindre 10 kg/h [WIL2016]. En revanche, la complexité des pièces est restreinte du fait du dépôt/injection latéral [NGO2018]. En plus, la qualité de surface et la précision dimensionnelle sont faibles [GIB2015, FRA2014]. Un compromis entre la productivité du procédé et la précision/complexité accessible est possible pour la fusion de poudre injectée coaxialement au faisceau laser. Grâce à cette injection coaxiale (Figure 1.11 (a)), le rechargement en mode « multiaxial » est possible, ainsi que la réparation de surfaces usées. Il est certain que les caractéristiques d'un procédé additif telles que la productivité et la précision dépendent des paramètres « locaux » qui décrivent le procédé de rechargement lui-même. En tous cas, nous nous permettons de noter les valeurs typiques pour les technologies mentionnées ci-dessus et les comparer entre elles dans le Tableau 1.2. Il est à noter que des technologies telles que la fusion sur lit de poudre et le rechargement par le dépôt de fil ont déjà été brevetées pour des réalisations pratiques. Par exemple, le rechargement par projection de poudre a été initialement inventé et commercialisé par Optomec (USA) en 1998 et s'appelle « Laser Engineered Net Shaping (LENS) ». Deux ans plus tard la technologie « Laser Metal Deposition (LMD) » est apparue.

Tableau 1.2 – Comparaison des procédés pour la fabrication additive [GIB2015]

Technologie	Volume pour fabrication (mm)	Précision (μm)	Productivité	Source d'énergie
Frittage laser (Selective Laser Sintering (SLS))	275 x 275 x 420 (3D Systems)	80-250	< 105 cm ³ /h (4 sources) [NGO2018]	< 500 W, laser fibre
Fusion par faisceau d'électrons (Electron Beam Melting (EBM))	350 x 350 x 430 (Arcam)	300-400	< 120 cm ³ /h	3-6 kW faisceau d'électrons
Fusion de lit de poudre (Selective Laser Melting (SLM), DMLS)	250 x 250 x 350 (Renishaw)	80-250	< 150 cm ³ /h (4 sources)	< 500 W, laser fibre
Rechargement par dépôt de fil (injection latérale) (WAAM)	762 x 483 x 508 (Sciaky)	1000	< 10 kg/h	>40 kW arc basé à plasma
Rechargement par projection de poudre (LENS, LMD, DMD)	900 x 1500 x 900 (Optomec)	250	< 0.5 kg/h	1-3 kW, laser fibre

1.2.4 Paramètres du procédé

Comme il a été déjà constaté, les moules d'injection plastique peuvent être fabriquées soit par la fusion de lit de poudre (SLM) soit par son injection coaxiale (LMD ou LENS). Tous ces procédés peuvent être caractérisés par trois groupes de paramètres:

- **Les paramètres du faisceau laser** - la puissance et le diamètre du spot laser;
- **Les paramètres de l'ajout de poudre** – l'épaisseur d'une couche pour le SLM et le débit de poudre pour le LMD ou LENS;
- **Les paramètres de déplacement relatif** – la vitesse de déplacement d'un faisceau laser ou d'un substrat (LMD/LENS), la vitesse de balayage (SLM) et la stratégie (trajectoire) de déplacement.

Il est à noter, que le rechargement laser prévoit aussi les autres solutions technologiques, par exemple, un ajout de gaz inerte (Argon) afin de couvrir le bain fondu et d'éviter l'oxydation notamment pour les procédés LMD ou LENS. Cet ajout de gaz est normalement caractérisé par son débit en *l/min*. Pour réduire les contraintes résiduelles, le préchauffage d'un substrat peut être appliqué dans toutes les technologies – la température est donc un paramètre variable. En SLM cette approche est disponible sur la plupart des machines industrielles, ce qui n'est pas le cas en LMD. Finalement, le mode de fonctionnement de la source laser, ainsi que la distribution d'énergie, sont aussi des paramètres secondaires qui impactent la déposition d'un matériau.

Dans chaque première étude de procédés de rechargement, il est cependant préférable de prendre en compte les paramètres « basiques ». Ces paramètres groupés ci-dessus sont les plus

importants qui définissent les résultats de rechargement. Ils peuvent être considérés séparément afin d'effectuer une étude paramétrique du procédé mais, également, l'étude de sa combinaison est essentielle vis-à-vis de la qualité des échantillons rechargés [TOY2004]. Les paramètres combinés dépendent généralement du type de rechargement (LMD ou SLM) et d'une source laser (à mode continu ou à mode pulsé). Dans le cadre du présent manuscrit, nous nous concentrons sur les sources à mode continu car elles sont plus « productives » et donc plus intéressantes pour l'industrie. Cependant, il est à noter que le mode pulsé peut offrir une microstructure et des propriétés mécaniques améliorées [TOY2004].

Pour toutes les technologies additives, on peut classer les paramètres combinés en deux groupes – les paramètres énergétiques et massiques. Le rechargement par injection de poudre (LMD) se caractérise normalement par la densité d'énergie fournie par unité de surface E_s (J/mm², Eq. 1.1) avec v la vitesse de déplacement relatif, d le diamètre du spot laser et P la puissance. Steen (2004) ont montré que l'apparition de cordons discontinus ou continus est bien corrélée avec cette densité d'énergie [TOY2004]. La densité d'énergie E_s présente également la densité surfacique en J/mm². Autrement dit, elle représente une quantité de chaleur déposée par unité de temps à l'intérieur du spot laser.

$$E_s = P/v \cdot d \quad (\text{Eq. 1.1})$$

D'un autre côté, la profondeur fondue au sein d'un substrat ou d'une couche précédente peut être établi par l'apport énergétique E défini par Equation 1.2 (Eq. 1.2).

$$E = P/v \quad (\text{Eq. 1.2})$$

Certains chercheurs utilisent toujours l'équation 2.1 pour décrire le procédé de fusion par lit de poudre (SLM) [CAS2015], mais assez souvent ces procédés se caractérisent par la densité volumique d'énergie E_v (J/mm³, Eq. 1.3) avec h l'épaisseur d'une couche [JAG2017]. Parfois, le diamètre du spot laser d peut être remplacé par la distance h_c entre deux cordons adjacents [MUT2017, KAR2016].

$$E_v = P/v_b \cdot d \cdot h \quad (\text{Eq. 1.3})$$

Comme il a été déjà constaté, les procédés SLM ne nécessitent que l'épaisseur d'une couche h en tant que le paramètre qui définit l'ajout de matériau. Néanmoins, pour prendre en compte le débit de poudre q dans le procédé LMD ou LENS, il est nécessaire de considérer tout d'abord un

apport massique Q (g/mm, Eq. 1.4). Pour mieux expliquer et justifier les résultats de rechargement, les autres paramètres « massiques » peuvent être introduits à partir de l'équation 1.4: la densité de poudre Q_p (g/mm², Eq. 1.5) et la densité spécifique Q_s (J/g, Eq. 1.6) [KAR2016]. Par exemple, l'expression de la densité de poudre Q_p définit également une condition de cordon continu ainsi que la dilution minimale (Fig. 1.12) pour certains matériaux [DRA1986]. Autre exemple c'est la densité spécifique Q_s (J/kg) qui fait une liaison entre l'apport énergétique E et l'apport massique Q .

$$Q = q/v \tag{Eq. 1.4}$$

$$Q_p = q/v \cdot d \tag{Eq. 1.5}$$

$$Q_s = E/Q = P/q \tag{Eq. 1.6}$$

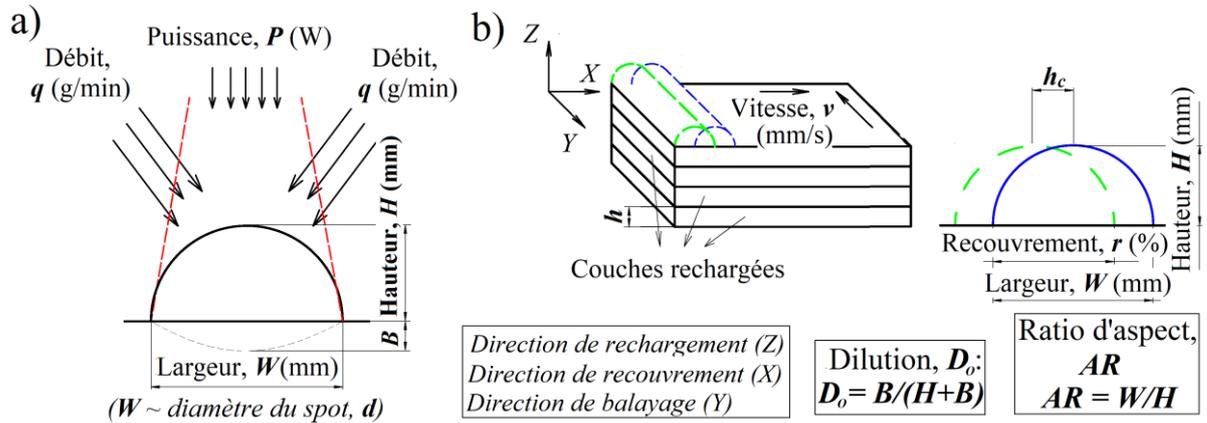


Figure 1.12 – Paramètres du procédé de rechargement d'un simple cordon (a) et d'une structure 3D (b)

Tous les paramètres du procédé de rechargement sont présentés sur la Figure 1.12, particulièrement, les paramètres d'un seul cordon du point de vue 2D et les paramètres de son emplacement dans l'espace 3D ainsi que les directions lors de rechargement. Comme il a été déjà indiqué, le débit q est typique pour les procédés LMD tandis que l'épaisseur d'une couche h pour SLM. Le recouvrement r ou la distance h_c définissent l'emplacement des cordons dans les procédés LMD et SLM respectivement.

Parmi les paramètres géométriques importants qui expriment la qualité de dépôt, on peut noter le ratio d'aspect AR et la dilution D_o (Fig. 1.12). Pour assurer une liaison « cordon-substrat » assez fort, il est recommandé de prévoir un ratio $AR \geq 3$ et plus [JUN2015]. En même temps il faut prévoir une dilution minimale afin de minimiser un mélange métallurgique notamment entre le

substrat et la première couche. Ce changement de composition peut réduire la durabilité du joint et il est donc nécessaire d'avoir une composition homogène.

1.2.5 Sources d'émission laser pour les technologies additives

Comme nous l'avons déjà constaté dans les paragraphes précédents, les technologies additives ont besoin d'une source de chaleur afin de créer un bain où le matériau, introduit sous forme de poudre ou de fil, va fondre. En couplant la source de chaleur avec le déplacement en trois dimensions selon un modèle CAO, une pièce fonctionnelle peut être fabriquée. Dans ce chapitre nous n'allons pas présenter les principes de fonctionnement de chaque source de chaleur, mais nous nous concentrerons surtout sur ses aspects technologiques.

Parmi les sources de chaleur, on peut souligner d'une part les sources électroniques qui forment soit un faisceau d'électrons bien focalisé, soit un arc de plasma, soit un arc électrique et d'autre part les sources basées sur l'émission laser. Généralement, la source électronique permet d'effectuer le rechargement de pièces complexes à haute vitesse de déplacement (> 1000 m/s) du faisceau d'électrons en maintenant une haute précision (Tableau 1.2). D'un autre côté, le faisceau électronique ne peut pas être focalisé à un diamètre inférieur à $200 \mu\text{m}$ et sa pénétration dans une couche de poudre est assez faible. Il faut donc prévoir une épaisseur d'une couche d'au moins $50 \mu\text{m}$ et la poudre utilisée dans le procédé EBM est normalement plus grosse que pour la technologie SLM [WYS2017]. Cela réduit évidemment la précision dimensionnelle et augmente la rugosité du procédé de rechargement.

En revanche, une source laser n'a pas ces limitations : le faisceau se focalise jusqu'à $30 \mu\text{m}$ et l'épaisseur minimale d'une couche est $20 \mu\text{m}$. La productivité faible du procédé de fusion laser par lit de poudre est compensée par certains fournisseurs qui ont rajouté jusqu'à quatre sources laser [REN2021]. Le seul désavantage des sources laser ou électronique est leurs coûts assez élevés, qui limite drastiquement le coût d'équipement de fabrication additive. Néanmoins, il existe un choix plus économique et productif : le rechargement par dépôt de fil. Mais sa précision et la qualité des pièces rechargées sont loin de valeurs voulues pour la fabrication des moules d'injection qui est le contexte de ce travail de thèse.

Pour l'instant, la source laser a le meilleur potentiel grâce à ses avantages notés ci-dessous et cela se traduit dans la croissance annuelle de la fabrication additive (Figure 1.13, [LEE2017]). Le laser est une source flexible et efficace qui peut être focalisée à un petit point de quelques

dizaines de microns et qui permet de fabriquer des pièces complexes. Mais pour chaque pièce à fabriquer, il faut bien choisir le mode de fonctionnement et les paramètres du laser.

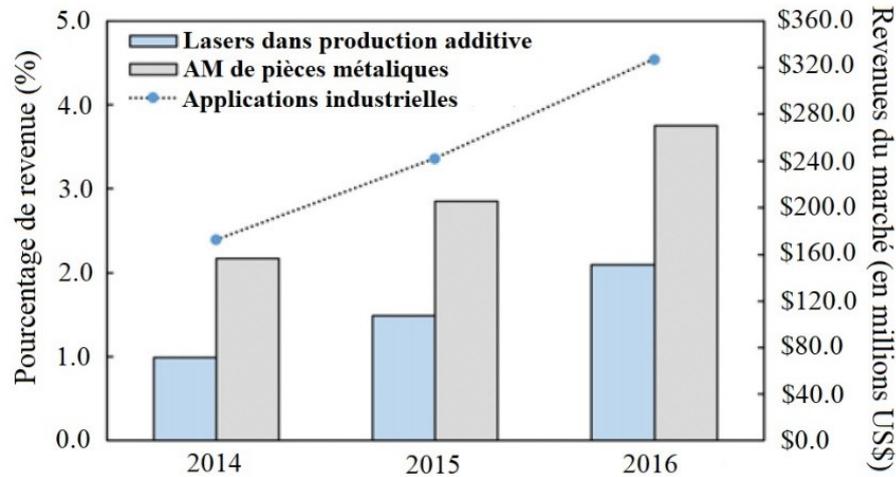


Figure 1.13 – Chiffre d'affaires du marché et proportion de lasers par rapport à la fabrication additive, [LEE2017]

Il s'agit maintenant de considérer les types possibles de lasers. Par exemple, le laser à gaz et, notamment, à dioxyde de carbone (CO_2) possède une longueur d'onde de $10.6 \mu\text{m}$. C'est le premier type de laser découvert en 1964, qui est utilisé dans de nombreuses applications industrielles (perçage, coupage etc.) grâce à son efficacité jusqu'à 20%, simplicité et haute puissance jusqu'à 20 kW [MAJ2013]. Dans ce contexte, l'efficacité se définit comme le ratio entre la puissance optique disponible en sortie à la puissance électrique consommée. Sa simplicité permet de l'utiliser en tant que source relativement peu chère et fiable. En revanche, du fait de sa longueur d'onde, le rechargement de pièces métalliques n'est pas technologiquement logique. En effet, l'absorption d'un faisceau laser par le matériau et donc l'efficacité thermique du procédé dépendent de la longueur d'onde. Les Figures 1.14 (a, b) présentent les valeurs typiques d'absorption laser par les matériaux métalliques et non-métalliques [LAZ2010]. Selon ce graphique, le rechargement des pièces métalliques est thermiquement plus efficace en utilisant les lasers de longueur d'onde de quelques microns. Les lasers CO_2 sont cependant recommandés pour des pièces non-métalliques.

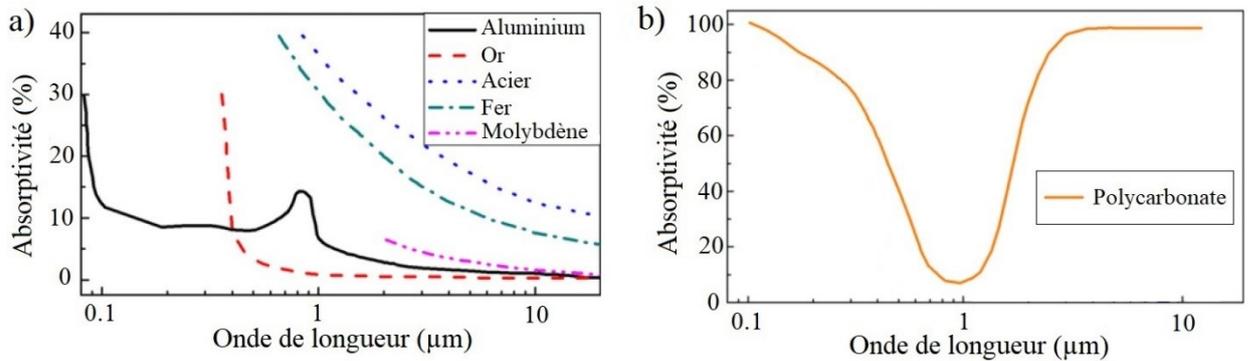


Figure 1.14 – Absorptivité de l'émission laser selon les matériaux : métalliques (a) et non-métalliques (b), [LAZ2010]

Les lasers ayant une longueur d'onde de quelques microns sont normalement les lasers à l'état solide. Autrement dit, ce sont les lasers dont le milieu actif est solide. Par exemple, les premiers lasers relativement efficaces dans l'industrie sont les lasers Nd :YAG, dont le milieu est un barreau cristallin de grenat d'aluminium et d'yttrium. Cependant, son efficacité ainsi que la durée de vie sont faibles et dépendent de la source de pompage. L'efficacité jusqu'à 30% et la haute précision sont actuellement accessibles avec les lasers à fibre [LEE2017]. Ici le milieu amplificateur est une fibre optique dopée avec des ions de terres rares, par exemple, ytterbium à la longueur d'onde 1.06 μm.

La qualité du traitement thermique est le facteur clé dans la fabrication additive. Cela implique la précision et la répétabilité de rechargement au niveau de plusieurs couches et jusqu'à la fin de procédé. Ils dépendent en premier lieu de la résolution spatiale qui est définie par le diamètre minimal du spot laser, et en second lieu par la capacité à focaliser le faisceau laser. Tous ces paramètres peuvent être expliqués par une seule caractéristique d'un faisceau qui s'appelle « Beam Parameter Product » ou simplement *BPP* (Eq. 1.7).

$$BPP = w_0 \cdot \theta \quad (\text{Eq. 1.7})$$

Ici w_0 est le rayon d'un faisceau mesuré à son origine et θ est le demi-angle d'ouverture du faisceau depuis son origine. Le schéma d'un faisceau laser et les valeurs de *BPP* différentes sont présentés sur la Figure 1.15 (a) et la Figure 1.15 (b) respectivement. Il est à noter que cette définition d'un faisceau est applicable aux faisceaux dits gaussiens, c'est-à-dire dont l'évolution du profil transversal d'amplitude en fonction de la propagation spatiale est proportionnelle à une fonction gaussienne. Les faisceaux de *BPP* assez bas (mais $> 0.339 \text{ mm} \cdot \text{mrad}$) peuvent être

focalisés au spot le plus petit, et du coup de hautes densités d'énergie et une haute résolution spatiale sont réalisables.

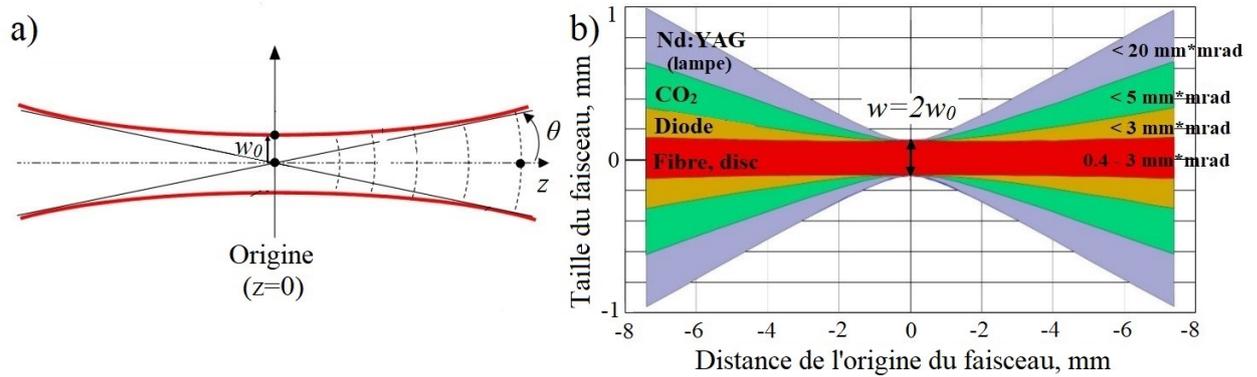


Figure 1.15 – Schéma d'un faisceau Gaussien (a) et variation de BPP parmi les sources lasers (b), [MAJ2013]

La qualité d'un faisceau laser peut être également estimée sans considérer la longueur d'onde. Cela représente le facteur M^2 qui est défini par l'Equation 1.8. Simplement, c'est la valeur de BPP du faisceau réel divisée par la valeur de BPP_0 d'un faisceau idéal ou gaussien, égale à λ/π où λ est la longueur d'onde. Des sources, différent par leurs valeurs typiques de facteur M^2 et de BPP , sont présentées sur la Figure 1.16 [RPP2018].

$$M^2 = BPP/BPP_0 = BPP \cdot \pi/\lambda \quad (\text{Eq. 1.8})$$

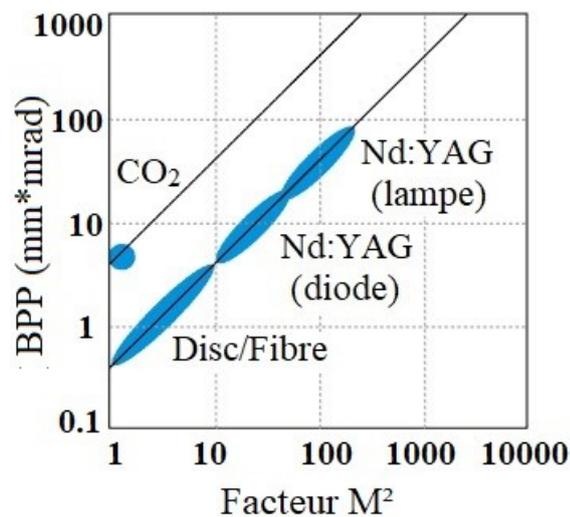


Figure 1.16 – Qualité de faisceau de lasers industriels, [RPP2018]

Il y a d'autres types de laser à l'état solide qui ont des bonnes efficacité et qualité du faisceau. Ce sont le laser à disque et le laser à semi-conducteur, mais ils ne sont pas fréquemment

utilisés dans le domaine des technologies additives. Pour la fabrication de moules d'injection, il est donc préférable de choisir le laser à fibre qui est très efficace et fiable.

1.2.6 Les verrous principaux de la fabrication additive

Malgré tous les avantages et les perspectives des sources lasers et des technologies additives elles-mêmes, l'application industrielle de la fabrication additive de moules d'injection est drastiquement retardée. Nous allons décrire ci-dessus les verrous majeurs qui apparaissent en phase de rechargement industriel et qui doivent être bien maîtrisés.

Le premier verrou est lié à l'anisotropie des propriétés mécaniques des pièces rechargées, qui fait l'objet de nombreux articles [ZHU2015, MOO2018]. Il est clair que chaque domaine de l'industrie, soit l'aérospatiale soit l'automobile, demande un niveau acceptable de propriétés mécaniques, une homogénéité et une répétabilité du procédé. Du fait de la complexité physique du procédé de rechargement, il n'est pas encore complètement maîtrisé. En effet, la fusion laser couplée avec le déplacement relatif génère des champs thermiques non-uniformes qui provoquent des transformations microstructurales et provoquent aussi des instabilités dans le bain fondu, par exemple l'effet Marangoni. Cette hétérogénéité thermique est causée par la non-stationnarité du système de lasage liée à la puissance de laser et du système de déplacement. En plus, le dépôt de matériau n'est pas idéalement stabilisé, notamment, pour les procédés de fusion par l'injection de poudre/fil et le matériau lui-même des propriétés variables, par exemple, dans une granulométrie de poudre [WAN2020]. La décomposition d'un modèle CAO en plusieurs couches et la stratégie de remplissage ont également des discontinuités à cause d'interpolations et de trajectoires complexes dans un code généré pour la machine [PIN2015].

Parmi les solutions qui servent à réduire l'anisotropie des pièces, on peut souligner les interventions effectuées au cours du procédé, autrement dit les procédés « on-line ou in-situ » hors du procédé de rechargement. Les méthodes dites « offline » sont recommandées avant ou après de chaque rechargement. Par exemple, l'optimisation ou la correction de paramètres de lasage [JU2018], l'amélioration d'un modèle CAO [PIN2015] et de la stratégie de rechargement [TAB2014]. Ces manipulations peuvent être bien effectuées après l'inspection d'une pièce rechargée grâce à techniques différentes de métrologie et d'analyse (microscopie, rayons X etc.). D'un autre côté, les méthodes in-situ contrôlent les paramètres d'une machine tels que la puissance, le débit de poudre et la vitesse selon les données acquises lors du procédé. Cette approche permet de réduire les instabilités générales des paramètres de lasage (puissance, vitesse...) et d'ajuster en temps réel un de ces paramètres afin d'éviter les défauts et d'améliorer

la précision et la répétabilité [MUL2013]. Parmi les paramètres à contrôler on peut choisir la géométrie d'une pièce ou d'un bain fondu, la température, la microstructure etc. En plus, le contrôle géométrique et thermique multisensoriel semble efficace et nécessaire pour la fabrication d'une pièce [CHA2019]. L'utilisation d'un système in-situ et donc vivement recommandée pour le rechargement au sein d'industrie et notamment pour les moules d'injection.

Le deuxième verrou est relatif aux contraintes résiduelles générées lors du procédé additif. Selon leurs définitions, les contraintes résiduelles sont des contraintes multiaxiales équilibrées qui ont lieu en l'absence de tout chargement extérieur à la température uniforme. Ce sont les contraintes générées par des hétérogénéités de température, déformation plastique ou transformations structurales de la matière. Selon l'échelle considérée, on peut classiquement distinguer trois ordres de ces contraintes (Figure 1.17 (a), [WIT2001]) :

- Les contraintes résiduelles du premier ordre σ^I se produisent à l'échelle macroscopique : elles sont équilibrées sur toute longueur d'une structure et peuvent causer les déformations importantes de la pièce ;
- Les contraintes du deuxième ordre σ^{II} , de l'échelle micronique à millimétrique, apparaissent entre les grains. Elles sont équilibrées au niveau de quelques grains. Ces contraintes sont normalement présentes dans toutes les structures polycristallines du fait de l'orientation différente des grains et de leurs anisotropies élastique et plastique inhérente [WIT2001];
- Les contraintes du troisième ordre σ^{III} ont lieu à l'échelle atomique et sont causées par les défauts intergranulaires tels que les dislocations, des lacunes ou des atomes « étrangers » qui déforment un treillis cristallin.

Les contraintes résiduelles peuvent avoir plusieurs origines, parmi lesquelles on peut noter les gradients de température générés lors d'un procédé de fabrication qui causent les contraintes thermiques; la déformation plastique et la transformation de phases. Des contraintes résiduelles de traction en surface des pièces sont les plus dangereuses car elles facilitent l'amorçage de fissures et augmentent le risque de rupture en service par fatigue. Il est donc parfois recommandé de pratiquer un traitement additionnel soit thermique soit mécanique afin de créer en surface des contraintes en compression qui vont avoir un effet bénéfique en retardant la fissuration.

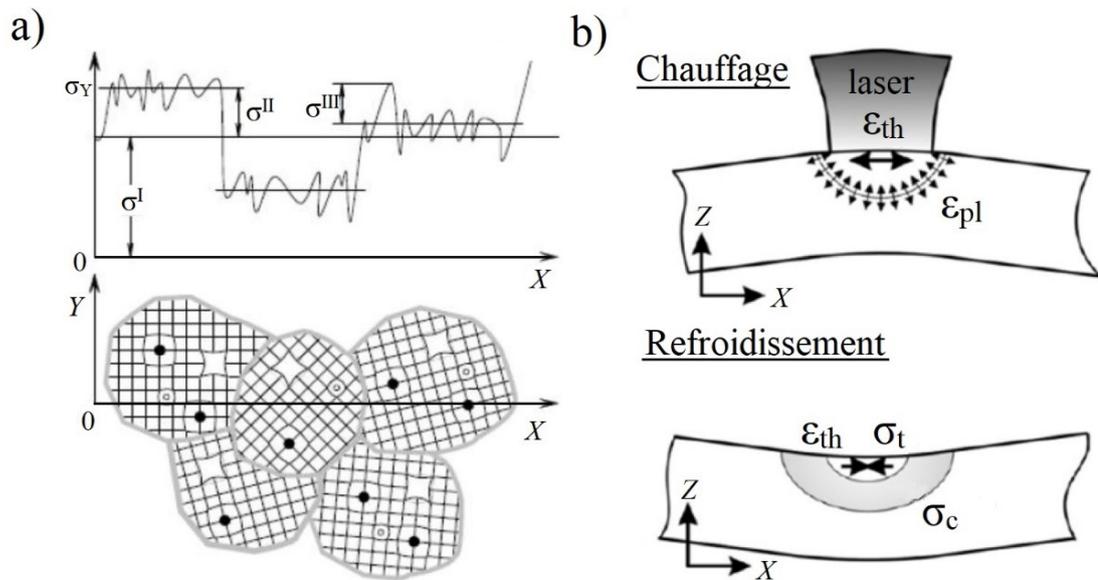


Figure 1.17 – Types de contraintes résiduelles (a) et génération de contraintes lors de lasage (b), [WIT2001, MER2006]

Les technologies additives de matériaux métalliques créent des contraintes résiduelles issues de l'histoire thermique assez compliquée, qui inclut les gradients thermiques forts lors du rechargement et du refroidissement des dernières couches fondues [MER2006]. Cette distribution non-uniforme de la température cause aussi des transformations de phases qui compliquent l'étude des cas particuliers.

Sous hypothèse d'une absence de changement de phases, le mécanisme de génération de contraintes thermiques est schématiquement montré sur la Figure 1.17 (b). Tout d'abord, la source laser génère un gradient thermique en chauffant rapidement la partie du matériau, par exemple, une couche précédente. L'expansion ϵ_{th} de la couche chauffée induit une contrainte de compression liée à une déformation élastique ϵ_{el} dans cette zone. Lorsque la limite d'élasticité du matériau est atteinte cette partie sera comprimée plastiquement en créant la déformation plastique ϵ_{pl} . Lors du refroidissement, la partie plastiquement comprimée commence à se contracter ϵ_{th} . Le matériau extérieur limite aussi cette contraction en induisant la contrainte de traction dans la couche supérieure et des contraintes de compression dans les couches du dessous. A contrario, avec la présence de changements de phase, le raisonnement précédent ne fonctionne plus. Lors de la transformation d'une phase en une autre phase, les masses volumiques peuvent croître ce qui tend à induire localement un état compressif ou décroître ce qui favorise un état local de tension.

L'optimisation ou réduction des contraintes résiduelles est obligatoire dans la technologie additive considérée parce qu'elles peuvent atteindre et même dépasser la limite élastique d'un

matériau en causant la rupture d'une pièce. Par exemple, la jonction entre la pièce rechargée chaude et son substrat froid est une zone critique où des contraintes très élevées peuvent apparaître [MER2006, BEL2013]. Après le détachement d'une pièce finie, des distorsions sévères peuvent être générées par le rééquilibrage des contraintes. En plus, les contraintes résiduelles sont l'un des facteurs définissant la tenue en fatigue de pièces comme les moules d'injection dans la notion d'intégrité de surface [REC2008]. Han (2020) ont montré que les contraintes résiduelles sur la surface d'un canal sont maximales et, évidemment, ils jouent un rôle important dans la tenue en fatigue [HAN2020]. Les contraintes résiduelles de compression en surface sont bénéfiques pour la tenue en fatigue, cependant, il faudrait également prendre en compte les contraintes sous la surface. Les contraintes en compression plus profondes peuvent mieux retarder la propagation de fissures récemment amorcées [CHO2014].

D'après la littérature, il est possible de réduire les contraintes critiques, par exemple, par un post-traitement thermique pour certains matériaux [CHA2021] et par l'optimisation de paramètres de rechargement [SAB2020]. Ces deux approches sont disponibles et populaires pour toutes les technologies additives. Le détentionnement par un préchauffage du substrat est normalement intégré dans toutes les machines SLM et facile à utiliser [WAQ2022], néanmoins, le préchauffage du substrat a été également effectué pour relâcher les contraintes dans les procédés LMD [ZHA2014]. Autre approche, c'est la refusion laser lors du rechargement SLM [WEI2018, WAQ2022] et lors de la déposition directe (LMD) [YU2020]. Il est à noter que, malgré les travaux existants, le procédé de refusion est rarement appliqué en LMD pour réduire les contraintes résiduelles et parfois il n'est pas assez efficace [CHO2021]. Parmi les autres solutions on peut noter le travail de Yan (2018) qui ont proposé la méthode de réduction de contraintes grâce à la variation du profil de faisceau laser lors du rechargement LMD [YAN2018]. Lu (2021) ont constaté que les contraintes résiduelles peuvent être optimisées grâce au design spécial d'un substrat [LU2021]. Il faut noter que les contraintes issues du procédé de rechargement peuvent être ajustées ou alternées en appliquant : les post-traitements mécaniques tels que le galetage [GOR2022], grenailage [SAN2013], par un flux abrasif [HAN2020] ; finition magnétique [YAM2017] et l'ablation au laser [GUO2018].

Le troisième verrou c'est la porosité qui est un autre défaut typique pour les procédés additifs. Pendant le rechargement les pores peuvent apparaître du fait de vaporisation locale induite par la haute énergie, du fait d'emprisonnement du gaz protecteur ou transport et à cause de manque de fusion où l'énergie n'était pas suffisante. Les pores issues de la vaporisation sont sphériques dans un plan perpendiculaire à la direction de rechargement et allongées parallèlement à cette

direction. Les pores de gaz sont assez sphériques (facteur de sphéricité > 0.9) et de petites tailles (quelques microns). Les pores issues d'une manque de fusion sont irréguliers (sphéricité < 0.6) et de tailles jusqu'à $70 \mu\text{m}$ [SVE2021]. La porosité est un point critique pour les propriétés mécaniques et, notamment, pour les applications avec une tenue en fatigue exigée, particulièrement, si ces pores sont proches des surfaces fonctionnelles car ils peuvent amorcer les fissures et favoriser sa propagation [HAN2020, BRA2021]. En plus, les pores irréguliers peuvent concentrer les contraintes [SVE2021]. La quantité de pores peut être diminuée tout d'abord par l'optimisation des paramètres de rechargement (cependant certains matériaux sont toujours difficiles à recharger sans porosité/fissuration, par exemple une céramique). Autre approche, c'est le procédé de refusion laser utilisable soit pour le procédé SLM [WEI2018] soit pour le procédé LMD [PAE2022]. La porosité peut être aussi diminué en contrôlant la composition et la qualité des poudre afin de réduire la teneur en oxygène et de minimiser la quantité de particules non-sphériques [LEU2019]. Le procédé de pressage isostatique à chaud (HIP) diminue également la porosité en tant qu'un post-traitement [KOB2001]. Le HIP est cependant très onéreux.

Le dernier verrou principal du fait de la nature des technologies additives est l'état de surface rugueux de pièces rechargées. Lors du rechargement laser, les procédés de fusion et de solidification généralement ne sont pas uniformes et homogènes du fait de l'histoire thermique qui diffère d'une couche à l'autre. Avec les autres phénomènes physiques qui causent des instabilités, cela induit une variation de bain fondu à chaque passage. En plus, du fait de l'apport de poudre pour certains procédés, quelques grains se collent sur une surface déjà préchauffée en augmentant sa rugosité [ROM2013]. Par exemple, pour les procédés de fusion par injection de poudre, la rugosité de surface R_a peut atteindre $20...30 \mu\text{m}$. En même temps, la hauteur des irrégularités (rugosité au niveau macroscopique) R_t est de l'ordre de $150...200 \mu\text{m}$ [ZH2019]. Dans les procédés de fusion par lit de poudre, ces valeurs sont moindres ($R_a = 6...11 \mu\text{m}$ [KOU2018]) mais elles sont toujours loin d'une valeur acceptable pour le domaine industriel. Généralement, une rugosité élevée concentre localement les contraintes et favorise l'amorçage de fissures, notamment sous chargement cyclique [KOU2018]. Concernant les moules d'injection, la rugosité des canaux internes est aussi un facteur important qui impacte leur tenue en fatigue. D'après Günther (2018) la rugosité de surface des canaux ainsi que les pores surfaciques ou proches de la surface sont les points de départ de la fissuration lors de chargements cycliques. Particulièrement, les auteurs ne rapportent pas les valeurs critiques de rugosité « interne » pour l'alliage de TiAl_6V_4 , mais, dans l'estimation de propagation d'une fissure, ils ont pris la valeur typique de $25 \mu\text{m}$ pour les procédés SLM. En plus, la tenue en fatigue des pièces avec les petits canaux de 1 mm est meilleure par rapport aux canaux de 2 mm . Ils ont également constaté que, plus il y a de canaux dans une

éprouvette, plus sa tenue en fatigue décroît. Pour avoir la meilleure durabilité à la limite d'endurance > 600 MPa, le post-traitement des canaux ainsi que le pressage isostatique sont nécessaires [GUN2018]. La même conclusion a été faite dans l'étude de Kasperovich et Hausmann (2015) – les pièces en $TiAl_6V_4$ issues de rechargement laser ont une tenue en fatigue pas suffisante pour certaines applications. Si le traitement des canaux n'est pas prévu, la pièce n'est peut donc pas être utilisée sous les forts chargements cycliques [KA2015]. Leuders (2014) ont conclu que certains matériaux (acier 316L) ne nécessitent pas de post-traitement des canaux, mais cela dépend du type de chargement cyclique. Cependant, ils n'ont pas marqué les valeurs de la rugosité acceptables [LEU2014]. Han (2020) ont effectué l'analyse plus avancée par rapport à la tenue en fatigue de pièces en acier maraging 1.2709 rechargées par SLM. Ils ont constaté que la rugosité surfacique moyenne S_a de canaux en état « rechargé » est $7.7 \mu\text{m}$ et les contraintes en traction le long de canaux de $+17 \pm 11$ MPa. D'après les auteurs, la tenue en fatigue de pièces rechargées et non-traitées est moindre et nécessite le post-traitement des canaux tel que l'usinage par un flux abrasif (AFM) [HAN2020].

Du fait de la tenue en fatigue moindre de pièces « brutes », l'état de surface, notamment, des canaux internes doit être amélioré. Ils constituent le point critique vis-à-vis de la tenue en fatigue. Il est théoriquement possible d'améliorer la rugosité par l'optimisation des paramètres de rechargement, mais cette approche ne suffit pas pour arriver à une rugosité de quelques microns qui est visée par les canaux de moules. Il est donc nécessaire d'introduire une technologie additionnelle, soit l'usinage mécanique, soit la refusion laser [BRU2021]. La dernière approche permet de réaliser le post-traitement sur la même machine de rechargement en réduisant le temps de fabrication d'une pièce. Néanmoins, il y a actuellement des solutions hybrides par rapport aux procédés de rechargement et d'usinage en même temps. L'étude de ce procédé hybride a déjà été présentée dans un certain nombre d'articles, mais c'est un sujet relativement jeune et non-maitrisée. Par exemple, ils existent les travaux qui combinent le procédé SLM [DU2018] ou le procédé LMD/LENS/WAAM [FEL2021] avec les procédés d'usinage sur une seule machine. Afin d'optimiser et améliorer la technologie hybride de fabrication de pièces, notamment, les moules d'injection, plusieurs méthodologies ont été proposées par Mognol et Hascoët [LES2004, RIV2014]. Il est à noter que les canaux d'un moule peuvent être également traités par le procédé d'AFM [HAN2020]. Han (2020) ont rapporté que la rugosité surfacique S_a peut être réduite jusqu'à $1.8 \mu\text{m}$ grâce à cette technique. En plus, elle induit des contraintes résiduelles de compression de -108 ± 24 MPa le long des canaux, ce qui retardent la propagation d'une fissure [HAN2020].

En définitive, la distribution des contraintes résiduelles, l'état de surface de canaux internes ainsi que la microstructure locale définissent la tenue en fatigue des canaux de moules qui sont normalement soumis au chargement cyclique à haute température [FER2016]. L'impact de ces propriétés sur la tenue en fatigue doit être bien étudié. Il est évident que ces propriétés d'une pièce rechargée proviennent directement des paramètres de traitement laser (rechargement). L'optimisation de ces paramètres est également nécessaire pour maximiser la densité des pièces / minimiser leur porosité.

1.3 L'acier maraging 1.2709 pour fabrication de moules

L'acier maraging 1.2709 (18Ni-300 en classification américaine) est un acier martensitique qui peut être durci par précipitation structurale lors d'un traitement thermique de vieillissement. Cet acier est un bon candidat pour la fabrication des moules d'injection et pour d'autres domaines tels que l'aérospatiale et l'aéronautique grâce à une haute résistance mécanique, à une haute tenue en fatigue et à une bonne usinabilité. En outre, cet alliage est aussi intéressant pour les procédés additifs grâce à une bonne soudabilité [PER1970]. La résistance à la corrosion est moyenne comparée à celle des autres aciers proposés en fabrication additive comme l'acier inoxydable 316L [VAN2013].

Le Tableau 1.3 ci-dessous présente la composition chimique de l'acier maraging 1.2709 soit en état de poudre pour les procédés additifs, soit en état « brut ». Cet acier est d'un système binaire de Fe-Ni avec les autres éléments (Co, Ti, Mo, Al) qui permettent la formation des précipités intragranulaires après le traitement thermique. Il est à noter que l'élément d'alliage principal est le nickel. Cet acier est oxydable en environnement standard d'atelier, car il n'y a pas de chrome dans sa composition. En plus, sa teneur en carbone est faible. C'est pourquoi cet acier produit une martensite relativement douce mais qui peut être bien durcie par son vieillissement consécutif. Cela exclut un risque de fragilisation [BAN2017].

Tableau 1.3 – Composition chimique de l'acier maraging 1.2709

Élément d'alliage	Fe	Ni	Co	Mo	Ti	Al	Cr	Mn	Si	C	P
% masse	Bal.	17-19	8.5-9.5	4.5-5.2	0.6-0.8	0.05-0.15	<0.03	<0.01	<0.1	<0.03	<0.01

La martensite se forme lors du refroidissement du matériau depuis la température d'austénitisation selon la Figure 1.18 qui montre le diagramme métastable du maraging. On commence par un traitement d'austénitisation qui homogénéise la microstructure. Au cours du

refroidissement, la transformation martensitique commence vers 300-200 °C pour la plupart des aciers maraging. Autrement dit, ces aciers ont une microstructure martensitique à la température ambiante quelle que soit la vitesse de refroidissement. Les éléments dopants peuvent changer la température de transformation. Un seul élément qui augmente cette température est le cobalt. La présence de cobalt permet aussi d'ajouter les autres éléments nécessaires (Al, Mo, Ti) pour le durcissement structural [BAN2017]. La transformation martensitique est réversible mais du fait d'un large hystérésis, la transformation de martensite en austénite est retardée. Pour cette raison, un chauffage jusqu'à ~600 °C permet d'obtenir les phases intermétalliques importantes pour le durcissement.

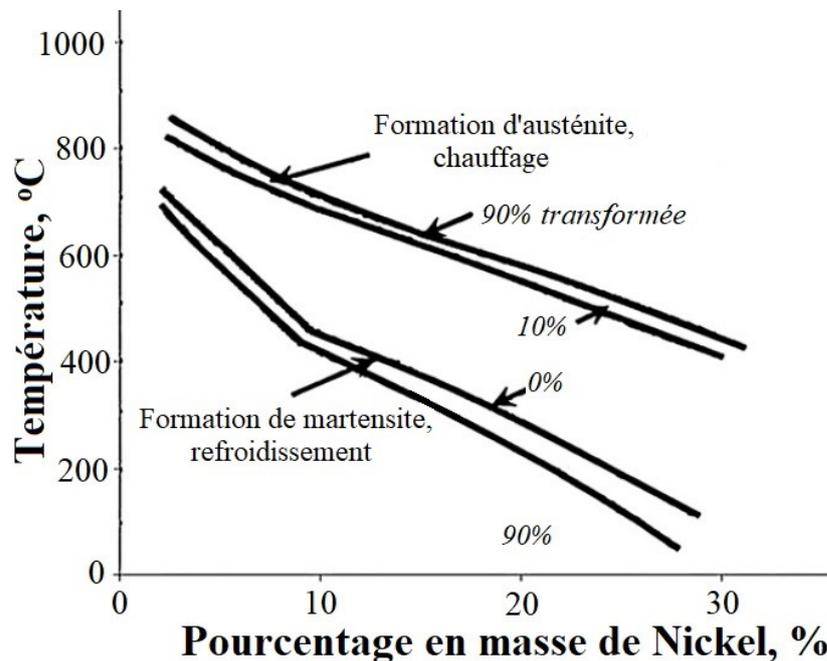


Figure 1.18 – Diagramme métastable d'acier maraging [BAN2017]

Généralement, deux traitements thermiques sont possibles pour l'acier maraging. Le traitement d'austénitisation est normalement appliqué à des températures comprises entre 815 et 825 °C pendant 1 h pour une pièce d'épaisseur 20 mm. Il provoque la mise en solution. Il est conseillé de prévoir une atmosphère de gaz inerte du fait de la dégradation chimique possible du maraging. Après ce traitement, les aciers maraging refroidissent jusqu'à la température ambiante. La martensite formée après ce procédé de refroidissement est soumise au vieillissement à une température comprise entre 480 et 550 °C pour une durée moyenne de 3 h. Au-delà on reformerait de l'austénite. La microstructure s'enrichit de précipités intermétalliques qui augmentent la microdureté jusqu'à 52-54 HRC (30 HRC à la mise en solution) ainsi que les autres propriétés mécaniques (la limite élastique de 1000-1100 MPa à 2000-2500 MPa, [KEM2011]).

1.4 Enjeu du projet OCIM3D

Comme il a été déjà évoqué, parmi les différentes technologies de fabrication des moules, les procédés additifs sont les plus prometteurs grâce à leurs capacités à produire des canaux complexes de refroidissement. Cependant, les verrous mentionnés dans le paragraphe 1.2.6 et qui sont typiques pour ce domaine de procédés, retardent l'application industrielle des technologies additives. Pour résoudre ce problème, les industriels doivent non seulement obtenir une compétence dans la conception de machines qui servent à recharger des pièces fonctionnelles ou des outillages comme les moules d'injection. Ils doivent surtout maîtriser les procédés de fabrication eux-mêmes.

Actuellement et dans le cadre du présent travail, l'ensemble des laboratoires du consortium permettent d'étudier ces phénomènes scientifiques afin d'optimiser la durabilité de produits, notamment, la tenue en fatigue. Particulièrement, le laboratoire LAMCOS (INSA Lyon) maîtrise les procédés de soudage, le laboratoire MATEIS (INSA Lyon) est un expert dans le traitement thermique est dans les phénomènes métallurgiques et, finalement, le laboratoire LTDS (ENISE Saint-Etienne) qui travaille avec les procédés de fusion de poudres. D'un point de vue technique, le partenariat avec la société PCI-TT (Saint-Etienne) permet d'utiliser la machine hybride spécialement conçue pour réaliser la fabrication de structures complexes, telles que les moules d'injection avec les canaux internes. Cette machine du fabricant Tongtai (Taiwan) basée sur une architecture de machine d'usinage 5 axes (Figure 1.19 (a)), est capable de combiner trois technologies principales (Figure 1.19 (b)) qui théoriquement permettent d'obtenir des moules optimisés :

- Le procédé de rechargement laser LMD/LENS basé sur l'injection de poudre métallique coaxialement avec le laser et qui peut réaliser la fabrication d'une pièce couche par couche à partir de son modèle 3D ;
- Le procédé de détentionnement laser qui peut être effectué sur le même dispositif sans injecter la poudre, afin de relâcher les contraintes résiduelles et afin d'améliorer la microstructure/ densité des pièces fabriquées ;
- La troisième technologie qui effectivement utilise une broche d'usinage classique, permet de venir fraiser les surplus de matière pour calibrer la géométrie et la rugosité des surfaces fonctionnelles. En théorie, ce procédé permettra d'usiner les

canaux internes afin d'améliorer la tenue en fatigue et cela avant de refermer la pièce..

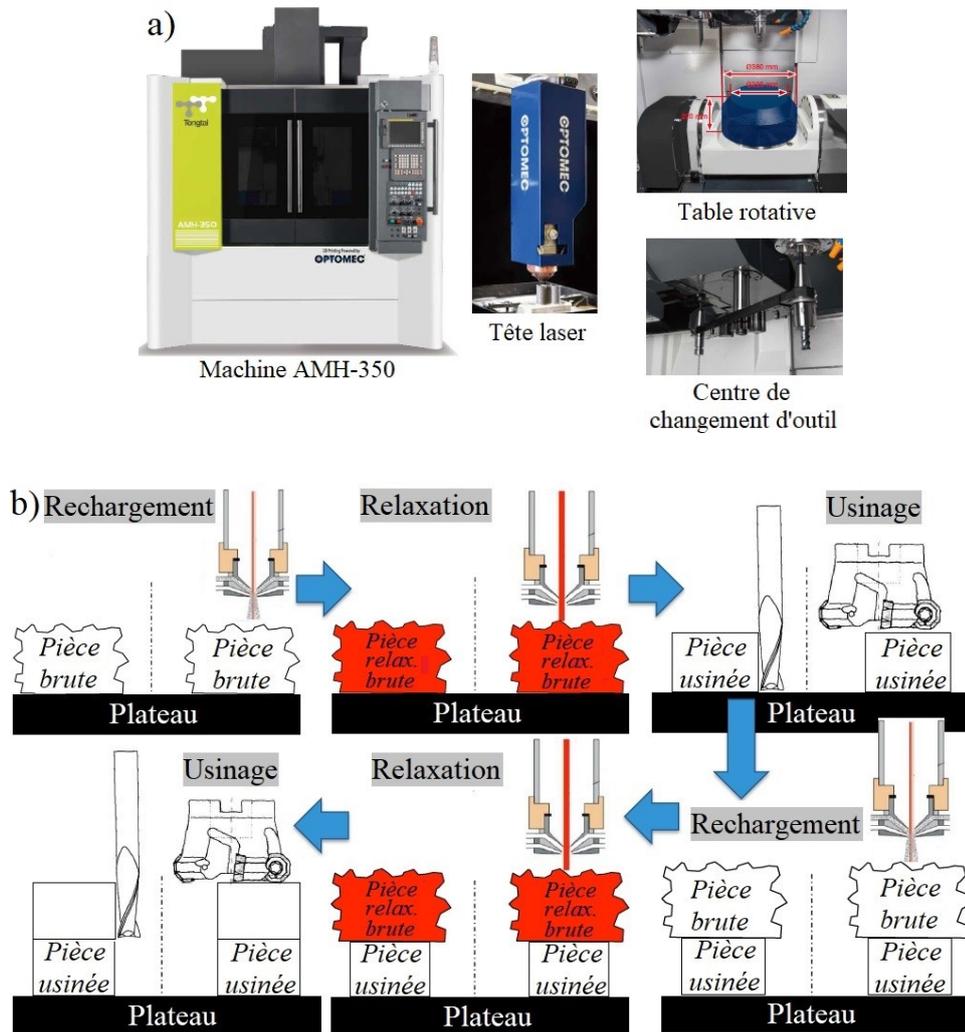


Figure 1.19 – Présentation de la machine 5 axes de Tongtai (a), chemin théorique de fabrication d'une pièce dans le cadre du projet OCIM3D (b)

De plus, la collaboration avec le centre technique IPC (Oyonnax) possédant ses moyens de recherche scientifique sur les procédés de rechargement SLM et de moulage par injection, permettra d'établir les conditions de fabrication additive et d'évaluer l'application industrielle de moules fabriqués. L'idée aussi consiste à comparer le moule issu des procédés additifs avec celui fabriqué « traditionnellement » au sein d'IPC. La figure 1.20 présentent le schéma d'interaction globale entre tous les acteurs qui forment le projet OCIM3D (Optimisation de la durabilité des Canaux obtenus par Impression Métallique 3D) grâce auxquels l'étude de la fabrication additive des moules d'injection optimisés est devenue possible.

Le projet OCIM3D dans lequel s’inscrivent les travaux présentés, vise à réaliser une étude complète d’un procédé considéré pour la fabrication de moules. En fait, le présent manuscrit ne décrit qu’une partie du plan présenté sur la Figure 1.20 qui a été réalisée au sein du laboratoire LTDS supporté par le partenariat avec la société PCI-TT, le laboratoire MATEIS et le centre IPC. Plus particulièrement, dans le cadre du projet, nous avons réalisé certaines études telles que l’optimisation du procédé de rechargement et l’étude du détentionnement laser. Concernant l’intégrité de surface qui définit la tenue en fatigue de pièces finales, nous avons seulement analysé la microstructure et les contraintes résiduelles de pièces intermédiaires.

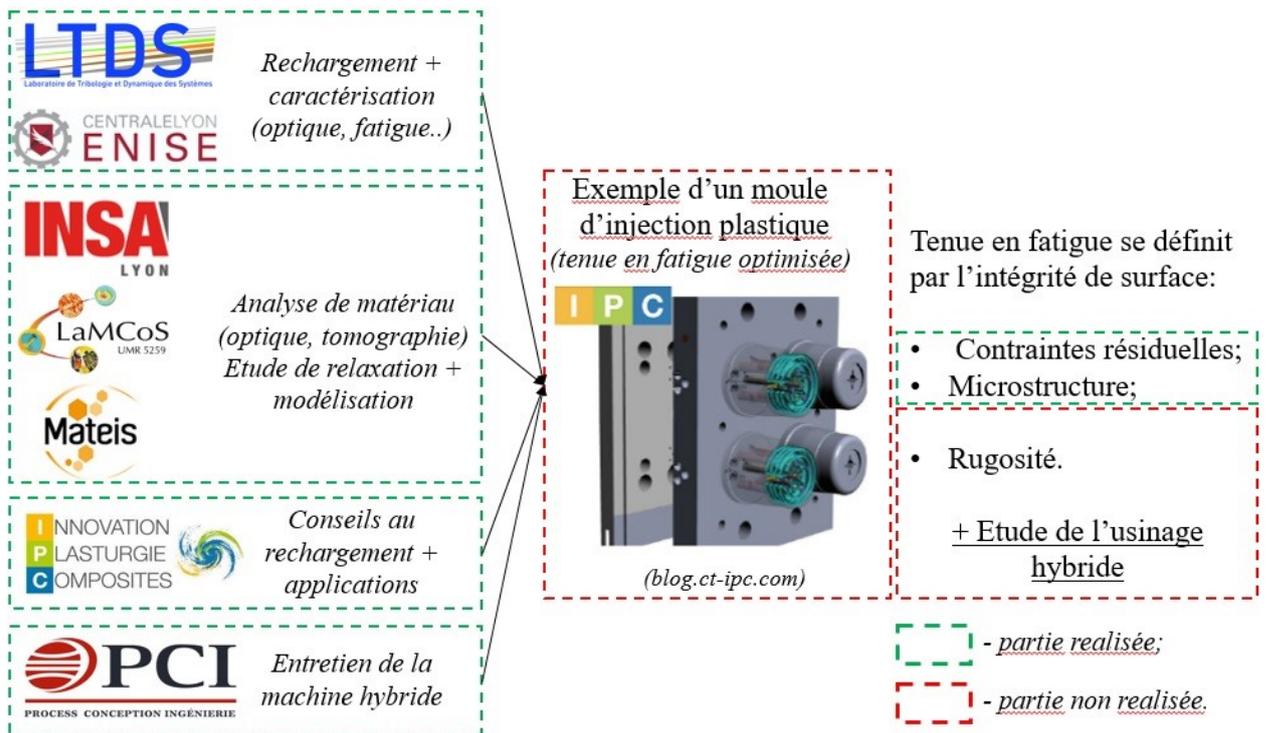


Figure 1.20 –Plan et objectifs atteints/non atteints du projet OCIM3D

1.5 Organisation du manuscrit

Le projet OCIM3D a été conduit afin d’optimiser et d’analyser le procédé de fabrication d’un moule en commençant par la fabrication de structures plus simples. La caractérisation du procédé doit être réalisée à chaque étape et à chaque niveau de rechargement en incluant les contraintes résiduelles, la porosité et la tenue en fatigue. Finalement, des conditions optimales de fabrication d’un moule doivent être proposées. Pour bien effectuer cette étude dans le cadre des objectifs donnés dans le paragraphe précédent, nous avons en disposition la technologie de fabrication – la fusion par injection de poudre (LMD ou LENS) et la poudre d’acier maraging

1.2709. La structure du manuscrit est présentée sur la Figure 1.21 qui souligne les directions principales des études notées ci-dessus.

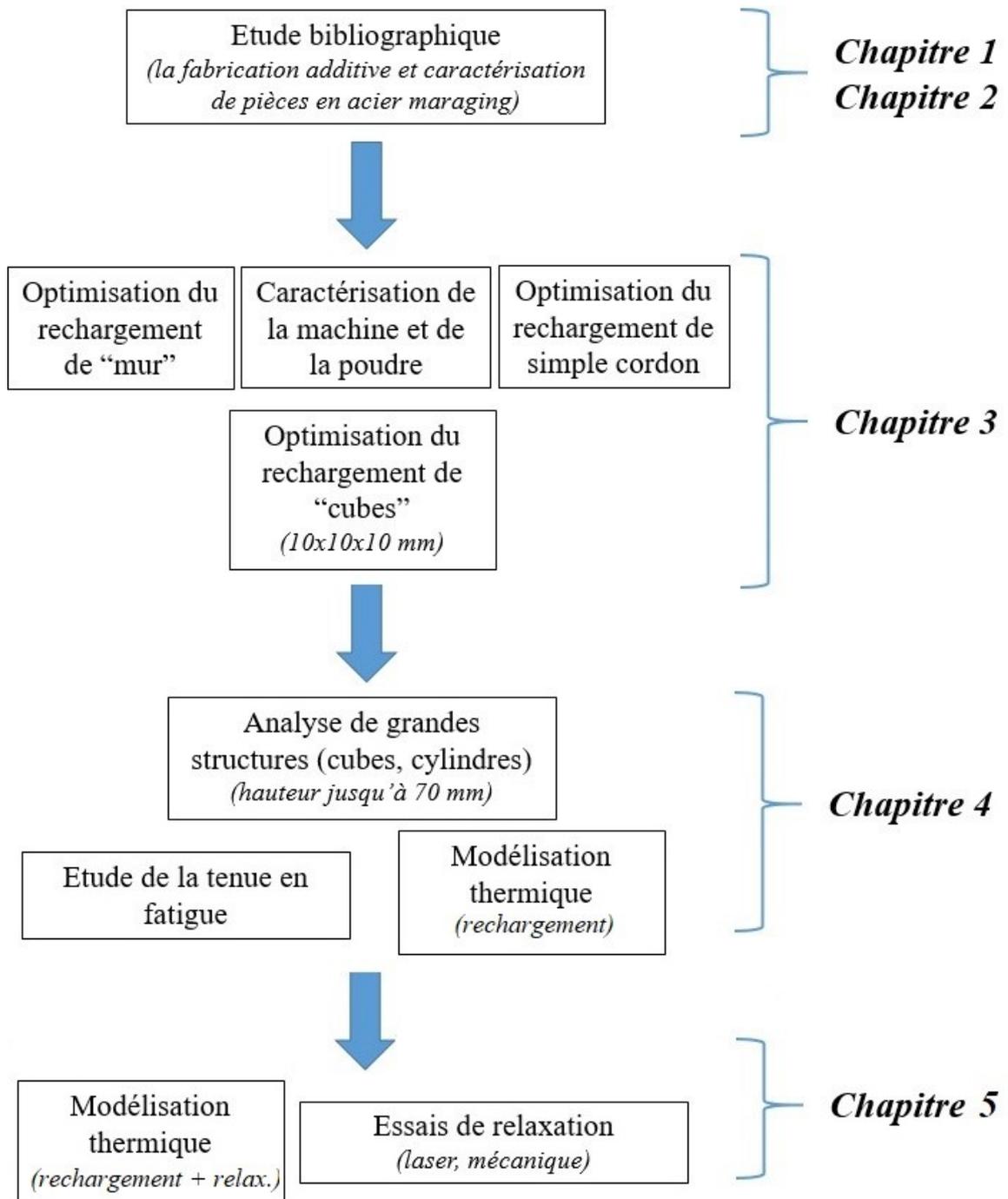


Figure 1.21 –Structure du manuscrit

Selon ce graphique, le mémoire de thèse est organisé avec les chapitres suivants :

- **Le premier chapitre** a déjà présenté l'état de l'art de fabrication de moules d'injection, ses caractéristiques et les principes de technologies additives. Les verrous principaux des technologies additives sont également soulignés. Les objectifs particuliers du projet visant à maîtriser la fabrication additive d'un moule sont ensuite déterminés.
- **Le deuxième chapitre** se concentrera sur l'étude bibliographique plus concrète du rechargement de l'acier maraging 1.2709 soit par lit de poudre soit par injection de poudre. Cependant, nous nous concentrons surtout sur le procédé de fusion par injection car c'est la méthode choisie dans cette étude. Les résultats existants et leurs analyses seront abordés afin de définir et mieux comprendre les aspects technologiques vers l'optimisation du procédé. L'accent sera mis sur les verrous mentionnés ci-dessus ainsi que sur la tenue en fatigue des pièces rechargées.
- **Le troisième chapitre** présentera les résultats de l'analyse du rechargement des structures simples afin d'optimiser les paramètres du rechargement laser. Tout d'abord, les caractéristiques techniques de la machine et l'analyse de l'état de la poudre seront définis. L'optimisation du rechargement débutera par des essais de « simple cordon », puis sera suivi par des essais de rechargement de « murs » et de « cubes ».
- Ensuite, **le quatrième chapitre** présentera l'étude du rechargement des structures plus grandes sera présentée. La tenue en fatigue des pièces rechargées sera également analysée et comparée à la tenue de pièces conventionnellement produites (pièce forgée). La modélisation du rechargement sera également réalisée afin d'expliquer le comportement de matériau.
- **Le cinquième chapitre** sera dédié à l'étude de procédé de relaxation laser afin de réduire les contraintes résiduelles. En parallèle, la modélisation thermique de rechargement sera abordée pour mieux prédire et corriger les paramètres de détentionnement laser. Les résultats de l'analyse de pièces rechargées avec la relaxation laser seront ensuite présentés. Finalement, les conditions optimales de rechargement par injection de poudre de l'acier maraging seront explicitées ainsi que les perspectives du présent travail.

Chapitre 2. Etat de l'art et problématique

Sommaire

2.1 Fabrication additive de l'acier maraging.....	54
2.1.1 Rechargement laser de l'acier maraging 1.2709.....	54
2.1.1.1 Densité des échantillons rechargés.....	54
2.1.1.2 Microstructure et microdureté après le rechargement.....	56
2.1.1.3 Microstructure après le traitement thermique.....	61
2.1.1.4 Contraintes résiduelles.....	64
2.1.1.5 Tenue en fatigue.....	68
2.2 Définition des objectifs pour le projet OCIM3D.....	73

Dans cette partie du manuscrit, l'étude bibliographique sur les procédés de rechargement d'acier maraging abordera ses résultats actuels et nécessaires afin de bien construire la stratégie de rechargement optimal.

Tout d'abord, les paramètres clés des procédés additifs seront présentés ainsi que son interprétation face à la procédure d'optimisation. L'accent sera mis sur les procédés de fusion par injection de poudre (LMD, LENS), notamment l'étude paramétrique.

L'optimisation du procédé de rechargement se rapportera directement aux propriétés de pièces rechargées telles que la microstructure, la densité, les contraintes résiduelles, les propriétés mécaniques (en tension, en fatigue etc..). Un paragraphe individuel sera consacré à chacune de ces propriétés.

Ce chapitre portera également sur les divers post-traitements des pièces rechargées. Nous présenterons les approches de post-traitement thermique ainsi que mécanique et ses apports par rapport aux verrous mentionnés précédemment.

2.1 Fabrication additive de l'acier maraging

2.1.1 Rechargement laser de l'acier maraging 1.2709

Après avoir résumé tous les paramètres des procédés de rechargement dans le paragraphe 1.2.4, on peut aborder l'étude plus particulière consacrée au rechargement de l'acier maraging 1.2709 et ses résultats caractéristiques. Cette étude bibliographique sera concentrée surtout sur les procédés LMD choisis dans le cadre de notre projet, mais il est également nécessaire de suivre l'état de l'art des éléments relatifs au procédé SLM. Tout d'abord nous allons présenter l'étude bibliographique sur l'optimisation des paramètres par rapport au critère de la densité des échantillons. Ensuite, les études des autres propriétés seront abordées, notamment concernant les verrous mentionnés dans le paragraphe 1.2.6 et la tenue en fatigue.

2.1.1.1 Densité des échantillons rechargés

La densité des échantillons fabriqués par les procédés de rechargement est le premier facteur à considérer car elle définit la qualité de fabrication et agit sur les propriétés mécaniques. La première approche de rechargement d'acier maraging avait lieu en 2008. Les propriétés mécaniques excellentes sont constatées notamment après le post-traitement thermique grâce à la microstructure cellulaire fine [STA2008]. La première approche de l'optimisation du procédé SLM a été réalisée par Campanelli (2009). Ils ont constaté que l'énergie de rechargement E_s influence drastiquement la densité des échantillons. Une densité de plus de 99% est possible à haute énergie de lasage E_s [CAM2009]. Généralement, dans les procédés de fusion sur lit de poudre, une haute énergie de rechargement E_v (ou E_s) réduit la porosité [CAS2015, MUT2017, KEM2011]. Cependant, il y a une limite: au-delà d'une certaine énergie, l'évaporation des éléments augmente la porosité [MUT2017, KAR2016]. Kempen (2011) ont découvert que l'épaisseur d'une couche h peut jouer un peu sur la densité. L'épaisseur minimale semble la plus favorable [KEM2011]. Il est à noter, que selon certaines études, la vitesse v influe d'avantage sur la densité que la puissance laser P . Pour arriver à la haute énergie de rechargement E_v , il est donc conseillé de réduire la vitesse v [KLU2018]. Le choix correct de la distance entre deux cordons adjacents h_c peut également améliorer la densité. Kluczyński (2018) ont constaté qu'en réduisant la distance h_c , on augmente la densité finale [KLU2018]. La stratégie de rechargement et la morphologie de la poudre sont les autres facteurs importants pour la densité atteignable [MOO2020]. Par exemple, le procédé de refusion laser sans rajouter la poudre peut améliorer la densité d'un échantillon. D'après Kempen (2011), ce gain peut atteindre 0.3% environ

[KEM2011]. Dans l'étude de Demir (2017), cette valeur est plus modeste, néanmoins les auteurs recommandent le procédé de refusion ainsi que le préchauffage d'un substrat afin d'améliorer la densité [DEM2017]. La stratégie de remplissage elle-même ne joue pas un grand rôle dans l'amélioration de la densité [BHA2018].

Concernant la technologie de rechargement par fusion de poudre injectée (LMD), l'effet du changement de l'énergie de rechargement E_s est normalement le même que pour le SLM – on augmente la densité en augmentant l'énergie mais jusqu'à une certaine limite. Au-delà, l'évaporation des éléments et même l'apparition de fissures sont possibles [KAR2016]. Il apparaît dans l'ensemble de ces études que la valeur optimale de l'énergie peut être différente d'un article à l'autre. Par exemple, Chen (2018) ont étudié le rechargement LMD progressif à partir d'un simple cordon jusqu'à des structures consistant en plusieurs cordons. Ils ont abouti à une énergie optimale E_s de 250 J/mm² qui permet d'obtenir des échantillons à presque 99% de densité théorique. En plus, le recouvrement r doit être entre 65 et 70% afin de diminuer l'espace entre les cordons [CHE2018]. Campanelli (2015) ont atteint le même niveau de densité en variant l'énergie E_s jusqu'à 285 J/mm². Afin d'optimiser les paramètres de rechargement, ils ont développé un modèle mathématique [CAM2015]. Contrairement aux études précédentes, Jägle (2017) ont choisi une énergie E_s de 47 J/mm² et un recouvrement de 50% environ [JAG2017]. Le rechargement à basse énergie est aussi utilisé dans l'étude de Karg (2016), qui ont réussi à recharger des échantillons denses en variant la densité spécifique Q_s . D'après leur étude, la valeur optimale doit être entre 7.6 et 11.0 J/mg. Les chercheurs ont constaté que la meilleure densité est réalisable seulement dans cette plage de la densité Q_s quelques soient le recouvrement r et la vitesse v [KAR2016]. Le résumé des paramètres utilisables dans le procédé LMD pour l'acier maraging est présenté dans le Tableau 2.1.

Tableau 2.1 – Résumé des paramètres LMD de l’acier maraging 1.2709

Reference	Type d'échantillon	Vitesse v , (mm/s)	Débit q , (g/min)	Puissance P , (W)	Densité de poudre Q_p , (g/dm ³)	Apport énergétique Q , (J/mm)	Densité d'énergie E_s , (J/mm ³)
Chen (2018) [CHE2018]	Cordon, mur, cube	2-5	3-12	300-1000	8.3-83.3	60-500	60-250
Jäggle (2017) [JAG2017]	Cube	10	-	800	-	80	~47 ^a
Karg (2016) [KAR2016]	Cordon, cube	6.7-13.3	3.3-7.2	500-1000	2.6-11.2	37.6-149.3	23.5-93.3 ^{b,c}
Campanelli (2015) [CAM2015]	Cordon, cube	3.3-6.7	6-10	1600-1900	7.5-25.3	238.8-575.8	120-285
Kürnsteiner (2017) [KUR2017]	Mur	10	7.2	640	6.7	64	35.6
Yao (2018) [YAO2018]	Cube	5-15	10-30	1600-2000	9.2-83.3	106.7-400	60-224

^a La densité d'énergie Q_s a été recalculée – la densité volumique de l'énergie E_v est 112.0 J/mm³;

^b La densité d'énergie Q_s a été recalculée – la densité volumique de l'énergie E_v est 136.0 J/mm³;

^c L'énergie spécifique optimale E_m est 7 - 11.6 J/mg.

Il est clair qu'il y a deux solutions observables – le rechargement à haute et à basse énergie E_s . L'étude du choix de cette énergie n'a pas encore été réalisée par les autres chercheurs, il est donc nécessaire d'analyser l'impact énergétique sur les aspects géométriques et sur les propriétés du matériau rechargé, etc..

2.1.1.2 Microstructure et microdureté après le rechargement

Dans ce paragraphe, nous allons présenter l'étude bibliographique sur la microstructure et sur la microdureté de l'acier maraging 1.2709 issue du procédé de rechargement sans post-traitements thermiques telles que la mise en solution et le vieillissement.

La microstructure de l'acier maraging 1.2709 issue de technologies additives a les mêmes caractéristiques. Grâce à la haute vitesse de refroidissement aux environs de 10³ K/s pour le LMD et 10⁶ K/s pour le SLM, cette microstructure est assez fine et consiste en une structure dendritique en forme d'aiguilles et de cellules. Du fait de la plus haute vitesse de refroidissement dans le procédé SLM, parce que le bain fondu généré est plus petit, la microstructure finale est peu plus fine qu'après le procédé LMD [KAR2016]. En plus, les grains peuvent traverser de bords de bain fondu qui sont normalement bien visibles après une attaque chimique. Cette croissance des grains s'appelle la croissance épitaxiale. Jäggle (2016) ont comparé la microstructure après rechargement laser sans post-traitement thermique avec celle de matériau conventionnel forgé (Figure 2.1 (a, b),

la direction de laminage n'est pas marquée) après l'attaque chimique par Nital (1% HNO₃ + éthanol) [JAG2017]). Normalement, la solution comme Nital 1-3% est normalement utilisée pour révéler la microstructure après le rechargement. Les autres attaques chimiques conçues pour ce type d'acier maraging (réactif de Fry, d'Adler ou de Picral) ne permettent pas de voir les traces de solidification (Figure 2.2, [KUC2019]).

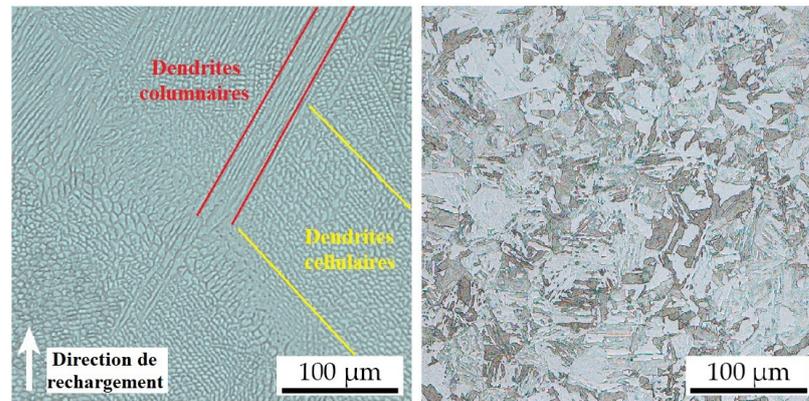


Figure 2.1 – Comparaison de la microstructure typique après le rechargement (gauche) et de la microstructure forgée (droite), [JAG2017]

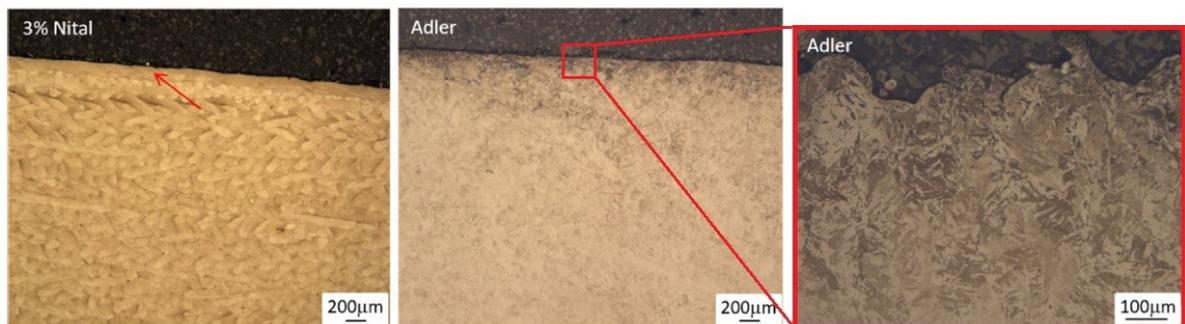


Figure 2.2 – Comparaison de la microstructure après l'attaque chimique par Nital 3% et par réactif d'Adler [KUC2019]

S'agissant de la microstructure après rechargement laser, on voit bien les bords de chaque bain fondu et les dendrites de solidification tandis que les lattes de martensite de la structure « traditionnelle » issue de forgeage/laminage n'ont pas d'orientation préférentielle. Tan (2017) ont proposé une explication de telle évolution de la structure dendritique (Figure 2.3). Des gradients thermiques locaux qui sont différemment orientés et qui sont les valeurs différentes, génèrent les structures équiaxes. La direction de croissance et le type de structure générée lors du procédé de rechargement dépendent de ce gradient thermique et de la vitesse de solidification [TAN2017].

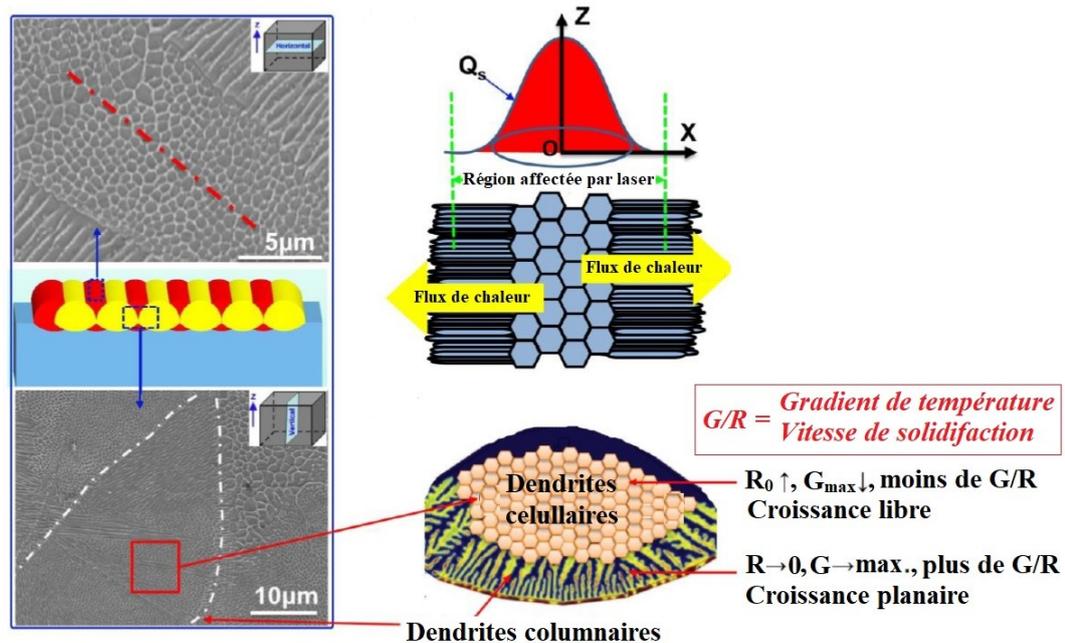


Figure 2.3 – Evolution de la microstructure lors du procédé de rechargement [TAN2017]

La microstructure après le rechargement est plutôt martensitique, mais il y a de l'austénite résiduelle apparemment située sur les bords de dendrites [KAR2016]. La présence d'austénite sur les bords interdendritiques enrichis également avec des éléments qui favorisent la formation de précipités intermétalliques (Ti, Mo) est aussi confirmée par les autres chercheurs [KUC2019, CAS2016]. Généralement, le pourcentage d'austénite dans la microstructure à l'état rechargé est de l'ordre de 8.5 à 11.4 % [CAS2016, JAG2016]. Cependant, Yin (2018) ont noté une valeur bien plus faible: 1.6% [YIN2018]. Par contraste, le matériau « conventionnel » n'a pas d'austénite résiduelle. La subsistance de l'austénite est possible grâce à la haute vitesse de refroidissement couplée avec la ségrégation de Nickel [CAS2016].

La formation de phases lors de refroidissement ou solidification de l'acier maraging 1.2709 peut être présentée par le diagramme de phases, calculée pour la composition indiquée sur la Figure 2.4. Il est à noter, que ce diagramme est une approche théorique basée sur les conditions d'équilibre. En fait, les procédés additifs ont la solidification non-équilibrée et les approches conventionnelles de calcul thermodynamique ne peuvent être appliquées. Par exemple, la température calculée d'austénitisation complète est 650 °C tandis que les résultats expérimentaux montrent la dissolution de phases à 690 °C [CON2019].

Composition pour le calcul:

Ni	Co	Mo	Ti	Al	C	Mn	Si	V	Fe
18.3	9.2	5.2	0.5	0.06	0.004	0.05	0.11	0.15	Bal.

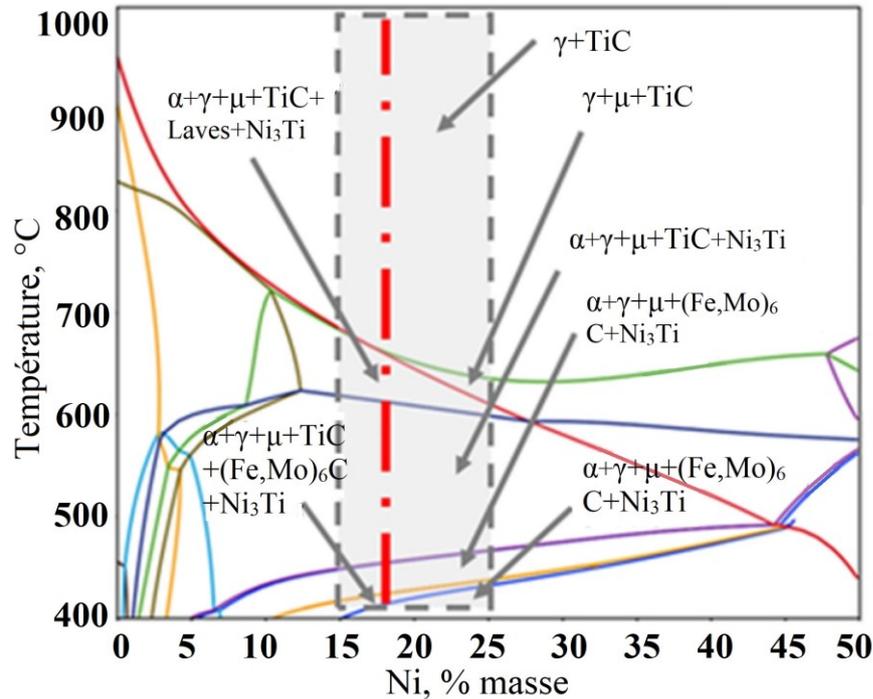


Figure 2.4 – Diagramme de phases calculée pour la composition donnée de l'acier maraging 1.2709 [CON2019]36

Parmi les défauts possibles dans la microstructure de l'acier maraging, on peut souligner l'apparition d'inclusions non-métalliques comme des oxydes, de pores et de fissures. Tandis que la quantité des pores ou des fissures dépendent des paramètres de rechargement (énergie, recouvrement) qui peuvent être optimisés, l'origine des inclusions non-métalliques est plutôt inconnue. Les chercheurs constatent que la refusion plurielle peut piéger du gaz, notamment dans l'espace libre entre deux cordons adjacents. Ces inclusions sont effectivement des oxydes de titane (Ti) et d'aluminium (Al) et elles sont situées normalement aux bords de couches individuelles pour les procédés LMD (Figure 2.5) [KAR2016, KEM2011]. Il est important de noter que certains auteurs n'ont pas retrouvé ces inclusions dans leurs structures « optimisées » [TAN2017]. Apparemment, cela peut influencer sur l'optimisation nécessaire des autres paramètres du procédé (débit du gaz, stratégie de rechargement etc..). Cependant, il n'y a pas de travaux existants sur l'étude de formation des oxydes.

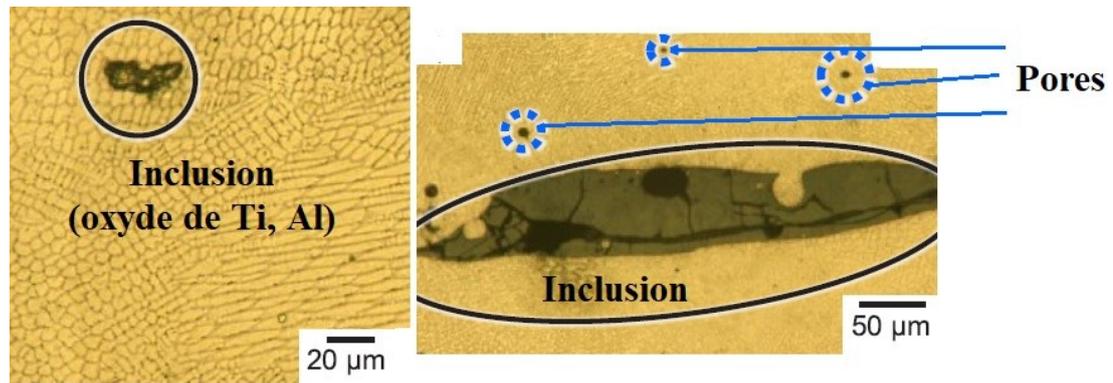


Figure 2.5 – Exemple des défauts lors du procédé LMD [KAR2016]

Du fait de la microstructure fine (grains de quelques microns), de la présence des éléments tels que titane (Ti) et molybdène (Mo) dans la structure rechargée, la microdureté du matériau après le rechargement est plus élevée que celle mesurée dans une pièce « traditionnelle ». Par exemple, Jägler (2017) indiquent des valeurs entre 355 et 400 HV10 pour la plupart des échantillons rechargés. Cette distribution se maintient jusque dans les derniers millimètres de rechargement, où la microdureté chute jusqu'à 300-310 HV10 (Figure 2.6) [JAG2017]. Ces valeurs sont conformes à la microdureté d'une pièce « traditionnelle ». En plus, une forte dispersion des valeurs dans le matériau rechargé est constatée par rapport aux structures forgées [JAG2017]. Le même comportement a été découvert par d'autres chercheurs [KAR2016, STA2008]. Il est donc raisonnable de supposer un effet de traitement thermique intrinsèque lors du rechargement qui provoque l'apparition de précipités et, ainsi, la croissance de la microdureté. La forte dispersion de la microdureté peut être également expliquée par une précipitation en bord de grains. Probablement, ceci peut aussi être un effet de la fraction de martensite formée. Il subsiste de l'austénite moins dure et de sa relaxation éventuelle. Par exemple, Kürnsteiner (2017) ont étudié la possibilité d'obtenir une microstructure martensitique durcie de précipités sans la nécessité de réaliser le post-traitement thermique. Du fait d'effet de traitement intrinsèque, il est possible d'ajuster la microstructure martensitique voulue à la haute microdureté par la seule augmentation de la teneur en aluminium entre 5 et 15% [KUR2017].

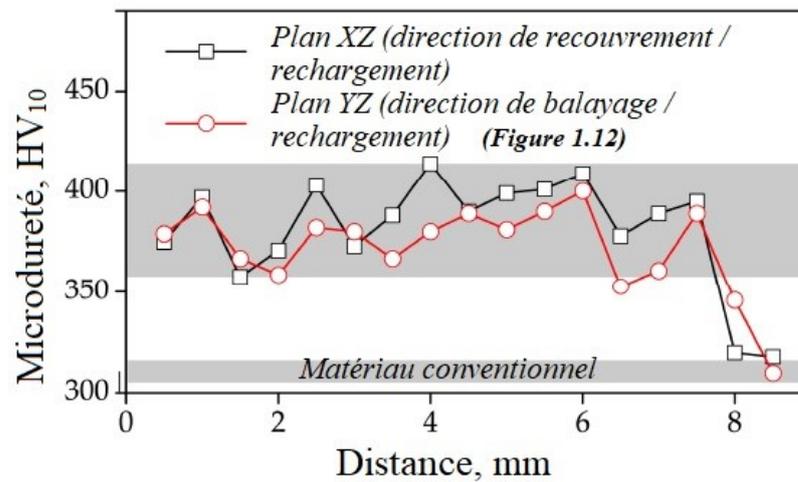


Figure 2.6 – Distribution de la microdureté au long de la direction de rechargement [JAG2017]

L'impact des paramètres de rechargement sur la microdureté n'est pas certain. Kluczyński (2018) ont découvert que la puissance P et le recouvrement r impactent faiblement la distribution de microdureté. Cependant, la réduction de la vitesse v , sans changer de la puissance P , augmente la microdureté mais jusqu'à une certaine valeur limite [KLU2018]. La même conclusion a été faite par les autres chercheurs [KEM2011]. Suzuki (2019) ont également confirmé un fort impact de l'énergie volumique E_v sur la macrodureté. Selon cette étude, le paramètre combiné $P/v^{0.5}$ peut mieux définir les paramètres optimaux par rapport à la densité et à la macrodureté. La macrodureté ne dépend pas de l'énergie de rechargement si cette énergie est suffisante pour obtenir la haute densité. Sinon, la macrodureté est directement corrélée avec le niveau de porosité: plus on trouve de porosités, plus la macrodureté diminue. Il est à noter que juste la macrodureté dépende de la densité d'échantillon [SUZ2019]. Le procédé de préchauffage d'un substrat peut diminuer significativement la microdureté des premières couches [DEM2017]. D'un autre côté, le procédé de refusion laser ne change pas la microdureté quels que soient les paramètres de refusion [DEM2017].

2.1.1.3 Microstructure après le traitement thermique

Comme nous avons déjà indiqué dans le premier chapitre, l'acier maraging issu des procédés additifs est normalement soumis au post-traitement thermiques qui inclut deux étapes – la mise en solution et, puis, le vieillissement. Il faut de noter que les traitements thermiques ne font pas l'objet du présent travail, mais sa présentation est nécessaire afin de mieux comprendre la microstructure possible de pièces rechargées.

Cependant, il y a des travaux qui se focalisent sur les autres traitements thermiques tels que la trempe qui favorisent la formation de l'austénite résiduelle après la mise en solution. Cette austénite résiduelle peut augmenter la ductilité d'acier maraging qui joue un rôle majeur dans la formation de propriétés mécaniques de pièces rechargées. Néanmoins, dans ce paragraphe nous nous concentrons sur les traitements plutôt traditionnels.

La mise en solution est importante afin de préparer la matrice martensitique pour la formation de précipités qui durcissent le matériau. Par ailleurs, elle réduit fortement les contraintes résiduelles qui peuvent causer de la fissuration et de la distorsion [KUC2019, TAN2018, BEC2016]. Cependant, certains chercheurs considèrent ce traitement thermique comme optionnel car coûteux en temps et en énergie dans la chaîne de fabrication de pièces [MOO2020, MOO2019]. La mise en solution, normalement effectuée à 815-820 °C pendant 20-30 min, résorbe les traces de solidification après le passage laser et oriente la formation de la structure martensitique qui consiste en des packs de martensite comme dans le matériau conventionnel (Figure 2.2). Il est à noter que la dissolution des traces dépend quand même de l'attaque chimique appliquée, notamment, du réactif mais c'est évidemment d'un point visuel [KUC2019]. La présence de l'austénite résiduelle sur les bords de grains est confirmée par quelques chercheurs [TAN2017, BAI2019]. Cependant, Kucerova (2019) ont constaté l'absence de cette austénite [KUC2019]. A la température de 780 °C, les bords des gros grains sont encore présents, puis, à plus haute température, les grains d'austénite grossissent. Ceci cause la croissance des packs de martensite. La durée de mise en solution a peu d'effet sur la microstructure finale [BAI2019]. La mise en solution cause normalement la réduction de la microdureté du fait de réduction de contraintes résiduelles ainsi que du fait du grossissement de grains.

Le vieillissement, quant à lui, vise à générer les précipités intermétalliques de durcissement (Fe_2Mo , Ni_3Ti , Ni_3Mo , Fe_7Mo_6) qui augmentent les propriétés de l'acier maraging (tenue en fatigue, résistance en traction etc.). Malgré la possibilité d'avoir la microstructure précipitée à la fin du rechargement grâce à la formation de précipités de taille entre 20 et 100 nm [STA2008], il est quand même nécessaire de prévoir le vieillissement, car le traitement intrinsèque n'est pas suffisant et la génération de précipités n'est pas garantie selon les autres auteurs [JAG2017, MUT2017] due à la grande vitesse de refroidissement. Le processus de vieillissement est effectué à des températures relativement basses, comprises entre 450 °C et 500 °C pendant quelques heures. Les paramètres du vieillissement font l'objet d'une optimisation car la température et le temps de traitement impactent fortement les propriétés mécaniques (Figure 2.7).

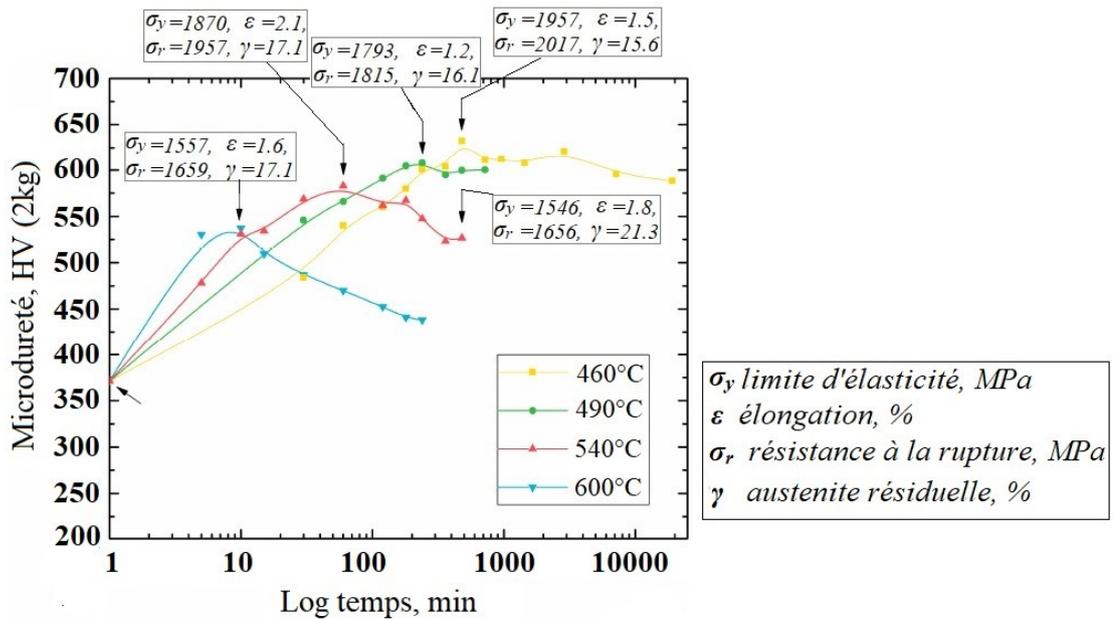


Figure 2.7 – Propriétés de l’acier maraging en fonction des paramètres du vieillissement [CAS2016]

Généralement, le vieillissement s’accompagne de création de l’austénite en augmentant son taux dans la microstructure jusqu’à 20% environ [CAS2016]. Cette transformation de martensite en austénite se produit jusqu’aux températures de 500-540 °C. Dans cette plage, la formation de précipités telles que Fe_2Mo et Fe_7Mo_6 augmente la concentration de nickel et la formation de l’austénite. Au-delà de ces températures, l’effet de durcissement peut saturer à cause du grossissement des précipités. Le traitement effectué à moyenne température (460-500 °C) contrôle la précipitation et retarde la formation d’austénite en permettant la dispersion de précipités, mais cela nécessite notablement plus de temps. Par exemple, le vieillissement à 460 °C pendant 6h crée une structure similaire à la structure « rechargée ». A la température de 490 °C la phase austénitique est déjà bien visible sur les bords de grains (zones claires). Les températures plus élevées promeuvent la précipitation et la croissance intragranulaire d’austénite (Figure 2.8 a-c).

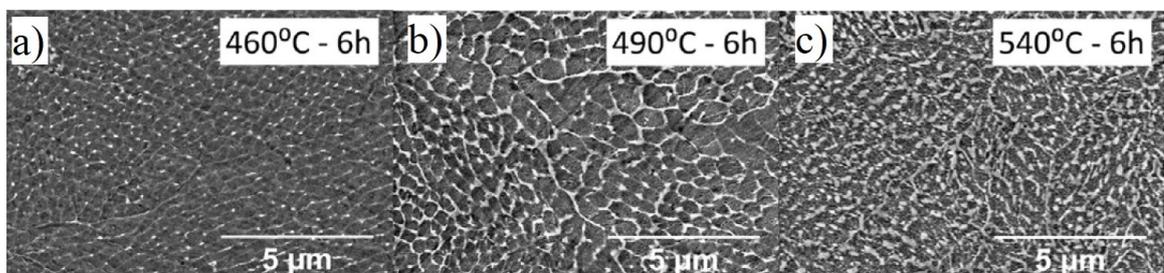


Figure 2.8 – Evolution de la microstructure en fonction de la température de vieillissement pendant 6 h: 460 °C (a), 490 °C (b) et 540 °C (c) [MOO2019]

2.1.1.4 Contraintes résiduelles

Les études sur les contraintes résiduelles générées lors du procédé de rechargement laser de l'acier maraging ne sont pas nombreuses. A notre connaissance, il y a quelques articles portant sur l'analyse de contraintes résiduelles dans le procédé de fusion sur lit de poudre (SLM). Jusqu'à présent, il n'y a pas d'informations sur ces contraintes après les procédés LMD. Le résumé de mesures des contraintes résiduelles issues des procédés additifs, est présenté sur les Figures 2.10 (a-c).

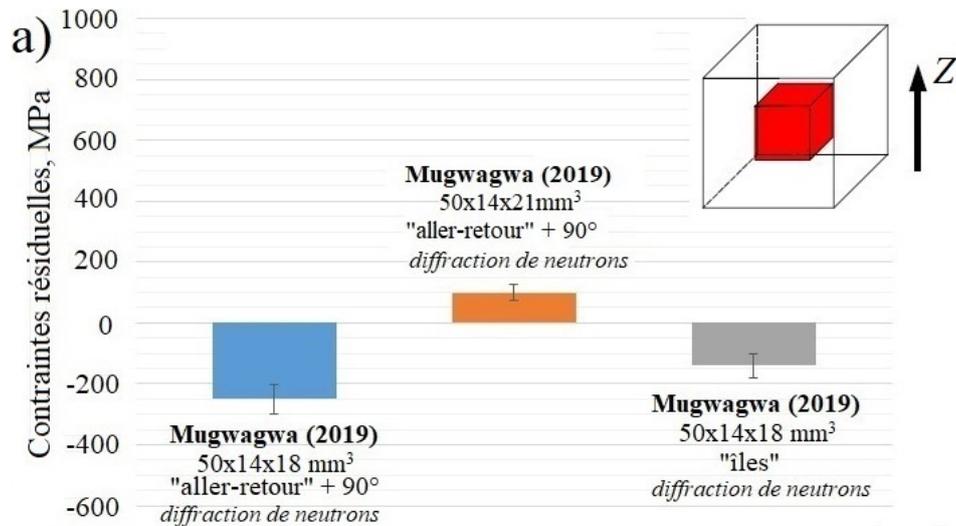


Figure 2.10 (a) – Résumé de l'étude bibliographique sur les contraintes résiduelles après LMD : au cœur d'échantillon

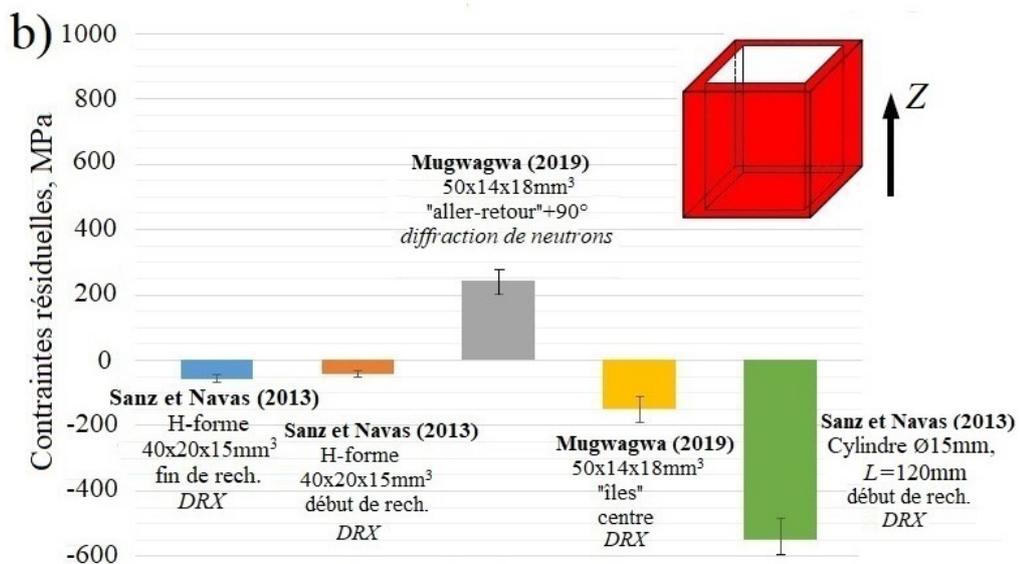


Figure 2.10 (b) – Résumé de l'étude bibliographique sur les contraintes résiduelles après LMD sur les bords d'échantillon

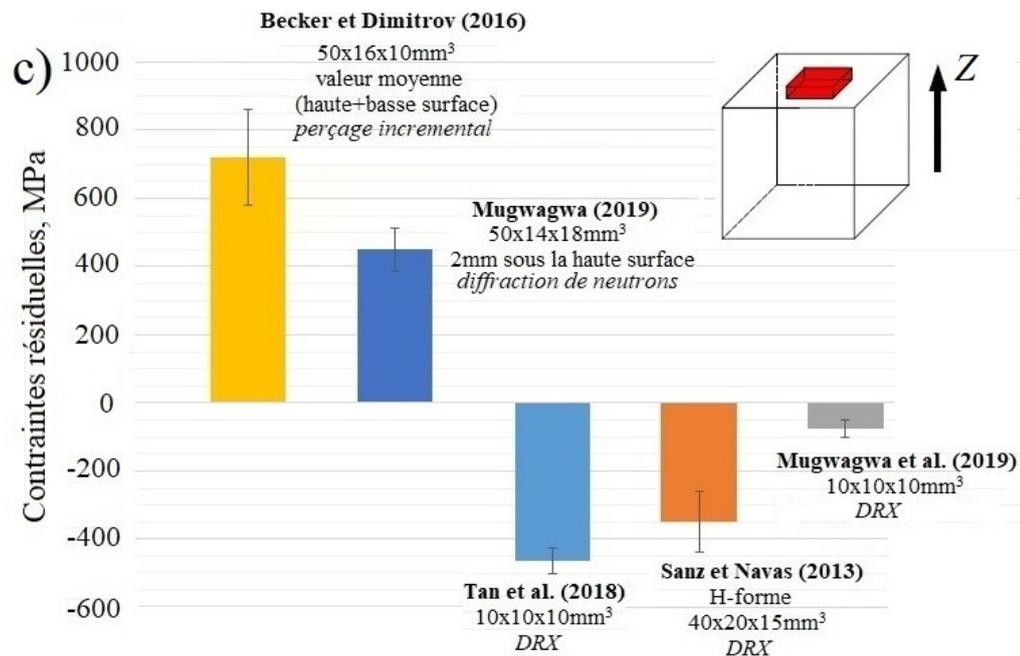


Figure 2.10 (c) – Résumé de l'étude bibliographique sur les contraintes résiduelles après LMD à la surface haute d'échantillon

Mugwagwa (2019-1) ont utilisé la diffraction de rayons X (DRX) afin de mesurer les contraintes résiduelles générées dans des cubes rechargés de 10x10x10 mm³. Cette méthode permet de mesurer les contraintes surfaciques qui sont très élevées après la fabrication additive [MUG2019-1]. Cependant, il est à noter que la rugosité élevée est gênante par rapport aux mesures de contraintes par la méthode DRX [MUG2019-1, MER2006]. Du fait de la transformation martensitique, les contraintes surfaciques sont généralement en compression (dans les directions de recouvrement/balayage) et sont évidemment compensées par des contraintes en traction. Mugwagwa (2019-1) ont trouvé que les contraintes sont minimales pour les vitesses et les puissances minimales ainsi que pour l'épaisseur maximale de couche. Les contraintes minimales en surface haute, calculées en moindres carrés, sont en compression de -77 ± 26 MPa et elles ont été observées pour la combinaison de la puissance et de la vitesse minimales (80 W et 200 mm/s respectivement). La puissance maximale et la vitesse intermédiaire (180 W et 600 mm/s respectivement) donnent des contraintes en surface maximales de -322 ± 39 MPa, tandis que l'augmentation de la vitesse jusqu'à 1000 mm/s réduit les contraintes jusqu'à -221 ± 32 MPa. La réduction de contraintes est liée aux gradients thermiques plus bas et à une vitesse de refroidissement réduite [MUG2019-1].

Dans l'autre travail, Mugwagwa (2019-2) est confirmé la présence de contraintes en traction de même ordre de grandeur que les contraintes en compression. En effet, la distribution

de contraintes dépend drastiquement de la stratégie et des paramètres de rechargement ainsi que de la taille des échantillons rechargés. Les mesures effectuées par la diffraction de neutrons et rayons X montrent les contraintes en traction jusqu'à +450 MPa à 2 mm sous la surface haute et jusqu'à +432 MPa sur la surface basse dans l'échantillon rechargé (50x14x10 mm³) avec une stratégie de remplissage de type « aller-retour » + rotation à 90°. Au cœur d'échantillon, il y a des contraintes en compression jusqu'à -250 MPa. Pour une hauteur d'échantillon rechargée maximale de 21 mm les contraintes sont aussi maximales. La stratégie de remplissage par de petites aires (« îles ») entraîne des contraintes surfaciques en compression jusqu'à -370 MPa. Le procédé de refusion laser augmente ces contraintes en moyenne par 20-30% [MUG2019-2].

La formation de martensite génère des contraintes de compression dans un cordon rechargé comme indiqué par Wei (2018) [WEI2018]. Becker et Dimitrov (2016) ont utilisé la méthode destructive – la déformation est mesurée par une jauge lors du perçage d'un trou dans les échantillons de 50x16x10 mm³. La distribution de contraintes en direction de rechargement (Z) est non-uniforme du fait de gradients thermiques différents. Svetlizky (2021) ont noté les valeurs des gradients thermiques entre 10² et 10³ K/mm [SVE2021]. Les contraintes sont en traction et la valeur moyenne est +720 ± 142 MPa pour la stratégie sans refusion laser et +455 ± 91 MPa avec refusion. En conséquence, les contraintes résiduelles peuvent être réduites par un traitement thermique jusqu'à une valeur de +100 MPa environ [BEC2016]. Des contraintes de compression de -281 et -345 MPa ont été trouvées en utilisant la méthode DRX par Bhardwaj (2018) selon deux stratégies de rechargement SLM d'échantillons de 45x45x5 mm³. La stratégie de remplissage avec rotation à 90° après chaque couche permet d'obtenir les contraintes plus basses [BHA2018].

Sanz et Navaz (2013) ont également trouvé des contraintes en compression culminant à -350 MPa sur la surface haute (les dernières couches rechargées) et une valeur minimale de -56 MPa au début du rechargement sur la surface d'un côté d'échantillons en forme H (40x20x15 mm³, Figure 2.9 (a)). Les contraintes en compression s'augmentent jusqu'à -460-547 MPa sur la surface d'une première partie d'échantillon cylindrique de 120 mm en hauteur et 15 mm en diamètre (Figure 2.9 (b)). Ils ont lié cette distribution à l'effet de refusion ou réchauffage répété lors du rechargement, avec des premières couches qui se maintiennent à haute température tout au long du procédé tandis que les dernières se refroidissent rapidement. Afin de créer des contraintes de compression plus homogènes, le procédé de grenailage est recommandé [SAN2013]. Des contraintes en compression de -464 ± 37 MPa ont été mesurées par Tan (2018) en utilisant la méthode DRX sur la surface haute d'échantillons cubiques (10x10x10 mm³). Ils ont confirmé que la mise en solution et le vieillissement réduisent les contraintes en valeur absolue vers les

contraintes en traction de $+103 \pm 51$ MPa probablement à cause de formation de précipités dans la matrice martensitique [TAN2018].

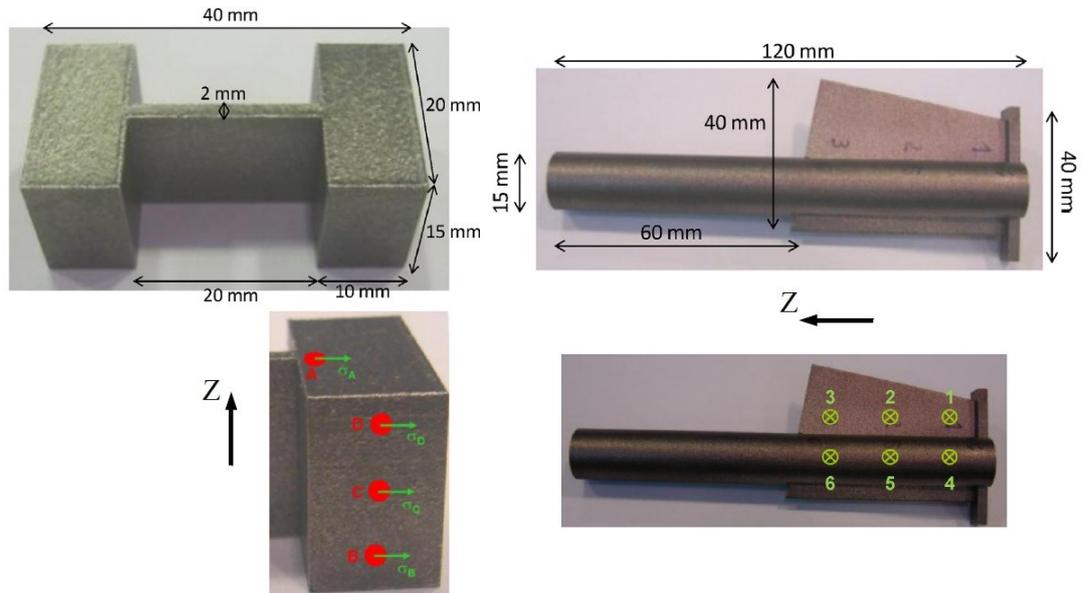


Figure 2.9 – Exemple des échantillons analysés par Sanz et Navas (2013) et points de mesures: en forme H (gauche) et cylindrique (droite) [SAN2013]

Le graphique présenté sur les Figures 2.10 (a-c) résume les ordres de grandeur de contraintes résiduelles générées sur la surface haute, sur les bords et au cœur des échantillons respectivement après son rechargement. Les valeurs de contraintes sont indiquées en valeurs de moindres carrés. Généralement, les contraintes à côté des bords sont non-uniformes d'après l'étude de Mugwagwa (2019-2) – sur un côté ils peuvent être en compression et sur d'autre en traction dans un seul échantillon. Sa distribution dépend des paramètres et, notamment, de la stratégie de rechargement et de la taille d'échantillon à recharger et, actuellement, il n'est pas possible d'établir précisément cette dépendance [MUG2019-2]. Finalement, on peut conclure que la plupart des mesures a été effectuée par les moyens de DRX sur des échantillons de géométries différentes en donnant les valeurs de contraintes en surface. La diffraction neutronique peut donner les valeurs en profondeur mais cette technique est rarement utilisée pour l'acier maraging car il est difficile et onéreux d'en disposer.

2.1.1.5 Tenue en fatigue

La tenue en fatigue des pièces rechargées en acier maraging est un des sujets de préoccupation dans ce mémoire. Du fait du chargement cyclique à haute température des moules d'injection, la limite d'endurance du matériau doit être élevée. Par rapport aux technologies additives, il y a trois facteurs qui définissent la tenue en fatigue : les contraintes résiduelles, la microstructure et la porosité des pièces rechargées [MEN2017, SAN2016]. Dans les paragraphes précédents, nous avons déjà présenté les résultats d'études de ces propriétés. En plus, dans le contexte de l'intégrité de surface, la rugosité est un autre facteur important par rapport à la tenue en fatigue, notamment, dans les canaux internes [REC2008, GUN2018]. D'autre part, les pièces rechargées ne peuvent pas être utilisées directement après le procédé de fabrication du fait de la rugosité élevée – il faut donc prévoir un post-traitement mécanique afin d'enlever la rugosité excessive. Cela peut être le procédé d'usinage (fraisage, perçage ...) pour les canaux simples ou le procédé de traitement par flux abrasif pour les structures complexes [HAN2020]. Comme il a été déjà constaté, le traitement mécanique intégré dans le procédé de rechargement, c'est-à-dire le procédé hybride de fabrication, c'est une autre solution potentielle par rapport aux moules d'injection [DU2018].

Dans le cadre du présent projet, nous n'approfondirons pas les problématiques de l'usinage des pièces rechargées. Néanmoins, les autres propriétés mentionnées peuvent être améliorées ainsi que la tenue en fatigue. Evidemment, ces propriétés sont directement liées aux paramètres de rechargement qui doivent être optimisés [MEN2017, SAN2016]. Ce paragraphe est donc consacré à l'étude de la tenue en fatigue d'échantillons rechargés en acier maraging.

Le comportement en fatigue de pièces soumises à des sollicitations périodiques, peut être analysé par la courbe de Wöhler ou la courbe S-N qui prend en compte le nombre de cycles jusqu'à la rupture en fonction de l'amplitude des contraintes appliquées soit en essai de traction (ou traction-compression) soit en essai de flexion rotative. Pour un certain type de sollicitation qui se définit par le rapport de contraintes maximales est minimales R (par exemple, $R = \sigma_{max}/\sigma_{min} = 1$ – les contraintes purement alternées, $R = 0$ – contraintes répétées en traction etc.) la courbe de Wöhler peut être créée. Normalement, cette courbe a trois zones caractéristiques :

- le domaine plastique oligocyclique où, pour les niveaux de contrainte élevés, la rupture se produit pour de faibles nombres de cycles après la déformation plastique;

- le domaine d'endurance limitée, où la rupture survient après un nombre fini de cycles ;
- le domaine d'endurance illimitée dans laquelle la rupture de la pièce ne survient pas, ou au moins, pas avant une durée supérieure à la durée de vie prévue de la pièce.

La prochaine étape c'est la définition de la limite d'endurance qui peut être réalisée soit par la méthode basée sur les propriétés mécaniques de traction, soit par la méthode Locati soit par la méthode « staircase » proposée par Dixon. Les deux dernières sont les plus populaires et assez simples à réaliser et ils ne nécessitent pas un grand nombre d'échantillons. De plus, la méthode Locati peut être effectuée en ayant une seule éprouvette. Son choix particulier sera décrit dans la partie expérimentale consacrée à l'étude de la tenue en fatigue (Chapitre 4).

Généralement, la tenue en fatigue de pièces rechargées est plus faible que celle de pièces fabriquées traditionnellement, par exemple, par la fusion sous vide par induction électrique. En plus, la dispersion des résultats est élevée. Cela est induit par la présence des défauts dans les pièces rechargées telles que la manque de fusion, des pores de gaz. En même temps, les hautes contraintes résiduelles (jusqu'à $+720 \pm 142$ MPa), issues de la fabrication additive, provoquent la distorsion d'échantillons lors de son découpage à partir d'un substrat. Cela génère des contraintes additionnelles de flexion lors d'un essai fatigue [MEN2019].

D'après la littérature actuellement disponible, il n'y a qu'un article dédié à l'étude de l'impact de la rugosité et des contraintes résiduelles sur la tenue en fatigue de pièces rechargées en acier maraging 1.2709. Dans leur étude, Elangeswaran (2020) ont utilisé le chargement cyclique de pièces rechargées verticalement (le long de l'axe Z) par le SLM avec les contraintes purement alternées ($R = -1$, traction-compression répétée à 30 Hz). Les essais ont été lancés jusqu'à la rupture ou jusqu'aux 2 millions de cycles sur les échantillons avec et sans post-traitements thermiques et mécaniques. Ils ont constaté que la rugosité de surface brute (valeur moyenne de R_a est 7.95 ± 0.9 μm) est plus significative – les fissures s'amorcent en plusieurs points à la surface extérieure à partir de défauts différents (manque de fusion, pores du fait d'évaporation). Les contraintes en traction de $+106 \pm 30$ MPa mesurées par DRX sur la surface extérieure, ont été considérées comme les moins significatives du fait de la petite taille de l'échantillon rechargé verticalement. Cependant, ces contraintes en traction peuvent être alternées vers les contraintes en compression après les post-traitements mécaniques – le sablage ($R_a = 2.8 \pm 0.1$ μm et les contraintes de -555 ± 76 MPa) et la finition vibratoire ($R_a = 0.29 \pm 0.02$ μm et les contraintes de -383 ± 27

MPa). Les contraintes en compression ainsi que la rugosité améliorée augmentent drastiquement la limite d'endurance de 178 MPa vers 445 MPa à $2 \cdot 10^6$ cycles [ELA2020].

Meneghetti (2019) ont considéré l'impact de la direction de rechargement en SLM, des défauts générés lors ce rechargement et de la distorsion sur la tenue en fatigue axiale. Le chargement cyclique avec les contraintes purement alternées ($R = -1$, à 20 Hz) et pilotées, est généré jusqu'à la rupture ou jusqu'aux 2 millions de cycles. La méthode « staircase » a été appliquée pour la définition de la limite d'endurance. La direction à 0° où l'échantillon est en position « allongée » et la direction de 90° (Figure 2.11) ont la même tenue en fatigue jusqu'à 30k cycles de chargement autour de 450 MPa. Après ce nombre de cycles, les échantillons rechargés à la direction de 0° ont la tenue en fatigue progressivement plus importante que celle pour la direction de 90° (182 et 91 MPa respectivement). A 2 millions de cycles, la tenue en fatigue de pièces rechargées est 2 fois plus faible que celle de pièces « traditionnelles ». Il est à noter, que le manque de fusion est le défaut majeur qui cause la rupture [MEN2019].

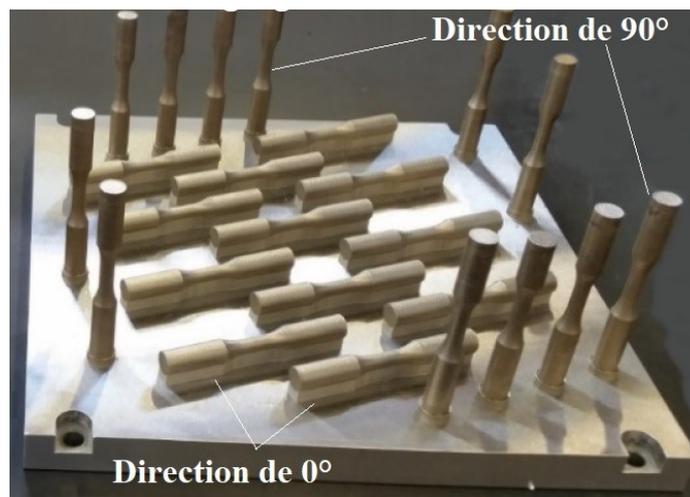


Figure 2.11 – Exemple d'échantillons de fatigue rechargés par SLM dans deux directions différentes [MEN2019]

Dans l'autre travail en utilisant la même configuration des essais, Meneghetti (2017) ont confirmé que la tenue en fatigue à $5 \cdot 10^5$ cycles de pièces rechargées à la direction à 90° et à 0° (Figure 2.11) est moins que celle d'une pièce « traditionnelle » à 33 et 72% respectivement (202 et 441 MPa) [MEN2017].

L'impact de la direction de rechargement a également été étudié par d'autres chercheurs. Rigon (2018) ont également confirmé que la direction de rechargement à 0° permet d'obtenir des pièces avec une meilleure tenue en fatigue. Les auteurs ont utilisé les mêmes paramètres d'essai

de fatigue que Meneghetti (2019) – $R = -1$, l'estimation de la tenue par la méthode « staircase » à $2 \cdot 10^6$ cycles [RIG2018].

Damon (2019) ont utilisé le chargement à $R = -1$ et à 50 Hz jusqu'à 10^7 cycles en appliquant la méthode de Dixon [DIX1948] pour estimer la tenue en fatigue. A température ambiante et à 10^7 cycles l'échantillon rechargé en direction horizontale a la tenue en fatigue de 358 MPa et celui rechargé en direction verticale de 440 MPa. Pour une référence, la pièce « traditionnelle » a la tenue en fatigue de 617 MPa. A 400°C , la tenue en fatigue de 312 MPa, 440 MPa et 650 MPa est rapportée pour la direction horizontale et verticale ainsi que pour la pièce « traditionnelle » respectivement. Jusqu'à 10^5 cycles à température ambiante, ces échantillons ont la tenue à fatigue égale à celle de pièces forgées qui normalement se cassent à partir de singularité de rugosités ou des inclusions surfaciques. Concernant les pièces rechargées, tandis qu'à la température ambiante la fracture est conditionnée par les défauts surfaciques (inclusions d'oxydes, pores), à 400°C elle est corrélée avec les défauts plutôt subsurfaciques [DAM2019].

Crocolo (2018-1, 2018-2) ont utilisé le chargement en flexion rotative de $R = -1$ à 60 Hz et la méthode « staircase » pour estimer la limite d'endurance. Après deux études consacrées à la tenue en fatigue, ils ont constaté que, pour l'acier maraging, l'impact de la direction de rechargement n'est pas aussi significatif que pour l'acier inoxydable 316L. L'influence des procédés d'usinage et des autres post-traitements mécaniques (grenaillage) est aussi plus significative pour l'acier inoxydable. Cependant, il est toujours recommandé de les appliquer même pour l'acier maraging car ils réduisent l'impact de l'anisotropie et augmentent les contraintes résiduelles en compression. La tenue en fatigue à 10^6 cycles des éprouvettes soumis au grenaillage est 418 MPa, soumis au grenaillage est l'usinage – 367 MPa, soumis au grenaillage, l'usinage est au grenaillage – 417 MPa. Ils ont également constaté que la tolérance lors de l'usinage de matériau est le facteur aussi important. Finalement, pour avoir la meilleure tenue en fatigue au niveau de 600 MPa (pour les pièces traitées thermiquement), il faut prévoir le rechargement à la direction horizontale et à la tolérance de 0.5 mm, ensuite, il faut appliquer le procédé de grenaillage afin d'induire des contraintes résiduelles en compression [CRO2018-1, CRO2018-2].

Il est important de noter que par rapport à l'acier maraging, ils existent d'autres approches d'étude de la tenue en fatigue, notamment, au domaine plastique oligocyclique. Par exemple, Branco (2018) ont réalisé l'étude de la tenue en fatigue à bas nombre de cycles à déformation imposée, à $R = -1$ et à la vitesse de déformation constante de $8 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Son étude nous permet d'avoir surtout une vision globale sur le comportement cyclique de l'acier maraging lors de

chargement. L'acier maraging a un adoucissement faible de déformation et le comportement non-linéaire dans les régimes élastique et plastique. Sa tenue en fatigue est assez loin de celle de pièces traditionnelles du fait de défauts surfaciques qui induisent une facture fragile prédominante [BRA2018]. Dans l'autre travail, Branco (2021) ont étudié la tenue en fatigue de pièces creuses avec un trou transversal de 5 mm sous le chargement cyclique multiaxial avec $R = 0$ afin de prédire la durée de vie. Afin de mieux comprendre le comportement du matériau, les essais dans le domaine plastique oligocyclique (mêmes que dans l'article de Branco (2018)) et les essais à grand nombre de cycles de chargement en contrôlant les contraintes avec $R = 0$ et avec la fréquence entre 15 et 20 Hz, ont été effectués. La limite d'endurance d'éprouvette rechargée sans post-traitements thermiques à $2 \cdot 10^6$ cycles est estimée au niveau de 266 MPa. Concernant le comportement sous le chargement multiaxial, la rupture par fatigue se caractérise par l'initiation et la croissance de deux fissures diamétralement opposées autour d'une surface de trou. Le manque de fusion est la raison majeure de cette rupture [BRA2021].

Santos (2016-1) ont réalisé l'étude de la tenue en fatigue à grand nombre de cycles de chargement en contrôlant soit le déplacement soit le chargement (contraintes). Ils ont utilisé la configuration avec les contraintes répétées en traction ($R = 0$) à 15-20 Hz. Le chargement a été appliqué cycliquement par trois blocs de 1000 cycles en conséquence suivante : de 0.75σ , de 1σ et 0.5σ . Ils ont conclu que la fracture est plutôt intergranulaire causée par la présence de pores. La tenue en fatigue dans deux régimes de contrôle (chargement ou déplacement) a presque la même valeur au haut niveau de contraintes. La tenue en fatigue à $5 \cdot 10^5$ de cycles pour l'essai de la déformation imposée est 267 MPa et à la contrainte imposée 350 MPa. C'est-à-dire, pour le haut nombre de cycles, la tenue en fatigue est mieux pour le cas où le chargement est contrôlé [SAN2016]. Dans l'autre travail et en utilisant la même configuration pour les essais, Santos (2016-2) ont obtenu la limite d'endurance de 337 MPa sous le contrôle de contraintes [FER2016].

2.2 Définition des objectifs pour le projet OCIM3D

Après avoir étudié la littérature dédiée au processus additif de l'acier maraging 1.2709 et sa caractérisation, il est devenu possible de préciser les points non maîtrisés et les sujets problématiques par rapport à la fabrication de moules d'injection et sa tenue en fatigue dans le cadre du projet OCIM3D. Les objectifs seront donc définis depuis l'analyse de la déposition d'un simple cordon jusqu'au rechargement de structures tridimensionnelles et volumiques :

- Les résultats de l'optimisation du rechargement LMD des cordons en acier maraging sont souvent présentés dans la littérature, mais il n'y a pas d'étude particulière sur les dépositions à haute et à basse énergie qui sont notées dans le paragraphe 2.1.2.1. Plus particulièrement, il faudrait définir les conditions énergétiques optimales avant le rechargement de structures en 3D. L'approche la plus efficace et simple, c'est l'optimisation de paramètres vis-à-vis de la géométrie des cordons, notamment, en visant une valeur du rapport d'aspect AR entre 3 et 4;
- Les paramètres de rechargement proposés à la fin de la première étape doivent être vérifiés sur des structures intermédiaires constituées de plusieurs cordons rechargés en utilisant deux axes de déplacement (Z et Y). Cela nous permettra d'évaluer les conditions thermiques et le profil résultant d'un échantillon lorsque l'effet d'évacuation de chaleur est limité. La plage énergétique des paramètres sera donc ensuite ajustée pour recharger les structures fines (nous nous sommes intéressés à la fabrication d'un moule) et à haute productivité;
- Puis, l'étude paramétrique du rechargement de structures cubiques sera effectuée en tenant compte des propriétés nécessaires à une pièce fonctionnelle. Cela implique l'optimisation des paramètres LMD en termes de densité, de contraintes résiduelles, de microdurété et de microstructure des échantillons. D'après la littérature actuellement disponible, il y a un manque d'informations sur l'étude des contraintes résiduelles générées lors du procédé LMD d'acier maraging et de distribution de la microdurété en fonction de paramètres de rechargement. Les propriétés optimales sont les suivantes : des contraintes proches de zéro, une porosité minimale possible et une microstructure fine;
- Afin de procéder à l'étude de la tenue en fatigue, il faut tout d'abord vérifier le comportement du matériau lors de son rechargement sur des temps longs en vue

d'atteindre des pièces avec des dimensions de plusieurs centaines de millimètres de hauteur. Du fait de l'histoire thermique différente au cours de rechargement (dépôts en continu ou séquentiels), les propriétés du matériau peuvent changer le long des éprouvettes. Cela nécessite une analyse additionnelle. Ce sujet n'a pas encore été traité par d'autres chercheurs ;

- L'autre objectif particulier, c'est l'étude de l'étape de détentionnement laser visant à réduire les contraintes résiduelles. Suite à l'étude de la littérature, on peut supposer que les procédés additifs, notamment le procédé LMD, causent l'apparition de contraintes assez élevées qui impactent la tenue en fatigue et entraînent la distorsion de pièces rechargées. Selon les études peu nombreuses, il est théoriquement possible de réduire les contraintes en appliquant le procédé de traitement laser. Mais cela va changer drastiquement l'histoire thermique qui définit les propriétés de matériau après le rechargement ;
- Afin de mieux comprendre et prédire l'effet du détentionnement laser, des essais additionnels et la modélisation par éléments finis sont à faire. L'étude bibliographique sur ces sujets et la discussion seront présentées dans les chapitres suivants. En plus, l'impact de différents états du matériau issu de rechargement sur la tenue en fatigue n'était pas encore traité. Les conclusions sur l'étude de l'impact des divers paramètres sur la tenue en fatigue et les recommandations vers la fabrication additive de pièces fonctionnelles seront donc finalement abordées.

Chapitre 3. Etude paramétrique du procédé LMD

Sommaire

3.1 Rechargement LMD de « simple cordon »	77
3.1.1 Dispositif de rechargement	77
3.1.2 Dispositifs de caractérisation.....	80
3.1.2.1 Estimations des contraintes résiduelles	80
3.1.2.2 Mesures de porosité / densité.....	82
3.1.2.3 Topographie des surfaces / volumes.....	84
3.1.2.4 Analyse de la microstructure et mesures de microdureté	86
3.1.3 Etat de poudre d'acier maraging	86
3.1.4 Plan expérimental de rechargement	89
3.1.5 Analyse de cordons rechargés	91
3.1.5.1 Analyse de géométrie.....	91
3.1.5.2 Analyse de variances (ANOVA).....	96
3.2 Rechargement LMD de « mur »	98
3.2.1 Plan expérimental de rechargement.....	98
3.2.2 Analyse des échantillons	100
3.3 Rechargement LMD de « cube »	102
3.3.1 Plan expérimental de rechargement.....	103
3.3.2 Caractérisation de cubes rechargés	104
3.3.2.1 Estimation des contraintes résiduelles.....	104
3.3.2.2 Analyse de la densité	111
3.3.2.3 Analyse de la microdureté	114
3.3.2.4 Analyse de la microstructure	118
3.4 Conclusions.....	124

Dans cette partie du manuscrit l'optimisation paramétrique du procédé additif LMD sera réalisée afin d'obtenir les paramètres optimaux de rechargement de pièces 3D de petits volumes. L'optimisation est réalisée en considérant les critères de la densité, des contraintes résiduelles et de la microstructure de pièces rechargées.

La première partie de ce chapitre présentera la description de la machine LMD hybride, les caractéristiques du procédé et les moyens de caractérisation du matériau. En plus, l'analyse de l'état de la poudre métallique sera abordée.

L'optimisation du procédé commencera par l'étude du rechargement de « simple cordon ». Les paramètres optimaux seront sélectionnés en essayant d'atteindre des cordons ayant un ratio d'aspect (AR) entre 3 et 5.

Puis, les paramètres définis à la fin de l'étape précédente seront utilisés pour l'étude du rechargement de structures de type « mur » ou d'empilage de plusieurs cordons. Les paramètres optimaux qui permettent d'obtenir un bon ratio entre la productivité et le profil géométrique seront définis.

Ensuite, l'étude paramétrique du rechargement de cubes sera abordée sur plusieurs niveaux par rapport aux propriétés significatives pour la tenue en fatigue, i. e. la densité de pièces, les contraintes résiduelles et la microstructure. De plus, la distribution de la microdureté sera analysée.

3.1 Rechargement LMD de « simple cordon »

Dans le deuxième chapitre, nous avons particulièrement présenté les principes de rechargement LMD. Afin d'avancer vers la démarche expérimentale, il faudrait décrire les dispositifs expérimentaux de préparation et de caractérisation des échantillons rechargés. L'état de la poudre métallique d'acier maraging choisie pour les essais doit être également caractérisé.

3.1.1 Dispositif de rechargement

Le schéma de principe du rechargement LMD, qui a été présenté sur la Figure 1.11 (a), ne tient compte pas des spécificités de la machine particulière utilisée dans le cadre du présent projet. Les Figures 3.1 (a-d) présentent la vue générale et le principe de fonctionnement de la machine hybride AMH-350 (Tongtai, Taiwan) sur laquelle les essais de rechargement ont été réalisés. Cette machine est équipée de deux technologies (Figure 3.1 (b, c)) et permet de réaliser l'opération de rechargement et d'usinage de façon séquentielle dans la même enceinte de travail. Cependant, nous nous concentrons sur la partie de rechargement constitué par une tête laser produite par Optomec (USA) (Figure 3.1 (c)). Cette tête laser dispose d'une solution technologique dénommée LENS et brevetée par Optomec. Cette tête utilise quatre buses individuelles (Figure 3.1 (c, d)) de 1.2 mm de diamètre de sortie. Cette tête a été conçue pour le rechargement productif de structures fines avec changement abrupt de profil (par exemple, une structure en forme de T). L'argon (Ar) est utilisé comme gaz de protection de la lentille avec un débit de 30 l/min. Il est aussi utilisé comme gaz de transport de la poudre avec un débit de 7 l/min. En théorie, le rechargement devrait se faire sur un support/substrat de même nature que la poudre, i.e. l'acier maraging 1.2709. Dans notre étude, nous avons choisi des plaques en acier 1.1730 (XC48) de dimensions 100x100x15 mm. Les paramètres technologiques importants du procédé LMD sont marqués sur la Figure 3.1 (d). Le diamètre du spot laser est variable entre 0.667 et 0.980 mm à la position focale de 7.6 mm de la buse. Pour nos essais, nous avons choisi le diamètre maximal de 0.98 mm. Le distributeur de la poudre est fourni par Optomec (USA).

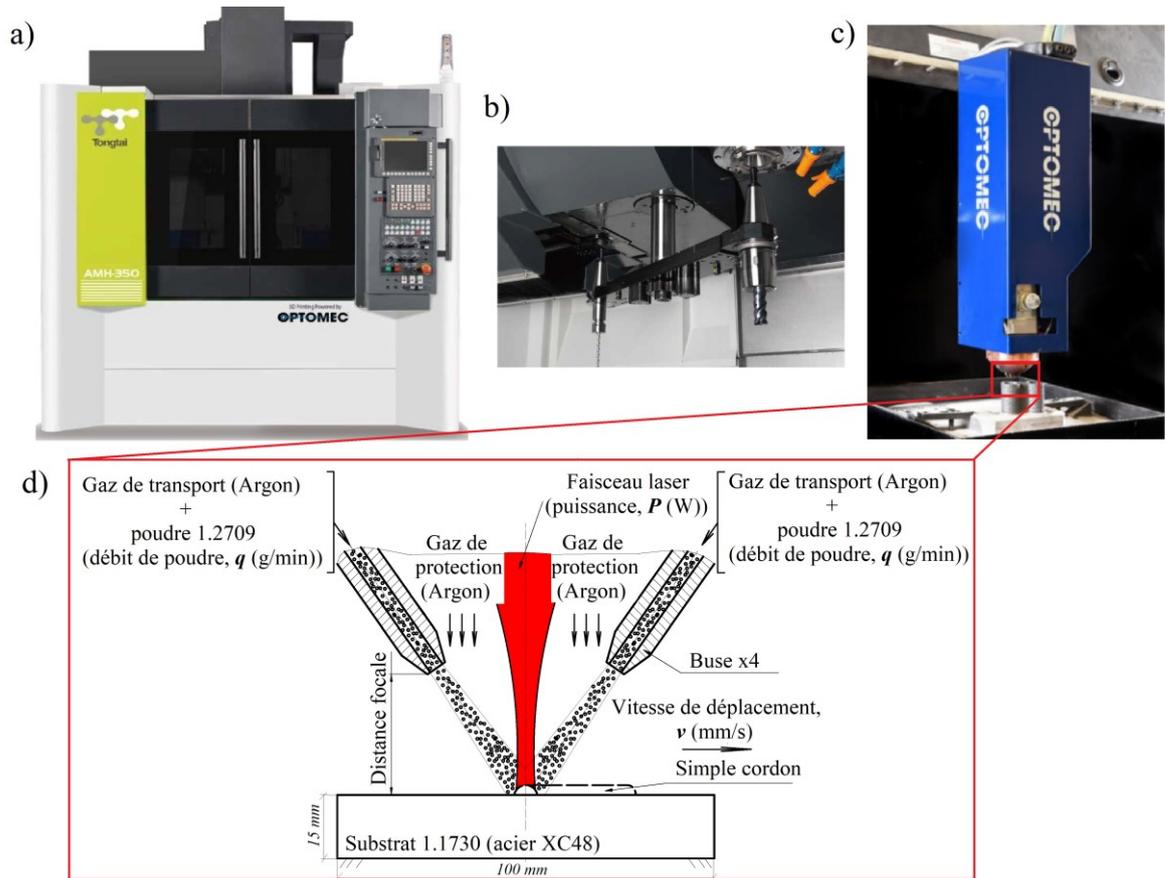


Figure 3.1 – Vue générale de la machine LMD hybride AMH-350 (a), partie centre d’usinage (b), partie tête laser « multi-jet » (c), schéma et paramètres de rechargement (d)

Tandis que la valeur de distance focale du faisceau laser est donnée par le fournisseur et égale à 7.6 mm, la focalisation du jet de poudre est inconnue. Théoriquement, le fournisseur doit assurer les bonnes conditions de focalisation et d’efficacité de fusion de poudre, mais il est toujours recommandé de vérifier la position de rechargement par rapport au jet de la poudre. Afin d’analyser le profil du jet de poudre, une caméra rapide Phantom VEO-710L a été utilisée ainsi qu’une source de lumière pour éclairer le jet de poudre (Figure 3.2). Les images reçues à 100 FPS et 9900 μ s du temps d’exposition, ont été ensuite traitées dans le logiciel Callisto afin de trouver la position focale du jet de poudre. La Figure 3.3 présente un exemple du jet de poudre à la vitesse de rotation du distributeur de 24 tr/min. Il est clair que le diamètre minimal D_{jet} du jet est supérieur à celui de faisceau laser. Normalement, il est au moins deux fois plus élevé, ce qui réduit l’efficacité d’utilisation de la poudre. En plus, la position focale varie entre 8.24 et 8.85 mm. Il est donc raisonnable de décaler le substrat vers 8.5 mm afin d’assurer les meilleures conditions de fusion de poudre. Le diamètre du spot laser sera donc environ 1.01 mm à cette nouvelle distance focale selon une spécification fournie par Optomec.

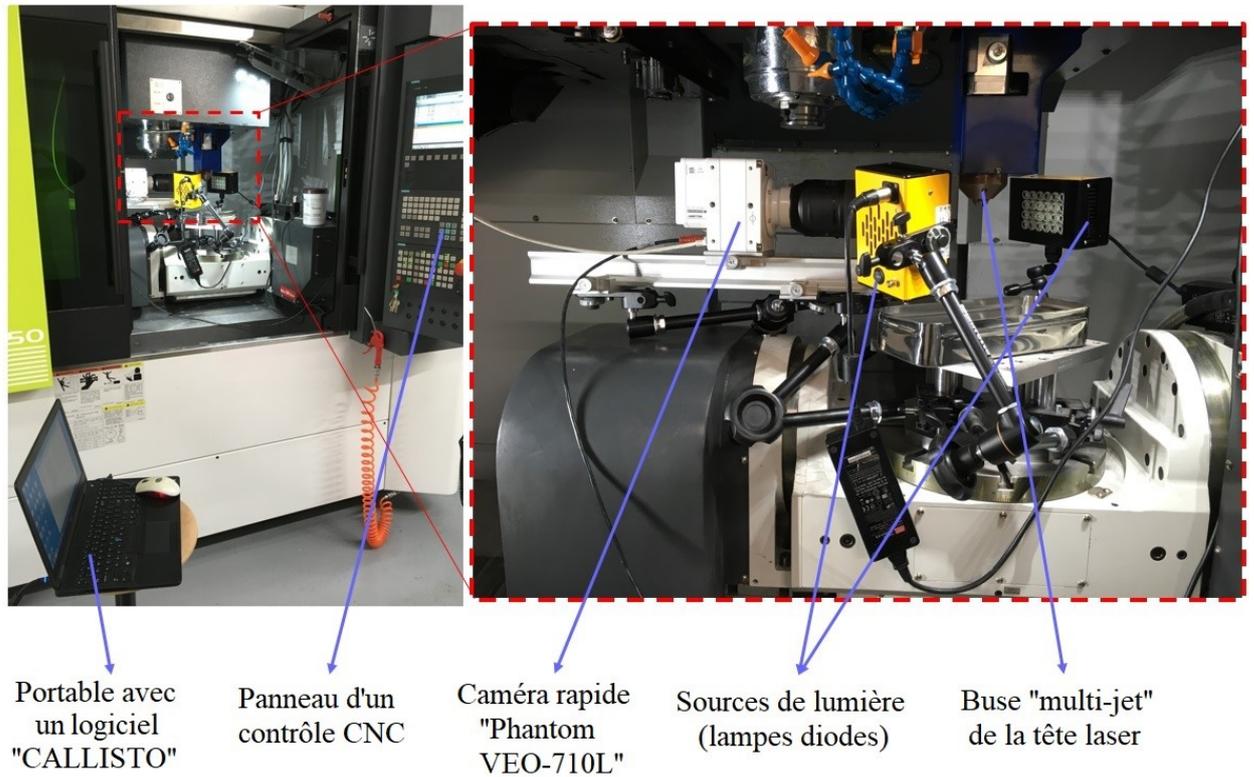


Figure 3.2 – Analyse du jet de poudre par une caméra haute vitesse Phantom VEO-710L

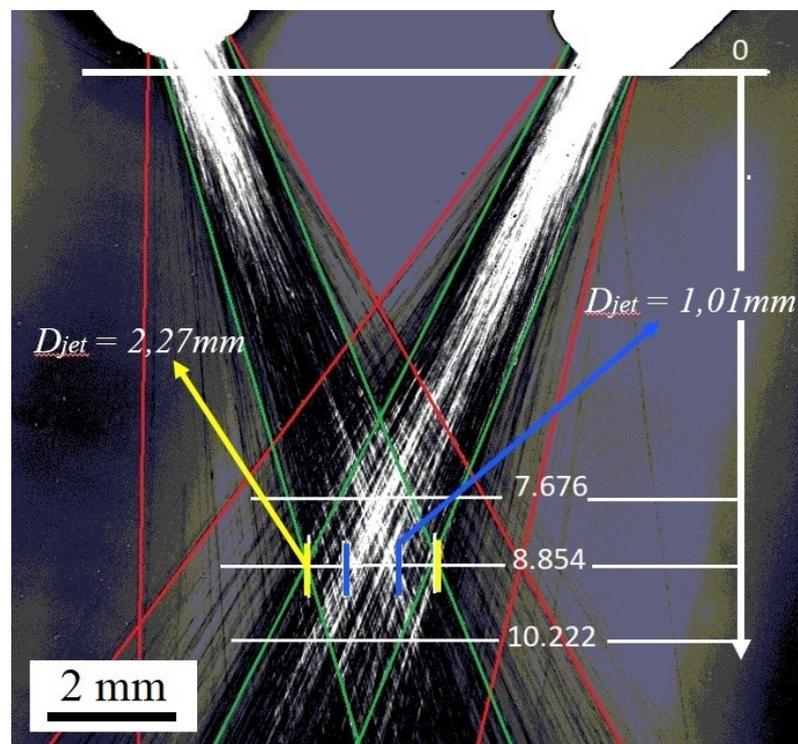


Figure 3.3 – Exemple de jet de poudre filmé à 100 FPS et 9900 μs de temps d'exposition

Il est à noter que le débit de poudre RPM exprimé en tr/min correspond à un paramètre technologique de la machine. Une relation a été identifiée expérimentalement entre cette grandeur

et le débit q en grammes par minute (g/min) (Eq. 3.1). Pour effectuer cette conversion, nous avons mesuré la masse de poudre en fonction du temps après stabilisation de l'écoulement.

$$q \left(\frac{g}{min} \right) = 1.088 \cdot RPM + 0.36 \quad (\text{Eq. 3.1})$$

3.1.2 Dispositifs de caractérisation

3.1.2.1 Estimations des contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles peuvent être estimées par des méthodes destructives et non-destructives. Les approches destructives (perçage incrémental, méthode du contour, méthode de la flèche etc.) normalement ne sont pas chères mais leurs précisions sont relativement faibles. D'un autre côté, elles permettent de mesurer les contraintes sur presque toute l'épaisseur d'un échantillon. Les approches non-destructives sont plus chères et plus précises. Leurs points faibles proviennent de la faible profondeur de mesure. Par exemple, les mesures par diffraction de rayons X sont plutôt surfaciques car le volume d'interaction entre les rayons X et la matière est de quelques microns. La diffraction par rayonnement de neutrons permet d'avoir une distribution volumétrique (jusqu'à 500 μm en profondeur) de contraintes avec une haute précision [LI2018]. A contrario, il est très complexe et très onéreux d'avoir une source de neutrons.

Dans le cadre du présent travail, nous avons à disposition un appareil de diffraction de rayons X de type PROTO XRD® (Figure 3.4 (a)). Les mesures sont réalisées à l'aide d'un collimateur de forme circulaire de 2 mm de diamètre. Par son origine, la diffraction de rayons X mesure la distance entre les plans cristallins ou la distance inter-réticulaire d_h . Cette distance dépend de la déformation. Si le matériau est soumis à de la tension, la distance inter-réticulaire augmente et, inversement, s'il y a de compression, la distance d_h réduit. Les contraintes résiduelles peuvent être calculées en connaissant la déformation des cristaux ε_d qui, en même temps, se définit par les angles de diffraction θ_d . Au cours de la mesure, la source de rayons X balaie suivant un angle β afin de trouver la condition de diffraction pour différents plans cristallins (Figure 3.4 (b)). La loi de Bragg permet de lier la distance inter-réticulaire d_h et l'angle de diffraction θ_d (Figure 3.4 (c)) où λ_{rx} est la longueur d'onde émise par la source RX et n est l'ordre de diffraction. La relation entre l'angle de diffraction de référence θ_d (structure non-déformée) et l'angle décalé θ_{dec} (structure déformée) permet de calculer la déformation ε_d . Finalement, en ayant cette déformation, la loi des $\sin^2\psi$ permet de calculer la contrainte principale σ_{xx} (Eq. 3.2) où A_e est une constante élastique radiocristallographique calculée à partir des caractéristiques mécaniques macroscopiques telles que le module d'élasticité E , le coefficient de Poisson du matériau ν , et le facteur

d'anisotropie radiocristallographique φ , et ψ est l'angle formé entre la normale aux plans diffractant et la normale à la surface :

$$\sigma_{xx} = \varepsilon_d \cdot \pi / 180 \cdot A_e / \sin^2 \psi \quad (\text{Eq. 3.2})$$

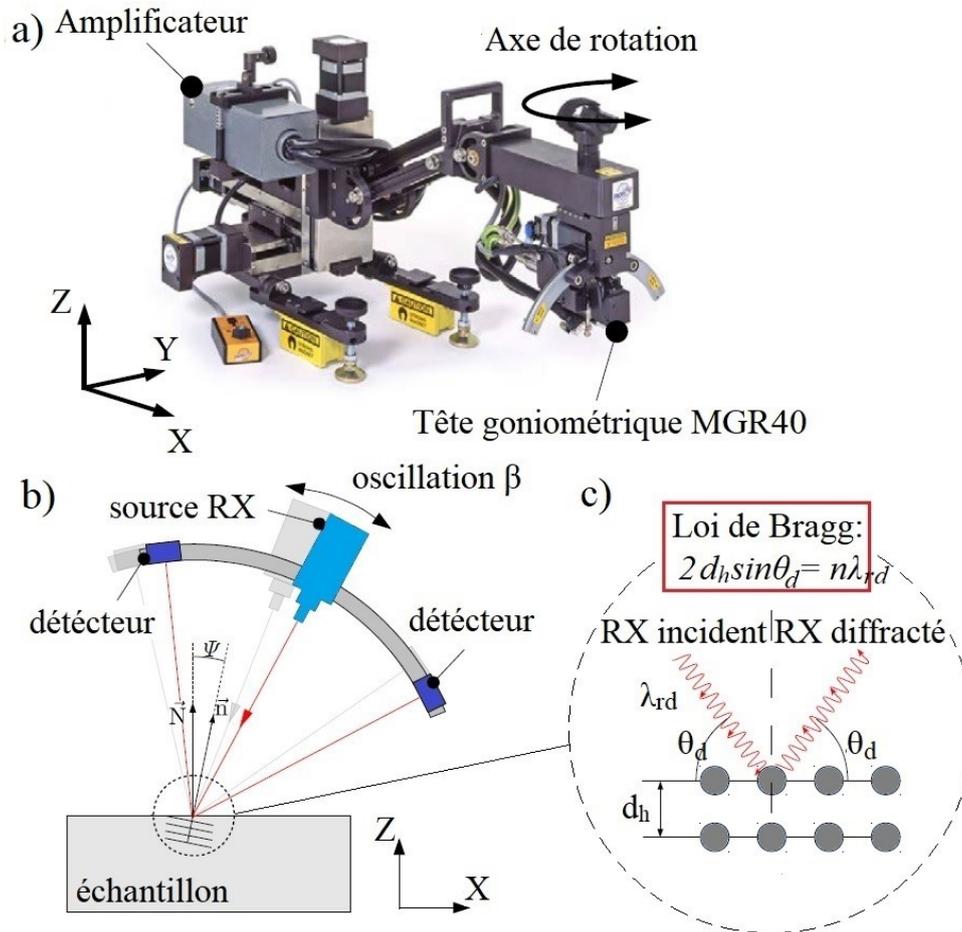


Figure 3.4 – Appareil de l'analyse de contraintes résiduelles PROTO (a), schéma de mesures de contraintes (b) et représentation de la loi de Bragg (c)

Finalement, les paramètres de mesures des contraintes résiduelles par DRX sont choisis selon Mugwagwa (2018-1) pour l'acier Maraging 1.2709 et ils sont listés dans le Tableau 3.1 ci-dessous. Dans ce travail, compte tenu de la très forte hétérogénéité des contraintes résiduelles dans le volume des échantillons selon la littérature, les contraintes sont mesurées uniquement au centre des échantillons afin d'avoir un point de référence unique permettant d'évaluer les tendances.

Tableau 3.1 – Paramètres de mesures de contraintes par DRX [MUG2018-1]

S_1 (MPa ⁻¹)	$0.5S_2$ (MPa ⁻¹)	Nombre de pas	Intervalle de ψ	2θ	Pic de diffraction	Radiation	Diamètre de collimateur (mm)
$-1.28 \cdot 10^{-6}$	$5.72 \cdot 10^{-6}$	9	$-33^\circ, 33^\circ$	156.41	0.19	Cr K- α	2

3.1.2.2 Mesures de porosité / densité

Parmi les méthodes de mesures de la densité ou de la porosité, il existe des approches destructives et non-destructives. La méthode destructive permet de mesurer la densité d'un échantillon à partir de plusieurs sections scannées par microscopie optique. Le deuxième groupe utilise soit le principe de la méthode d'Archimède, soit la radiographie par rayons X (tomographie). Dans ce travail, nous nous concentrons sur la méthode destructive ainsi que sur l'approche d'Archimède. La tomographie est limitée pour caractériser les petites porosités. A contrario, elle est assez précise pour les grosses porosités et permet d'obtenir une distribution et une forme des pores dans l'échantillon plein. Cependant, cette méthode ne convient que pour les petits échantillons (volume de quelques millimètres cubiques) car le temps de mesures est long. Cette technologie est aussi très onéreuse. Dans ce travail, nous nous concentrons sur la méthode destructive, ainsi que sur la méthode d'Archimède.

La méthode destructive nécessite le découpage d'un échantillon en plusieurs parties. Puis, les sections choisies pour l'analyse de porosité doivent être enrobées et bien polies. La microscopie optique permet ensuite de prendre une image globale d'une section particulière. Dans notre travail, le microscope optique Olympus CX22 est utilisé (Figure. 3.5). En ajustant le contraste et la luminosité, une image en noir et blanc peut être générée. Cette image est traitée soit par un logiciel conçu pour le traitement d'images, soit par un code écrit dans un logiciel de programmation et de traitement de données tel que Matlab. Le taux de porosité est estimé en séparant les parties blanches (matériau dense), et les parties noires (pores). Evidemment, cette méthode est uniquement surfacique et ne peut pas être réalisée dans tout le volume. Elle est basée sur l'hypothèse forte que la distribution des porosités est homogène dans les autres sections non étudiées. Cette hypothèse n'est pas évidente dans les pièces issues de LMD, car les conditions de fusion de la poudre et de solidification peuvent varier dans le temps et l'espace. L'étude de Spierings et Schneider (2011) montre que la différence entre cette méthode et l'approche d'Archimède est inférieure à 1% pour les échantillons assez denses ($\rho > 98\%$) fabriqués par SLM [SPI2011].



Figure 3.5 – Microscope optique Olympus CX22

Selon Spierings et Schneider (2011), la méthode d'Archimède est la plus économique, la plus précise, facile à réaliser et de bonne répétabilité de mesures [SPI2011]. Cette méthode implique le principe de pesée du volume de liquide déplacé par un objet soumis à la mesure de la densité. Pour effectuer cela, il faut tout d'abord peser l'échantillon dans l'air et trouver sa masse m . Puis, cet échantillon doit être plongé soit dans l'eau distillé ou déminéralisé soit dans l'acétone. L'acétone a moins de tension surfacique et permet d'éliminer les poches d'air qui fausseraient la mesure. Cependant, pour une surface assez lisse, la différence entre ces deux liquides n'est pas significative [SPI2011]. La masse de l'échantillon plongé dans un liquide m_p doit être enregistrée. La densité de l'échantillon peut être calculée selon l'équation ci-dessous (Eq. 3.3) ou ρ_l est la densité de liquide :

$$\rho = m / (m - m_p) \cdot \rho_l \quad (\text{Eq. 3.3})$$

Il est à noter, que la valeur de la densité de liquide doit être choisie en fonction de sa température mesurée au cours de la mesure. Afin d'évaluer la dispersion des mesures, il est nécessaire d'effectuer les mesures plusieurs fois sur le même morceau d'échantillon. Dans ce projet, les mesures ont été réalisées sur la balance Mettler Toledo AB104-S (Figure 3.6).

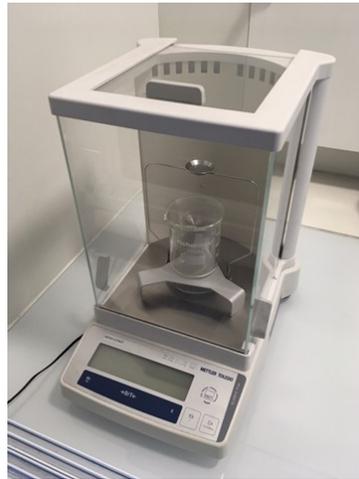


Figure 3.6 – Balance Mettler Toledo AB104-S

3.1.2.3 Topographie des surfaces / volumes

Pour analyser la topographie, notamment, la forme et la rugosité des surfaces externes des échantillons, le microscope confocal est un bon choix. Dans notre projet le microscope Alicona G4 (Figure 3.7) a été utilisé pour tout d’abord mesurer les profils de cordon simples, notamment, son ratio d’aspect (AR) et, puis, des structures plus avancées (murs, cubes). Grâce à la variation de focus, la gamme de surfaces mesurables est large. La précision est cependant limitée par la résolution verticale (jusqu’à 10 nm pour le grossissement de 100x).



Figure 3.7 – Microscope confocal Alicona G4

La position d’un substrat lors des mesures de cordon simples et de murs est présentée sur la Figure 3.8 (a, b). Concernant les cordons, la surface haute sur le dessus des échantillons est scannée tandis que la surface d’un côté est scannée pour tous les murs.

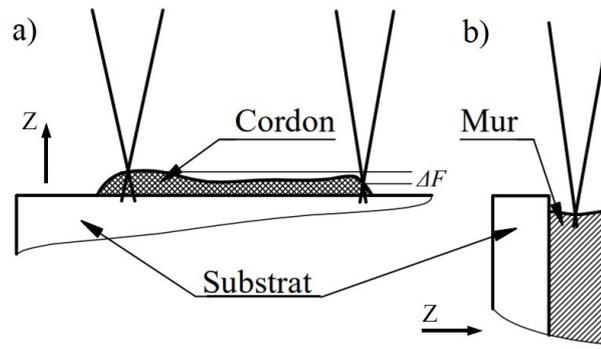


Figure 3.8 – Position d’un substrat lors des mesures sur le microscope Alicona : d’un cordon (a) et d’un mur (b)

La caractérisation des cordons est présentée sur la Figure 3.9 (a-c). Au début, toute la surface d’un cordon est scannée ce qui produit une image multi-couleur, qui représente la position de chaque point sur le cordon (Figure 3.9 (a)). Puis, le cordon est découpé en sections transversales afin d’obtenir des largeurs W et des hauteurs H pour chaque section (Figure 3.9 (b, c)). Enfin, le logiciel de traitement de données (Excel, Matlab) est appliqué pour obtenir la distribution du ratio d’aspect $AR = W/H$ dans toutes les sections d’un seul cordon. Ainsi on obtient une distribution de AR pour une condition de dépôt.

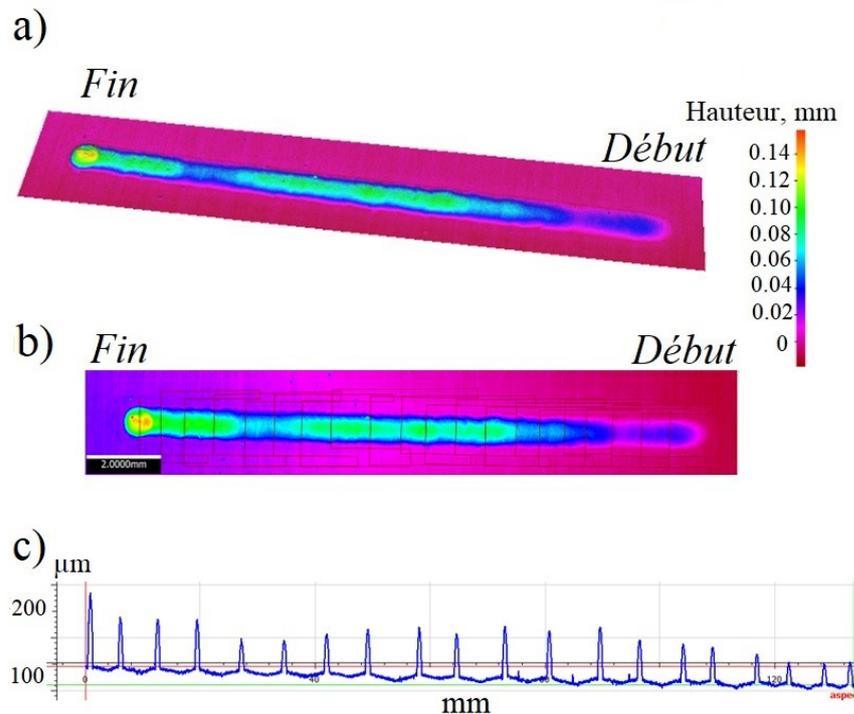


Figure 3.9 – Chemin de mesures des profils d’un unique cordon simple : vue de cordon scanné (a), choix des sections transversales (b) et profils mesurés à partir de 20 sections (c)

3.1.2.4 Analyse de la microstructure et mesures de microdureté

La distribution de la dureté sur une surface peut être évaluée par un microduromètre Buehler Wilson VH1102 en utilisant la charge de 300 grammes ou HV0.3. Pour préparer les échantillons, l'enrobeuse Buehler et la polisseuse Buehler EcoMet-250 ont été utilisées. Le polissage des échantillons est réalisé progressivement en utilisant les papiers SiC de 240 μm à 1200 μm puis en finissant sur un feutre imbibé d'un liquide chargé de particules en diamant. Pour l'attaque chimique de l'acier maraging, le réactif de Nital 3% a été choisi.

Le microscope optique Olympus CX22 a été utilisé pour l'analyse de la microstructure et de la densité d'échantillons. La microscopie électronique à balayage sur l'appareil Tescan Vega a été utilisée pour l'analyse de la microstructure d'échantillons rechargés, de la morphologie et de la composition de poudre métallique.

3.1.3 Etat de poudre d'acier maraging

Pour effectuer le rechargement LMD, la poudre d'acier maraging doit être approvisionnée. Dans ce projet deux lots de poudre d'acier maraging 1.2709 ont été fournis par Sandvik respectivement en 2018 et en 2021. Ces deux lots ont une granulométrie dite de 32-106 μm . Selon la spécification, cette plage des tailles inclut 93 % de particules de la poudre. La reste des particules sont inférieur à 32 μm ou supérieur à 106 μm . Le premier lot de poudre a été utilisé pour le rechargement de simples cordons, des murs et des échantillons cubiques ainsi que pour certains échantillons conçus pour les essais de fatigue (Chapitre 3, Chapitre 4). Le deuxième lot a été approvisionné en 2021 pour le rechargement des échantillons soumis à la relaxation laser (Chapitre 5) ainsi que pour la fabrication des éprouvettes de fatigue (Chapitre 4).

Du fait de deux lots différents fournis, il faut tout d'abord vérifier l'état des poudres livrées et établir les différences possibles. La distribution des tailles de particules (analyse PSD) a été analysée sur le morphogranulomètre optique OCCHIO NanoXY (USA) (Figure 3.10 (a)) grâce à la dispersion des particules sous vide et le traitement d'une image de chaque particule. Les résultats de PSD sont présentés sur la Figure 3.10 (b) pour les deux lots de poudre. Ces distributions sont proches et conformes à la distribution théorique envoyée par Sandvik et aux normes de la distribution Gaussienne.

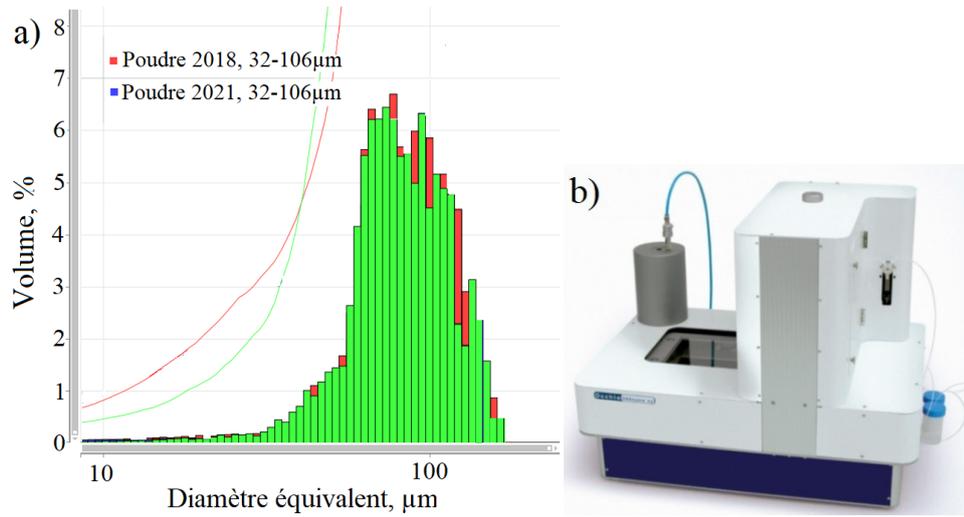


Figure 3.10 – Résultats de PSD de deux lots de poudre 1.2709 (a), morphogranulométrie OCCHIO NanoXY (b)

La morphologie des particules est analysée par microscopie à balayage (MEB) Tescan Vega et présentée sur la Figure 3.11 (a, b). Dans les deux lots de poudre, on voit bien les particules allongées ainsi que les satellites – petites particules de quelques dizaines de microns collées aux plus grandes. Il faut noter que la présence de particules non-uniformes est nuisible pour la coulabilité dans les procédés additifs, notamment, pour le procédé SLM. Cependant, dans le cas de la fusion par LMD ou LENS, cette bonne sphéricité n'est pas nécessaire [BOI2012]. Cela limite le coût de la poudre pour le LMD.

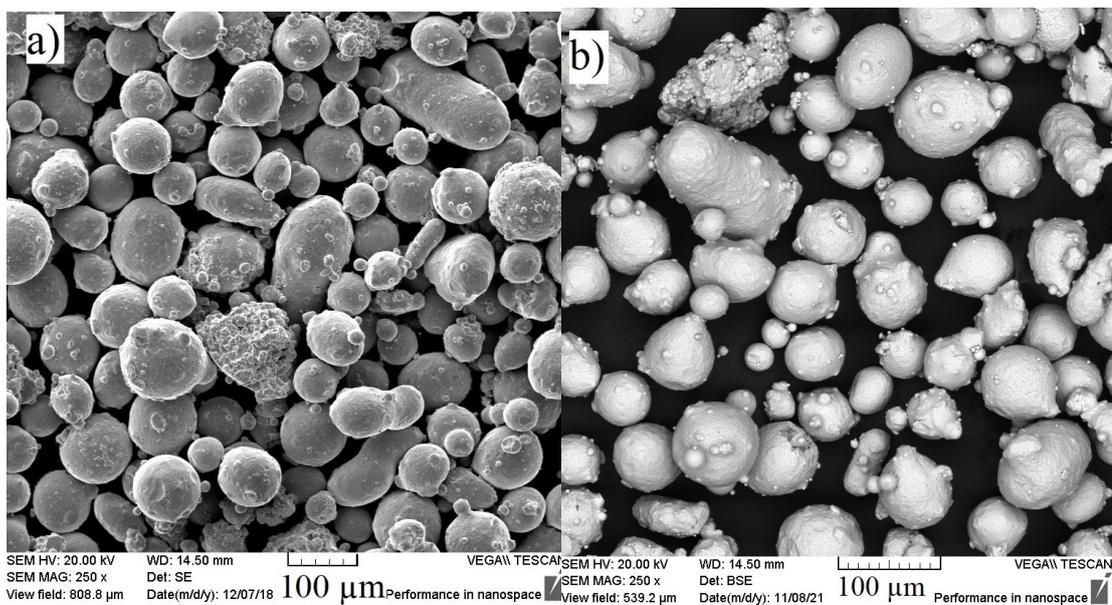


Figure 3.11 – Morphologie de poudre fournie en 2018 (a) et en 2021 (b)

Afin de vérifier la composition des poudres, le module de spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDX) du microscope électronique Tescan Vega est utilisé avec un diamètre du spot de 3 μm . Pour diminuer l'erreur de mesures de la composition, la préparation d'échantillons enrobés et polis est nécessaire. Puis, les mesures sont effectuées à partir d'une surface plate de plusieurs particules comme indiqué sur la Figure 3.12 (a, b). Plusieurs points ont été pris pour diminuer les erreurs possibles du fait de l'épaisseur restante de particules polies – les mesures sont effectuées à la profondeur de quelques microns de la surface. Le résumé de l'analyse de la composition ainsi que la dispersion des deux lots de poudre est présenté dans le Tableau 3.2. Dans ce tableau, les valeurs moyennes sont indiquées. Elles ont été prises à partir de la surface soulignée par les rectangles rouges sur les Figures 3.12 (a, b). Selon ces données, on peut conclure que la poudre d'acier maraging livrée en 2018 (premier lot) a une plus haute teneur en Nickel, en Aluminium et en Titane que le deuxième lot de poudre de 2021. Néanmoins, ces valeurs sont dans la tolérance possible selon le standard européen DIN 1.2709. Cependant la différence de teneur en Titane ou Aluminium (qui gèrent les précipités) peut jouer un rôle significatif dans la formation de la microstructure et des propriétés mécaniques.

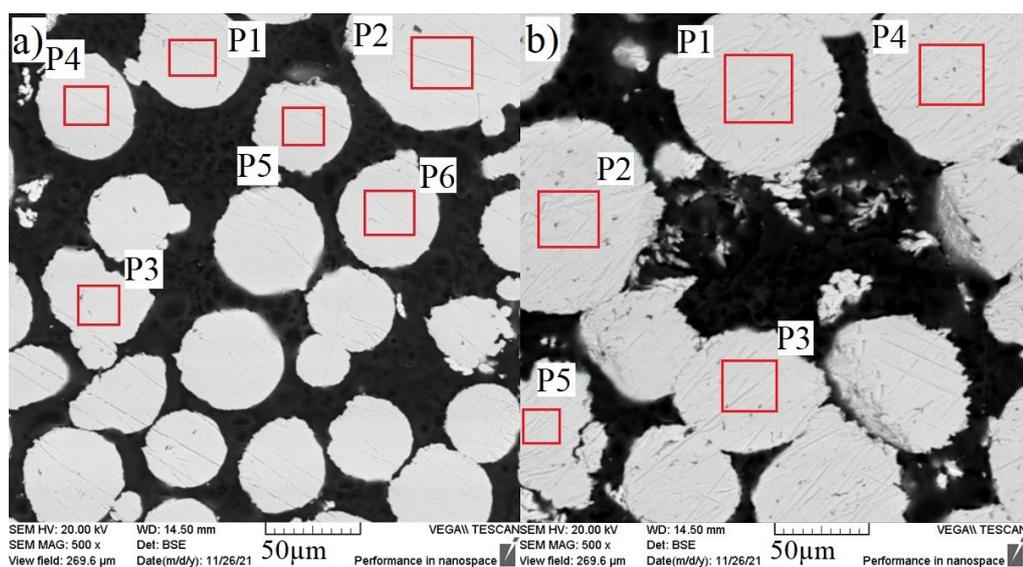


Figure 3.12 – Position de points de mesures EDX sur la poudre livrée en 2018 (a) et en 2021 (b)

Tableau 3.2 – Comparaison des mesures EDX sur deux lots de poudre

Elément (%)	Poudre 1.2709 (Sandvik, 2018)	Poudre 1.2709 (Sandvik, 2021)	Norme de la composition (DIN 1.2709)
Ni	17.0±0.4	17.4±0.2	17.0-19.0
Mo	5.15±0.35	5.2±0.2	4.5-5.2
Co	10.1±0.1	10.1 ±0.05	8.5-10.0
Al	0.10±0.3	0.14±0.4	0.05-0.15
Ti	0.6±0.25	0.9±0.1	0.8-1.2

3.1.4 Plan expérimental de rechargement

Parmi les différents plans expérimentaux, les plans factoriels sont courants car ils sont les plus simples à mettre en œuvre et ils permettent de mettre en évidence très rapidement l'existence d'interactions entre les facteurs. Le terme « facteur » implique ici les paramètres majeurs du procédé de rechargement qui peuvent être contrôlés lors des essais – la puissance P (W), la vitesse v (mm/s) et le débit de poudre q (g/min). Le nombre total d'essais N dans le plan factoriel se définit par l'équation 3.4 (Eq. 3.4) avec k_1 le nombre de niveaux de variation des facteurs, k_2 le nombre de facteurs et k_3 le nombre de répétitions ou réplifications. Il est à noter que les plans définis par l'équation 3.4 sont les plans factoriels complets. Parfois, un tel plan conduit à un nombre d'essais trop important à réaliser. C'est pourquoi les plans factoriels fractionnaires ont été introduits, ce qui réduit le nombre de facteurs k_2 à une valeur de « fraction » n (Eq. 3.5). Le terme « répétition » est utilisé lorsque l'on refait 2 ou 3 fois la mesure lors d'un seul démarrage de la machine. A contrario, on parle de « réplification » lors de démarrage multiples, souvent randomisés.

$$N = k_1^{k_2} \cdot k_3 \quad (\text{Eq. 3.4})$$

$$N = k_1^{k_2-n} \cdot k_3 \quad (\text{Eq. 3.5})$$

Dans le cadre du présent travail, nous avons choisi le plan factoriel complet. Pour 3 facteurs, 3 niveaux de variation de paramètres et 3 réplifications il y a $N = 3^3 \cdot 3 = 81$ essais au total. Dans le chapitre 2.1.1 nous avons constaté qu'il y a deux modes possibles du rechargement – à haute énergie et à basse énergie (E_s). Pour la référence, nous allons choisir les résultats d'optimisation effectués par Karg (2016), notamment, par rapport à l'énergie spécifique Q_s ([KAR2016], Eq. 1.6). Pour le premier groupe d'essais, qui contient 81 cordons à recharger à haute énergie, nous avons défini la gamme des énergies E_s entre 67 et 167 J/mm². Les différents paramètres pour le plan expérimental de « haute-énergie » sont présentés dans le Tableau 3.3.

Tableau 3.3 – Plan d'expérience factoriel complet « haute-énergie »

Cordon	Puissance, P (W)	Vitesse, v (mm/s)	Débit de poudre, q (g/min)	Densité de poudre, Q_p (g/dm ²)	Densité d'énergie, E_s (J/mm ²)
1	250	3.9	2.7	12.0	66.8
2	310	3.1	1.8	10.1	104.2
3	370	2.3	3.6	27.1	167.6
4	310	3.9	2.7	12.0	82.8
5	250	2.3	1.8	13.6	113.2
6	370	3.9	1.8	8.0	98.8
7	250	3.1	3.6	20.2	84.2
8	310	3.1	3.6	20.2	104.2

9	370	3.9	2.7	12.0	98.8
10	250	3.1	1.8	10.1	84.0
11	310	2.3	1.8	13.6	140.4
12	310	3.9	1.8	8.0	82.8
13	250	2.3	2.7	20.4	113.2
14	370	3.1	3.6	10.1	124.3
15	310	2.3	2.7	20.4	140.4
16	310	2.3	2.7	20.4	140.4
17	250	3.9	3.6	16.0	66.8
18	370	2.3	1.8	13.6	167.6
19	310	2.3	3.6	27.2	140.4
20	250	3.1	2.7	15.1	84.0
21	370	3.1	1.8	10.1	124.3
22	310	3.9	3.6	16.0	82.8
23	370	3.1	2.7	15.1	124.3
24	250	2.3	3.6	27.2	113.2
25	370	2.3	2.7	20.4	167.6
26	370	3.9	3.6	16.0	98.8
27	310	3.1	2.7	15.1	104.2

Concernant les paramètres du deuxième groupe et selon la littérature étudiée, l'énergie E_s entre 28 et 65 J/mm² a été prise en compte. Le plan expérimental pour le rechargement à basse énergie est présenté dans le Tableau 3.4. Afin de conserver le même apport massique à la vitesse v haute, le débit de poudre q a été également augmenté.

Tableau 3.4 – Plan d'expérience factoriel complet « basse-énergie »

Cordon	Puissance, P (W)	Vitesse, v (mm/s)	Débit de poudre, q (g/min)	Densité de poudre, Q_p (g/dm ²)	Densité d'énergie, E_s (J/mm ²)
1	310	11.7	5.4	8.0	27.6
2	370	9.3	3.6	6.0	41.4
3	430	6.9	7.2	17.0	64.9
4	370	11.7	5.4	8.0	32.9
5	310	6.9	3.6	9.0	46.8
6	430	11.7	3.6	5.0	38.3
7	310	9.3	7.2	13.0	34.7
8	370	9.3	7.2	13.0	41.4
9	430	11.7	5.4	8.0	38.3
10	310	9.3	3.6	6.0	34.7
11	370	6.9	3.6	9.0	55.9
12	370	11.7	3.6	5.0	32.9
13	310	6.9	5.4	13.0	46.8
14	430	9.3	7.2	13.0	48.2
15	370	6.9	5.4	13.0	55.9
16	310	11.7	7.2	10.0	27.6
17	430	6.9	3.6	9.0	64.9
18	370	6.9	7.2	17.0	55.9
19	310	9.3	5.4	10.0	34.7
20	430	9.3	3.6	6.0	48.2
21	370	11.7	7.2	10.0	32.9
22	430	9.3	5.4	10.0	48.2
23	310	6.9	7.2	17.0	46.8
24	430	6.9	5.4	13.0	64.9

25	430	11.7	7.2	10.0	38.3
26	370	9.3	5.4	10.0	41.4
27	310	11.7	3.6	5.0	27.6

3.1.5 Analyse des cordons rechargés

3.1.5.1 Analyse de la géométrie

L'ensemble des 81 cordons de 20 mm en longueur rechargés à haute énergie est présenté sur la Figure 3.13 (a). Les photos d'une surface centrale et les images scannées de cordons rechargés à la haute énergie ($E_s = 104 \text{ J/mm}^2$) et aux différents débits de poudre q sont présentées sur les Figures 3.13 (b, c) respectivement.

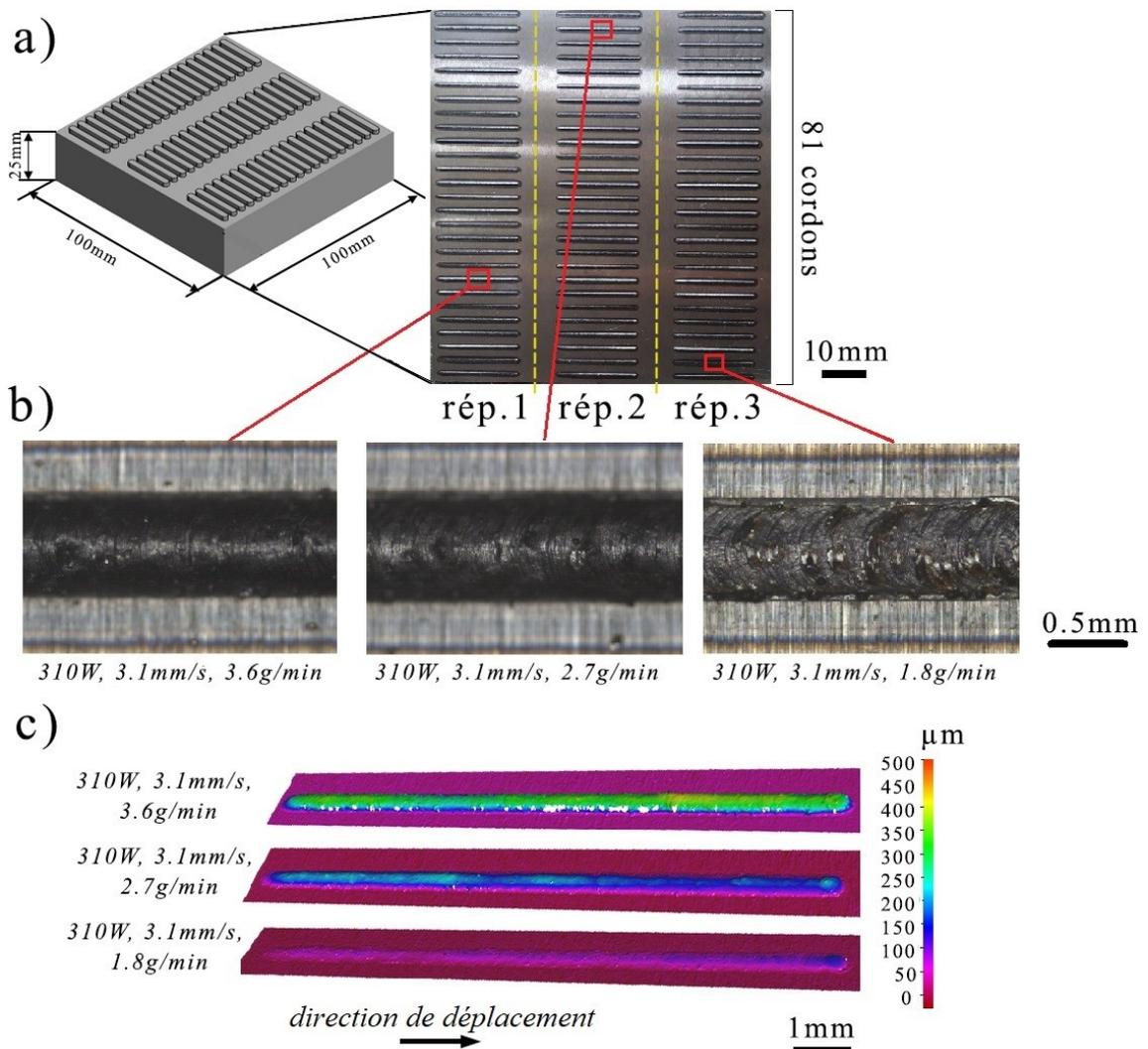


Figure 3.13 – Substrat avec les cordons rechargés, groupe « haute-énergie » (a), surface centrale des cordons (b) et ses images scannées sur Alicona (c)

L'analyse des photos et de la topologie des cordons nous permet de conclure que les paramètres du rechargement définissent la géométrie des cordons. En plus, le rechargement à faible apport massique (densité de poudre Q_p est entre 8 et 12 g/dm² soit à la haute vitesse v soit au débit q faible) et à la puissance de 250 W ou 310 W génère des surfaces de haute rugosité R_z jusqu'à 34 μm et non-homogène. Pour la comparaison, les profils latéraux des cordons rechargés à la puissance P de 310W et à la densité Q_p de 10.1 et 20.2 g/dm² sont présentés sur les Figures 3.14 (a, b) respectivement. Il est à noter que la hauteur H d'un cordon rechargé à n'importe quels paramètres est assez instable au début et à la fin du rechargement à cause de l'accélération de la tête laser lors du rechargement. Les mesures de profil transversal des cordons ont été donc réalisées sur la partie centrale rechargée avec un débit de poudre plus stable. Le même comportement se confirme également dans le deuxième groupe de cordons. Cependant, l'étude d'origine des inclusions visibles (Figure 3.13 (b, droite)) qui se forment au débit faible n'était pas le sujet du présent travail. En plus, d'après la littérature, il n'y a pas encore d'informations sur ce sujet.

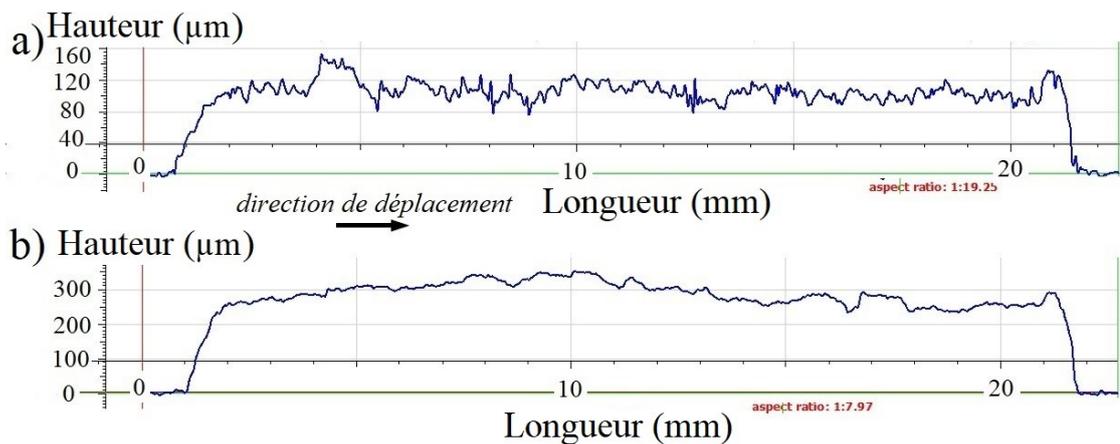


Figure 3.14 – Profil latéral de cordon rechargé à 10.1 g/dm², 310 W (a) et rechargé à 20.2 g/dm², 310W (b)

Après avoir scanné tous les cordons, après avoir choisi les 20 sections sur la partie « stable » de chacun et après avoir mesuré ses paramètres géométriques (hauteur H et largeur W), l'impact de chaque paramètre LMD sur la géométrie peut être représenté graphiquement. Les Figures 3.15 (a, b) présentent l'impact de la puissance P , du débit q et de la vitesse v sur la hauteur H et la largeur W d'un cordon rechargé à haute énergie E_s ; les Figures 3.15 (c, d) – à basse énergie E_s . Il faut noter que les points calculés qui ont été utilisées pour ces graphiques, sont les valeurs moyennes issues de 3 répétitions et toutes les combinaisons des paramètres pour le niveau choisi. Par exemple, le point de la hauteur à la puissance de 310 W correspond à la valeur moyenne de 3

répétitions à cette puissance et à la vitesse (de 2.3 à 3.9 mm/s) ou le débit différents (de 1.8 à 3.6 g/min).

Comme il a été déjà constaté, les paramètres LMD ont un impact significatif sur la géométrie d'un cordon déposé. Particulièrement, le débit de poudre q définit plutôt la hauteur du cordon H selon une fonction presque linéaire. De même pour la vitesse v qui est le paramètre définissant l'apport massique. D'un autre côté, la puissance P est le paramètre définissant la densité d'énergie. Cependant, son impact sur la hauteur H n'est pas clair. La puissance P a l'impact direct sur les dimensions de bain fondu. Plus la puissance est élevée, plus de particules de poudre peuvent être fusionnées dans le bain fondu. Par conséquent, la largeur W augmente. Le débit de poudre q peut également influencer sur la largeur W en augmentant ou en réduisant le nombre de particules par unité de temps.

En comparant deux régimes de rechargement, la différence entre eux n'est pas évidente. Tous les paramètres de rechargement ont le même impact sur la géométrie d'un cordon. Plus particulièrement, la variation de la hauteur ou de la largeur est similaire pour deux groupes de rechargement. Par exemple, en changeant la vitesse v soit de 6.9 à 11.7 mm/s en régime de basse énergie, soit de 2.3 à 3.9 mm/s à haute énergie, la largeur d'un cordon augmente de ~ 0.08 mm.

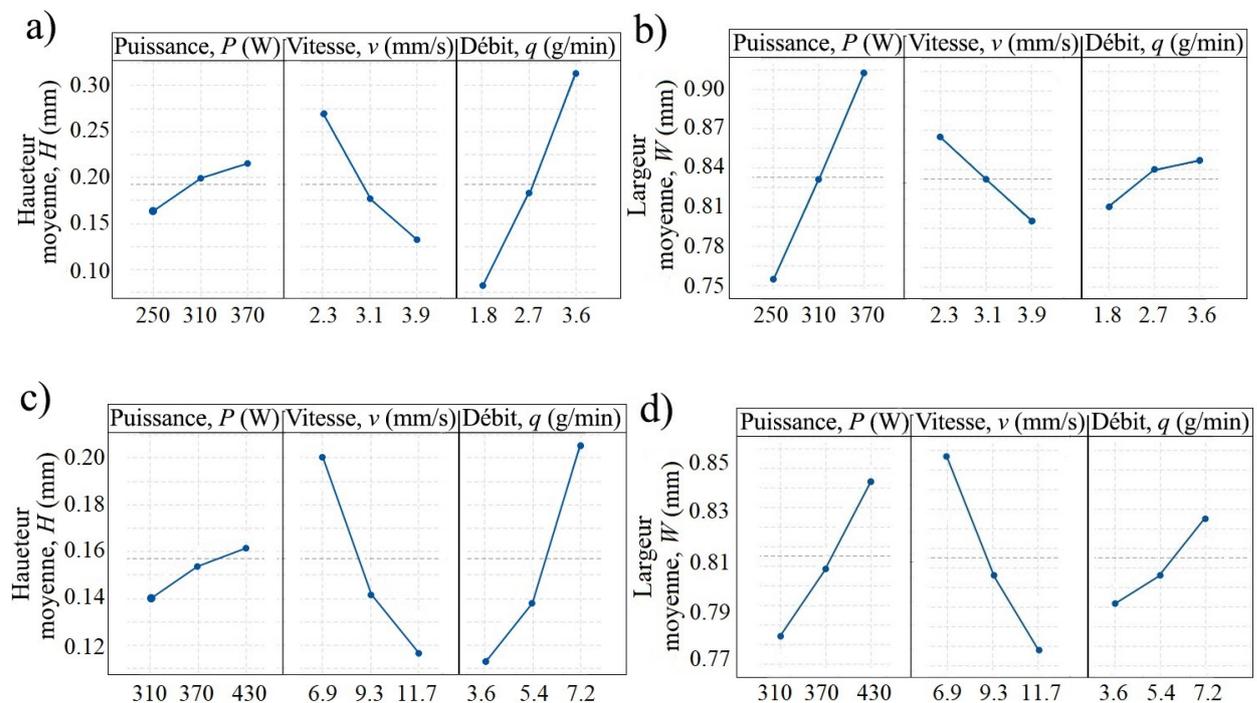


Figure 3.15 – Impact des paramètres du rechargement sur la géométrie des cordons: haute énergie – hauteur (a), haute énergie – largeur (b), basse énergie – hauteur (c), basse énergie – largeur (d)

Afin de mieux caractériser et optimiser le procédé du rechargement LMD, l'analyse de l'impact de paramètres combinés est évidemment nécessaire (Figures 3.16 - 3.18). Les données présentées sur les Figures 3.15 (a-d) ne permettent pas d'évaluer les conditions optimales de rechargement et ils servent juste à l'analyse de la géométrie en fonction d'un seul paramètre.

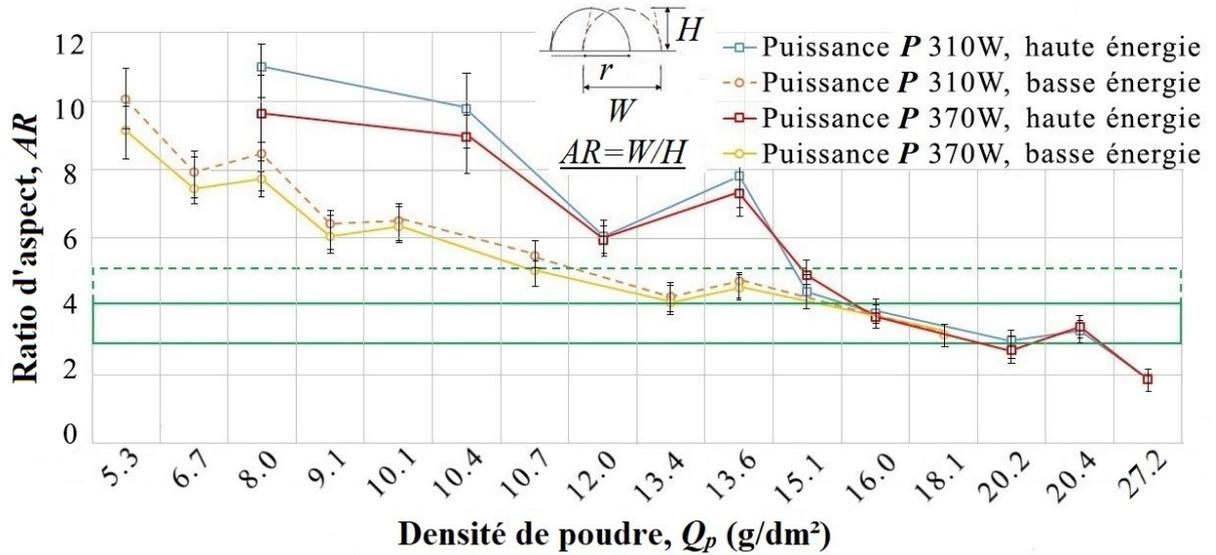


Figure 3.16 – Ratio d'aspect (AR) en fonction de la densité de poudre Q_p pour plusieurs puissances P

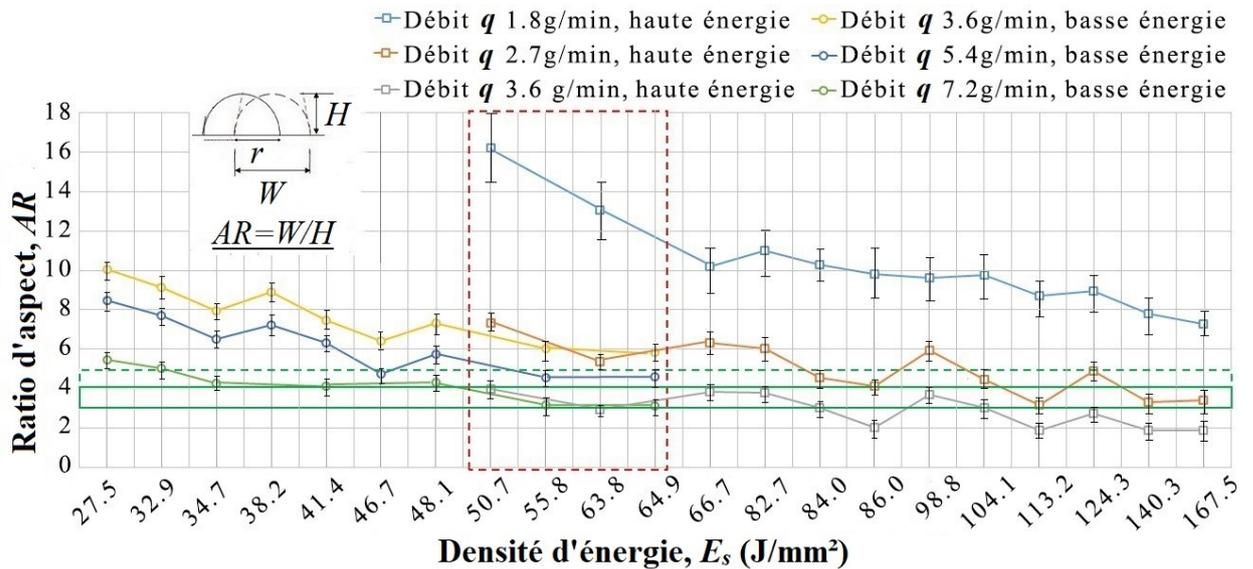


Figure 3.17 – Ratio d'aspect (AR) en fonction de la densité d'énergie E_s pour le débit q différent

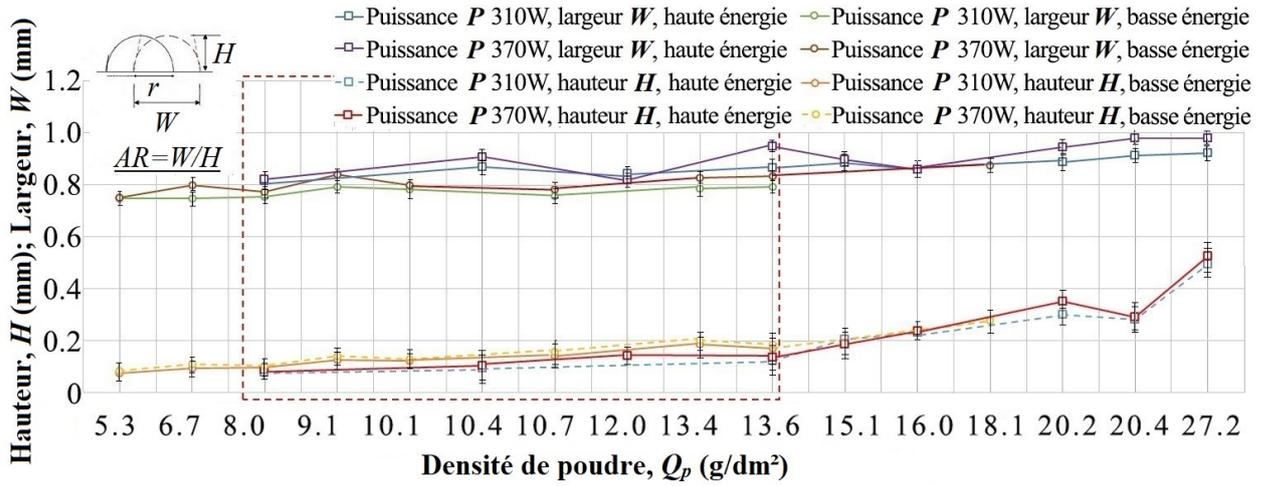


Figure 3.18 – Hauteur H et largeur L en fonction de la densité de poudre Q_p pour la puissance P différente

Les distributions montrées sur la Figure 3.16 de ratio d'aspect (AR) en fonction de la densité de poudre Q_p et de la puissance P , ont la même tendance. En augmentant la densité de poudre Q_p , on réduit le ratio d'aspect (AR). Aux hautes densités ($> 16 \text{ g/dm}^3$), la puissance et l'énergie de rechargement n'impactent pas le ratio d'aspect des cordons. D'un autre côté, aux densités plus faibles ($< 16 \text{ g/dm}^3$), il y a une différence clairement observable. Particulièrement, le rechargement à haute énergie permet d'obtenir des cordons plus plats (AR élevé). En plus, si on augmente la puissance sans changer le régime de rechargement (à la haute ou à la basse énergie), la largeur des cordons ainsi que le ratio d'aspect augmentent. Les rectangles verts présentent la plage de paramètres qui peuvent garantir le ratio d'aspect voulu ($AR \geq 3$). Les hautes valeurs de AR ($AR > 5$, cordons plats) réduisent la productivité de rechargement de pièces volumiques.

L'analyse du ratio d'aspect AR en fonction de la densité d'énergie E_s permet de conclure que le ratio de 3 est possible aux débits de poudre maximaux pour deux types de rechargement (Figure 3.17). Tous les graphiques ont la même tendance décroissante. La densité d'énergie influence faiblement le ratio d'aspect aux hauts niveaux du débit ($> 3.6 \text{ g/min}$ pour « haute énergie » et $> 7.2 \text{ g/min}$ pour « basse énergie »). La différence entre deux modes de rechargement par rapport au ratio d'aspect devient visible aux débits plus faibles ($< 3.6 \text{ g/min}$ pour « haute énergie » et $< 7.2 \text{ g/min}$ pour « basse énergie »). Dans ce cas, l'énergie joue un rôle plus important. En augmentant l'énergie, on réduit le ratio d'aspect. Le rectangle rouge souligne les valeurs identiques en termes de densité d'énergie pour les deux groupes de rechargement.

Finalement, les distributions de la hauteur H et de la largeur W d'un cordon en fonction de la densité de poudre Q_p , sont présentées sur la Figure 3.18. La tendance et la pente des courbes

sont similaires pour tous les types de rechargement. Cependant, la haute énergie de rechargement permet d'avoir une largeur plus grande. Au contrario, la hauteur est plus élevée à basse énergie. Cette conclusion est bien corrélée avec l'impact de chaque paramètre sur la géométrie de cordon. Particulièrement, les paramètres énergétiques (puissance P , vitesse v) définissent la largeur, les paramètres massiques (débit de poudre q , vitesse v) la hauteur.

Le rechargement à basse énergie semble plus favorable s'agissant de la productivité et de la fiabilité. La fenêtre de paramètres disponibles est plus large. La problématique possible peut être liée à la formation de pores car l'énergie spécifique Q_s est faible selon Karg (2016) [KAR2016]. Le niveau de porosité sera vérifiée lors de l'analyse de structures volumiques (cubes, cylindres). Suite à l'analyse de paramètres combinés, on peut définir les paramètres optimaux de rechargement de cordons avec le ratio d'aspect $AR \geq 3$ pour la prochaine étape de rechargement de « murs ».

3.1.5.2 Analyse de variances (ANOVA)

Les résultats préliminaires de rechargement sont souvent soumis au traitement statistique, notamment, suite aux plans factoriels fractionnaires (méthode de Taguchi), mais également, suite aux plans factoriels complets [ANS2019, LIU2019]. L'analyse de la variance (ANOVA) évalue l'importance d'un ou plusieurs facteurs en comparant les moyennes des variables de réponse pour les différents niveaux de facteurs. Dans le cas présent, nous avons considéré trois facteurs qui sont effectivement les paramètres du procédé (puissance P , vitesse v et le débit q). Tous ces facteurs ont trois niveaux. Les critères de réponse (hauteur H , la largeur W et le ratio d'aspect AR) ont été analysés.

Dans cette technique on commence d'abord par un calcul de degré de liberté d'un facteur DL ou d'une erreur DL_e (Equations 3.6, 3.7). Dans ces formules N_n et N_o sont le nombre de niveaux et le nombre d'observations respectivement.

$$DL = N_n - 1 \quad (\text{Eq. 3.6})$$

$$DL_e = N_o - N_n \quad (\text{Eq. 3.7})$$

Les degrés de liberté indiquent le nombre d'éléments indépendants dans la somme des carrés pour un facteur SC (Equation 3.8) ou une erreur SC_e (Equation 3.9) avec y_{mi} la moyenne des observations de niveau i de facteur, y_m la moyenne de toutes les observations et y_{ij} la valeur de la j^e observation de niveau i de facteur. La somme des carrés du facteur SC définit l'écart de la

moyenne de niveau de facteur par rapport à la moyenne globale. La somme des carrés des erreurs SC_e correspond à l'écart d'une observation par rapport à la moyenne de niveau de facteur correspondante.

$$SC = \sum_N (y_{mi} - y_m)^2 \quad (\text{Eq. 3.8})$$

$$SC_e = \sum_j \sum_i (y_{ij} - y_{mi})^2 \quad (\text{Eq. 3.9})$$

Les carrés moyens pour le facteur CM se définissent par le rapport de la somme de carrés pour le facteur SC à son degré de liberté DL (Equation 3.10). De la même manière, les carrés moyens pour l'erreur CM_e se définissent par l'équation 3.11.

$$CM = SC/DL \quad (\text{Eq. 3.10})$$

$$CM_e = SC_e/DL_e \quad (\text{Eq. 3.11})$$

La valeur F ou la valeur de Fischer est utilisée pour la détermination si le facteur est significatif ou pas (Equation 3.12). Normalement, si cette valeur $F > 4$, le facteur choisi est assez significatif par rapport à la réponse [LIU2019]. Cette valeur peut également être comparée à celle par rapport à la valeur de p qui correspond à la probabilité. Normalement, cette valeur est 0.05. En fait, cette valeur s'utilise pour tester l'hypothèse nulle, qui confirme si un certain paramètre (moyenne, écart type etc.) est égal à une valeur supposée.

$$F = CM/CM_e \quad (\text{Eq. 3.12})$$

Finalement, la valeur de R carré (R^2) permet d'estimer comment le modèle calculé se conforme aux données réelles ou afin de juger la qualité de la régression linéaire (Equation 3.13).

$$R^2 = 1 - SC_e/SC \quad (\text{Eq. 3.13})$$

Dans le cadre du présent travail, les calculs d'ANOVA ont été effectués dans le logiciel Minitab 17.0 et ses résultats sont présentés dans les Tableaux 3.5 – 3.7 ci-dessous pour le groupe à « haute-énergie » et pour trois réponses respectivement (la hauteur, la largeur et le ratio d'aspect). Les résultats pour l'autre groupe de cordons sont présentés dans l'Annexe 1.

Tableau 3.5 – Résultats de l'analyse de variance, groupe « haute-énergie », hauteur H

Source	Degrés de liberté, DL	Somme des carrés, SC	Carrés moyens, CM	Valeur F	Valeur P	Valeur R^2
Puissance	2	0.0086	0.0043	5.50	0.007	96.72%
Vitesse	2	0.3237	0.1619	207.42	0.000	

Débit de poudre	2	0.7685	0.3843	492.39	0.000	
Erreur	74	0.0421	0.0008	-	-	
Total	80	1.1429	-	-	-	

Tableau 3.6 – Résultats de l'analyse de variance, groupe « haute-énergie », largeur W

Source	Degrés de liberté, DL	Somme des carrés, SC	Carrés moyens, CM	Valeur F	Valeur P	Valeur R^2
Puissance	2	0.1438	0.0719	61.16	0.000	
Vitesse	2	0.0806	0.0403	34.29	0.000	
Débit de poudre	2	0.0171	0.0085	7.27	0.002	88.24%
Erreur	74	0.0635	0.0012	-	-	
Total	80	0.3050	-	-	-	

Tableau 3.7 – Résultats de l'analyse de variance, groupe « haute-énergie », ratio d'aspect AR

Source	Degrés de liberté, DL	Somme des carrés, SC	Carrés moyens, CM	Valeur F	Valeur P	Valeur R^2
Puissance	2	1.665	0.833	0.66	0.521	
Vitesse	2	76.600	38.300	30.32	0.000	
Débit de poudre	2	580.174	290.087	229.63	0.000	92.77%
Erreur	74	68.216	1.263	-	-	
Total	80	726.655	-	-	-	

Selon ces données, le débit de poudre q est le paramètre le plus influent sur la hauteur d'un cordon H ainsi que sur le ratio d'aspect AR . La puissance P définit la largeur W d'un cordon et n'influe pas sur le ratio d'aspect AR . Les valeurs de R^2 de tous les paramètres étudiés attestent de la haute qualité du modèle et son applicabilité. Il est à noter, que la valeur de R^2 pour la largeur d'un cordon est relativement moindre du fait de mesures pas assez précises et du fait d'instabilités du procédé de rechargement. Les mêmes conclusions peuvent être constatées pour le groupe à basse énergie de rechargement. Dans ce groupe, les valeurs R^2 pour la hauteur H , la largeur W et le ratio d'aspect AR sont les suivantes : 99%, 89% et 96%.

3.2 Rechargement LMD de « mur »

3.2.1 Plan expérimental de rechargement

Les essais du rechargement de simple cordon nous permettent de choisir les paramètres qui peuvent garantir le bon ratio d'aspect AR dans deux modes possibles de rechargement à haute et à basse énergie. Cependant, le comportement du matériau lors du rechargement sur des durées plus longues et aux conditions thermiques différentes est inconnu. Il est donc nécessaire de vérifier ces

conditions de rechargement avec des structures de types « mur », puis dans une prochaine étape sur des structures volumiques (cubes, cylindres...).

Pour cette étude particulière, nous avons choisi uniquement deux régimes de rechargement à haute et à basse énergie sans faire varier les paramètres comme dans le plan expérimental précédent avec les simples cordons. Dans ce cas, nous allons vérifier justement l'évolution géométrique des murs lors de leurs rechargements sous des conditions énergétiquement différentes. Trois géométries sont choisies pour chaque type de rechargement – ce sont des murs composés de 5, 10 et 20 cordons simples (couches). La longueur d'un simple cordon et, par conséquence, d'un mur résultant a été choisie de 30 mm. La densité de poudre Q_p de 15 g/dm² a été choisie pour la « haute énergie ». Elle correspond à la densité d'énergie E_s de 104.2 J/mm². D'autre part, la densité de poudre Q_p de 12.0 g/dm² et la densité d'énergie E_s de 34.7 J/mm² ont été choisies pour le deuxième groupe. La stratégie unidirectionnelle de rechargement a été également choisie (Figure 3.19). Il est à noter que, lors du passage entre couches consécutives, l'injection de poudre ne s'arrête pas. La distance incrémentale verticale le long de l'axe de rechargement (Z) entre deux couches consécutives Δh est de 0.2 mm. Elle correspond à la hauteur moyenne du cordon rechargé aux mêmes paramètres. Le résumé des paramètres du rechargement est présenté dans le Tableau 3.8.

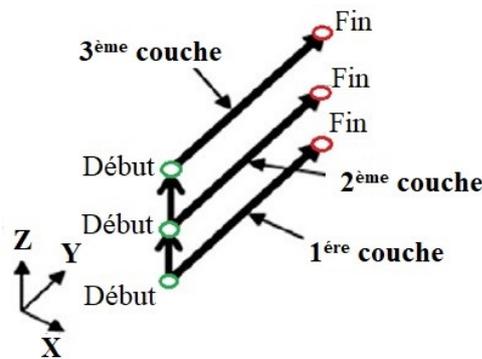


Figure 3.19 – Stratégie unidirectionnelle du rechargement d'un mur

Tableau 3.8 – Paramètres du rechargement de « mur »

Régime	Puissance, P (W)	Vitesse, v (mm/s)	Débit, q (g/min)	Incrément, Δh (mm)	Nombre de couches	Stratégie
Haute énergie (104.2 J/mm ²)	310	3.1	2.7	0.2	5	Unidirectionnelle
	310	3.1	2.7	0.2	10	
	310	3.1	2.7	0.2	20	
Basse énergie (34.7 J/mm ²)	310	9.3	7.2	0.19	5	
	310	9.3	7.2	0.19	10	
	310	9.3	7.2	0.19	20	

3.2.2 Analyse des échantillons

Les échantillons rechargés selon les paramètres notés dans le Tableau 3.7 pour la haute énergie ainsi que ses profils scannés par le microscope confocal, sont présentés sur les Figures 3.20 (a-c) pour 5, 10 et 20 couches respectivement. Sur ces images, on voit bien les instabilités du rechargement, notamment, la variation de la vitesse du déplacement de la tête laser du fait d'une accélération au début et à la fin du rechargement d'un simple cordon. Autre raison possible, c'est l'instabilité du débit de poudre. A partir d'une dizaine de couches, l'impact total de ces instabilités devient visible. La présence des instabilités est aussi confirmée par d'autres chercheurs [GHA2021, MOR2021].

La hauteur des murs dépend logiquement du nombre de couches. Cependant, on peut souligner la différence entre la hauteur théorique qui se définit comme la hauteur d'un cordon multipliée par son nombre, et la hauteur réelle, qui peut être estimée comme la moyenne entre la hauteur maximale et la minimale. Pour 5 couches la différence est 0.1 mm, pour 10 couches – 0.14 mm et pour 20 couches – 0.75 mm. Il est à noter que, la précision du point focal est 0.05 % pour 1 mm de la hauteur pour le microscope Alicona. Il est donc raisonnable d'utiliser une valeur moyenne de la hauteur qui n'est pas impactée par une haute erreur de mesures. La largeur des murs dépend également du nombre de couches rechargées. Du fait de l'apport énergétique constant, la largeur s'augmente.

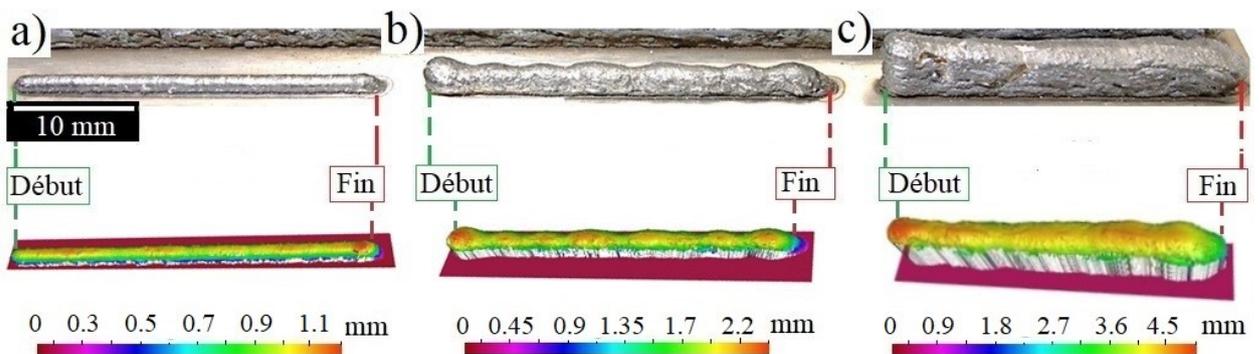


Figure 3.20 – Vue de murs rechargés à la haute énergie et ses profils scannés pour 5 (a), 10 (b) et 20 (c) couches rechargées

Le deuxième groupe de murs rechargé et ses topologies sont présentés sur les Figures 3.21 (a-c). Dans ce cas, on ne voit pas d'augmentation de la largeur en fonction du nombre de couches. La chaleur ne s'accumule pas et le bain fondu est donc plus stable. Cependant, la différence moyenne entre les hauteurs est plus que celle observée dans le premier groupe. Pour 5 couches la

différence est 0.16 mm, pour 10 couches – 0.27 mm et pour 20 couches – 0.98 mm. En fait, les conditions thermiques du rechargement à basse énergie sont plus bénéfiques pour le procédé plus productif et précis. A basse énergie le matériau fond dans le bain fondu stable et plus étroit en formant les cordons plus hauts. Apparemment, la dilution entre les cordons consécutifs est réduite.

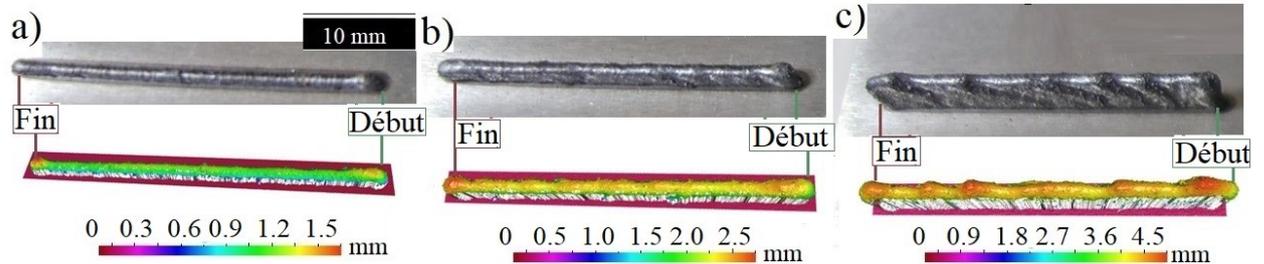


Figure 3.21 – Vue de murs rechargés à la basse énergie et ses profils scannés pour 5 (a), 10 (b) et 20 (c) couches rechargées

La comparaison de deux profils transversaux de murs rechargés à haute et à basse énergie et qui composés de 20 couches, est présentée sur la Figure 3.22 (a, b). Le schéma de mesures a été dessiné sur la Figure 3.7. La largeur du mur rechargé à haute énergie s’augmente jusqu’à 2.93 mm. Cette valeur est presque 4 fois plus que la largeur d’un simple cordon. D’autre part, la largeur du mur fabriqué à basse énergie a moins de croissance lors du procédé et sa valeur maximale est 1.53 mm.

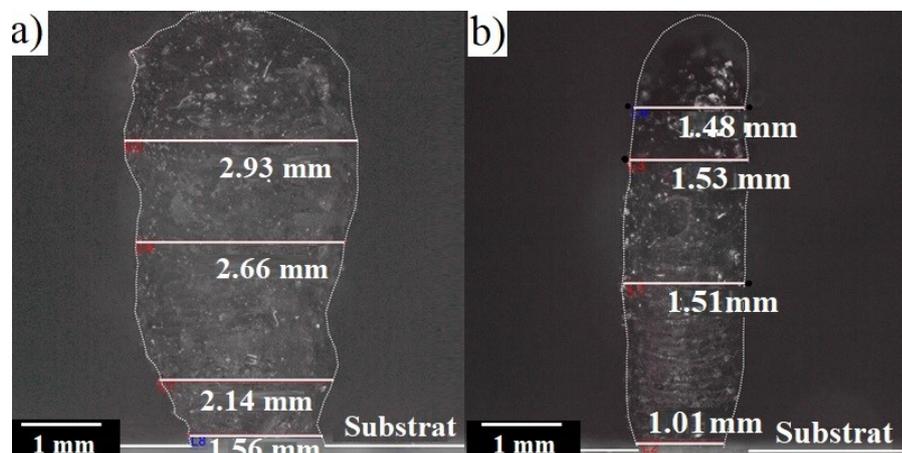


Figure 3.22 – Mesures de profils d’un côté des murs rechargés à la haute (a) et à la basse énergie (b)

L’augmentation de la largeur de structures d’empilage de plusieurs cordons lors du rechargement à haute énergie constante est déjà confirmée par Boisselier et Sankare (2012) [BOI2012]. Il est certain, que les conditions thermiques sont différentes en comparant le

rechargement d'un simple cordon, d'un « mur » ou d'un cube (Figure 3.23). Dans le premier cas, le substrat assure un fort pompage de chaleur. Dans les autres, il n'y a pas assez d'espace pour évacuer la chaleur excessive. La solution possible est liée soit au rechargement à énergie constante réduite afin de préserver le pompage de chaleur suffisant, soit au procédé du contrôle de cette énergie lors du rechargement ou, autrement dit, effectuer le contrôle « closed-loop ». Cette approche est le sujet majeur dans l'étude de certains auteurs [MUL2013] et elle a été déjà discutée dans le deuxième chapitre du présent manuscrit.

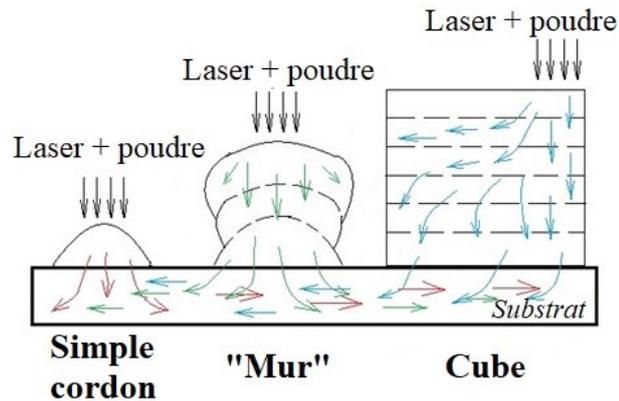


Figure 3.23 – Conditions thermiques différentes (les flèches indiquent la direction de dissipation de chaleur)

Dans le cadre du présent travail, malgré l'augmentation faible de la largeur de structures fines, le rechargement à basse énergie E_s de 34.7 J/mm^2 et à la densité de poudre Q_p de 12 g/dm^2 semble plus efficace par rapport à la productivité et à la précision du procédé. En conséquence, ce régime peut réduire la quantité de matériau usiné lors de la finition. Cependant, l'évolution des propriétés de matériau (porosité, contraintes résiduelles, microstructure) est toujours inconnue. Cette étape sera abordée dans le paragraphe suivant.

3.3 Rechargement LMD de « cube »

3.3.1 Plan expérimental de rechargement

Le plan expérimental de rechargement des cubes est basé sur les paramètres optimaux du rechargement précédent : la densité d'énergie est 34.7 J/mm^2 et la densité de poudre est 12.0 g/dm^2 . Cette déposition à basse énergie assure le bon ratio d'aspect d'un seul cordon, ainsi que le rechargement le plus productif est précis des structures d'empilage de plusieurs cordons.

A cette étape, nous ne nous concentrerons que sur le plan relativement petit et qui ne nécessite pas trop du temps et de ressources pour sa réalisation. Le plan orthogonal 4×4 a été choisi où tous les paramètres combinés du procédé peuvent varier. L'énergie de rechargement évolue entre 21.3 et 48.2 J/mm^2 grâce à la variation de la puissance de 190 à 430 W . La densité de poudre change entre 9.0 et 16.0 g/dm^2 suite au changement de la vitesse ou du débit. La variation du recouvrement se situe entre 30 et 60% . La stratégie de rechargement est un autre paramètre à faire varier. Trois stratégies ont été choisies. Particulièrement, la stratégie « aller – retour » ou bidirectionnelle, « aller – retour + 90° » ou bidirectionnelle avec la rotation à 90° et « aller-simple + 90° » ou unidirectionnelle avec la rotation à 90° . Ces stratégies sont illustrées sur la Figure 3.24.

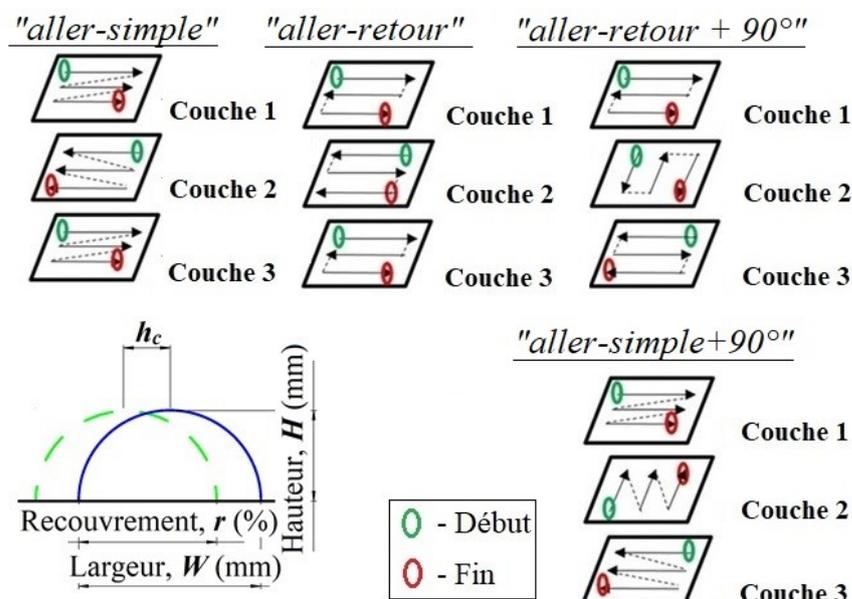


Figure 3.24 – Stratégies de rechargement et paramètres géométriques

L'un de seize cubes a été choisi comme cube de « référence ». Il est réalisé avec paramètres 'optimaux' issus des essais de type « mur » : densité d'énergie de 34.7 J/mm^2 , densité de poudre

de 12 g/dm², stratégie « aller-simple » et recouvrement de 30%. Le résumé des paramètres dans le cadre de la troisième étape du rechargement est présenté dans le Tableau 3.9. Il est à noter que l'incrément le long de l'axe Z pour chaque cube est utilisé en fonction de la hauteur d'un cordon correspondant.

Tableau 3.9 – Paramètres de rechargement des cubes

Cube	Puissance, P (W)	Vitesse, v (mm/s)	Débit, q (g/min)	Densité de poudre, Q_p (g/dm ²)	Densité d'énergie E_s (J/mm ²)	Stratégie	Incrément Δh (mm)	Recouvrement, %
1	310	9.3	7.2	12.0	34.7	AS ¹	0.19	30
2	370	9.3	7.2	12.0	41.4	AS	0.20	30
3	430	9.3	7.2	12.0	48.2	AS	0.20	30
4	250	9.3	7.2	12.0	28.0	AS	0.17	30
5	190	9.3	7.2	12.0	21.3	AS	0.14	30
6	310	9.3	5.4	9.0	34.7	AS	0.12	30
7	310	9.3	9.0	15.1	34.7	AS	0.20	30
8	310	11.7	7.2	10.0	27.6	AS	0.14	30
9	310	6.9	7.2	16.0	46.8	AS	0.24	30
10	310	9.3	7.2	12.0	34.7	AS	0.19	30
11	310	9.3	7.2	12.0	34.7	AS	0.19	40
12	310	9.3	7.2	12.0	34.7	AS	0.19	50
13	310	9.3	7.2	12.0	34.7	AS	0.19	60
14	310	9.3	7.2	12.0	34.7	AR ²	0.19	30
15	310	9.3	7.2	12.0	34.7	AS90 ³	0.19	30
16	310	9.3	7.2	12.0	34.7	AR90 ⁴	0.19	30

¹AS – “aller-simple”

²AR – “aller-retour”

³AS90 – “aller-simple + 90°”

⁴AR90 – “aller-retour + 90°”

3.3.2 Caractérisation des cubes rechargés

3.3.2.1 Estimation des contraintes résiduelles

La vue générale des 16 cubes rechargés est présentée sur la Figure 3.25 en précisant les paramètres modifiés par rapport au cube de référence.

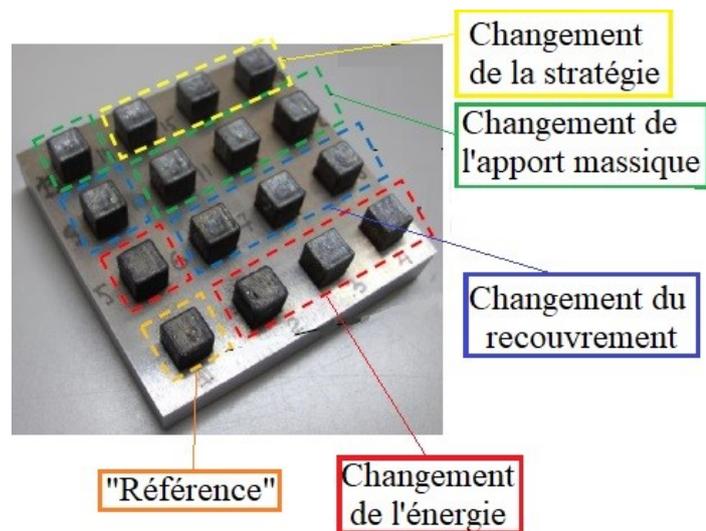


Figure 3.25 – Ensemble des cubes rechargés selon une variation des paramètres différents

La topographie typique de la haute surface (surface horizontale supérieure) d'un cube sur la Figure 3.26 met en évidence que la surface issue des technologies additives possède une qualité qui n'est pas acceptable pour les applications demandées. La surface des cubes est plutôt concave et ondulée avec un défaut de forme de l'ordre de $800\ \mu\text{m}$. En plus, on voit bien les traces individuelles de chaque passage du laser. La hauteur des irrégularités de chaque passage peut atteindre le niveau de $200\ \mu\text{m}$ environ. La rugosité de la haute surface semble plus faible que celle des côtés et sa valeur de S_a s'estime au niveau de $33\text{-}40\ \mu\text{m}$.

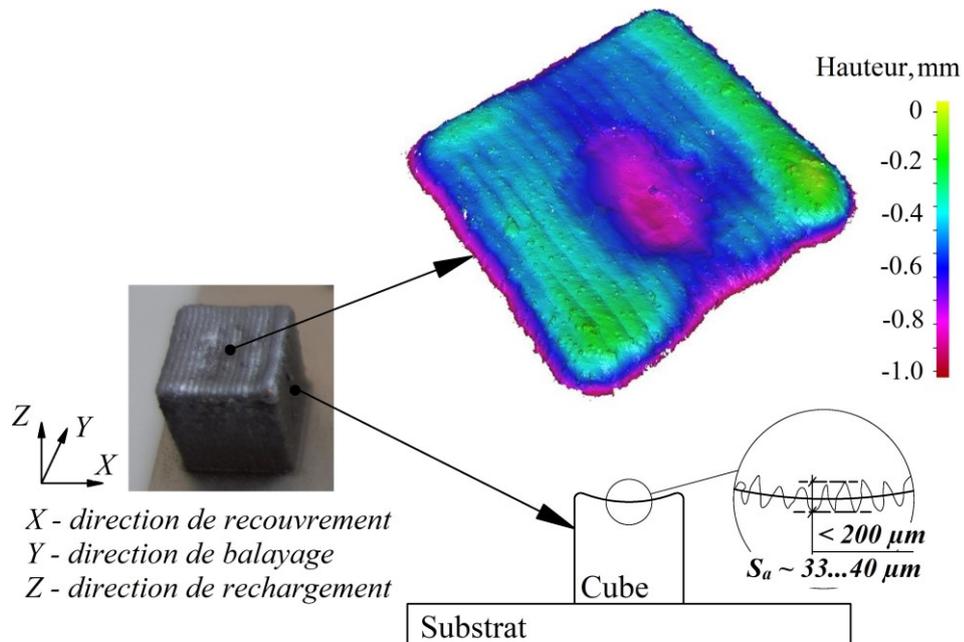


Figure 3.26 – Topographie typique des cubes rechargés

L'état de la surface brute possédant la haute rugosité surfacique S_a et les irrégularités de plusieurs centaines μm , ne permet pas d'effectuer l'analyse de contraintes résiduelles, qui nécessite une surface théorique plane. En fait, le faisceau de rayons X n'affecte que les $\sim 30 \mu\text{m}$ de matériau en profondeur [MER2016]. Il est donc impossible de réaliser des mesures précises sur une surface aussi rugueuse. Cela a été déjà constaté par d'autres chercheurs [MER2016, MUG2019-1]. Un traitement additionnel est donc recommandé afin d'obtenir une surface propre.

Dans le cadre du présent projet, le polissage électrochimique a été appliqué pour les premières mesures. Les mesures de contraintes ont été effectuées directement sur le substrat sans découper les échantillons cubiques afin de préserver les contraintes internes comme il était recommandé par Mercelis et Kruth (2006) [MER2016]. Malgré la réduction de la rugosité grâce au polissage de la partie centrale soulignée par deux lignes rouges (Figure 3.27 (a)), les résultats de mesures de contraintes effectuées à plusieurs niveaux jusqu'à $\sim 70 \mu\text{m}$ sont loin des valeurs typiques pour ce procédé de fabrication (Figure 3.27 (b)). En plus, l'erreur de mesure est élevée ainsi que les valeurs de contraintes pour certaines directions sont proches à zéro. Il est difficile à juger la dépendance de ces contraintes aux paramètres de rechargement.

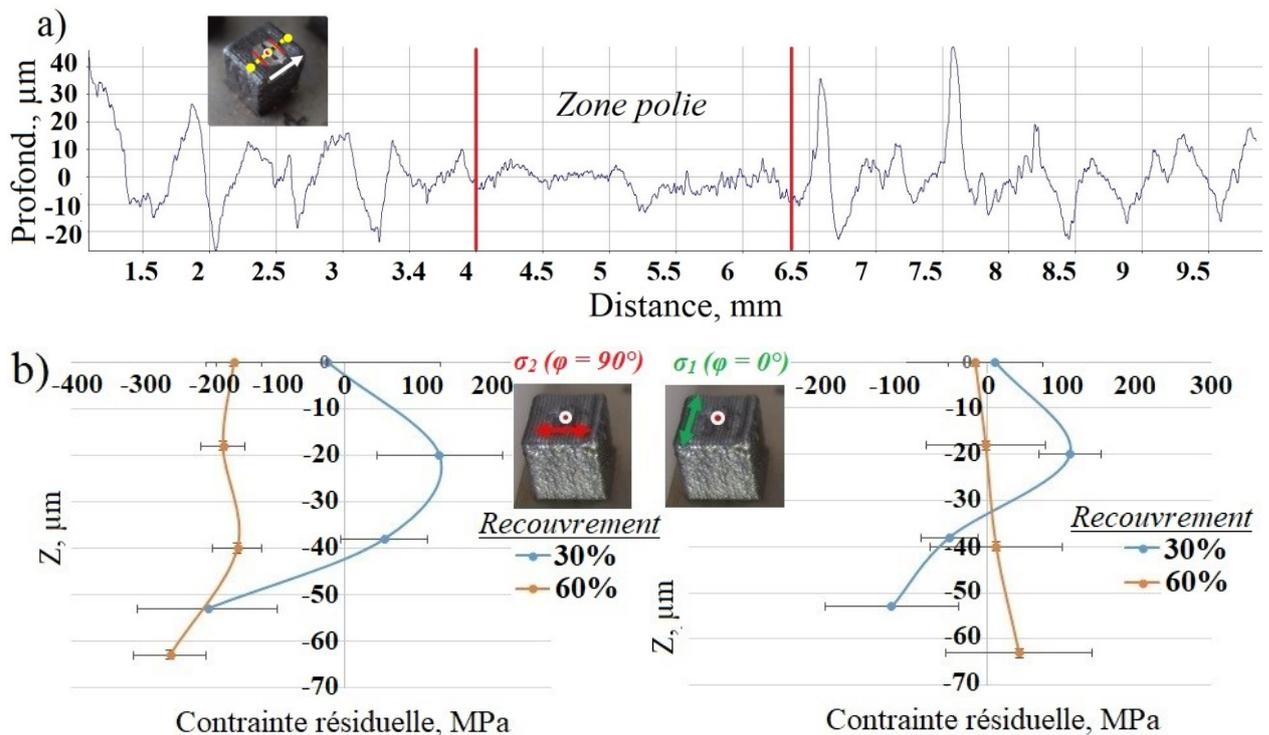


Figure 3.27 – Rugosité de surface des cubes après le polissage électrochimique (a) et les contraintes mesurées à partir d'une surface brute pour deux taux de recouvrements (b)

Afin d'éliminer l'erreur de mesures causée par l'état de surface, il a été décidé d'appliquer le procédé de fraisage. Cependant, il est certain, que ce procédé va introduire ses contraintes spécifiques sur une fine couche externe. Pour obtenir les valeurs de contraintes issues des technologies additives, il faut savoir la profondeur impactée par le fraisage. Pour cela, un échantillon cylindrique en acier maraging et en état de mis en solution et relaxé de toutes contraintes résiduelles, a été fraisé en utilisant les paramètres de fraisage proposés par Du (2018). Ces paramètres sont décrits dans le Tableau 3.10 [DU2018]. Puis, la distribution de contraintes a été analysée en comptant la direction de fraisage par rapport aux directions de mesures.

Tableau 3.10 – Paramètres du fraisage de l'acier maraging

Outil	Vitesse de coupe (m/min)	Avance de la fraise (mm/min)	Vitesse de broche (r/min)	Avance par dent (mm)	Profondeur de la coupe (mm)
Fraise monobloc carbure, Z = 2, d = \varnothing 16mm	40	80	797	0.05	0.15

Grâce à l'état totalement libéré des contraintes résiduelles, l'estimation de la profondeur impactée peut être effectuée sur le niveau où les contraintes sont les plus proches de zéro (Figure 3.28). Sur ces graphiques on voit que les contraintes retournent à des valeurs proches à zéro à la profondeur de 200 μm environ.

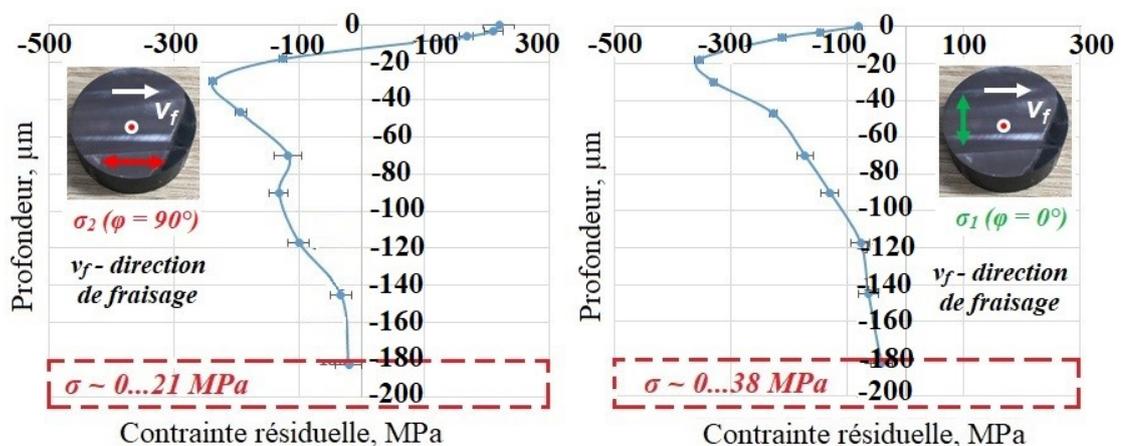


Figure 3.28 – Estimation de la profondeur impactée par le fraisage

La valeur de 200 μm sera la profondeur de référence pour l'analyse suivante des cubes usinés selon le plan dessiné sur la Figure 3.29. A partir de ce niveau, les contraintes résiduelles peuvent être considérées en tant que les contraintes de la technologie additive. Il faudra faire un polissage chimique sur 200 μm avant de pouvoir atteindre le niveau de contraintes générées par le LMD.

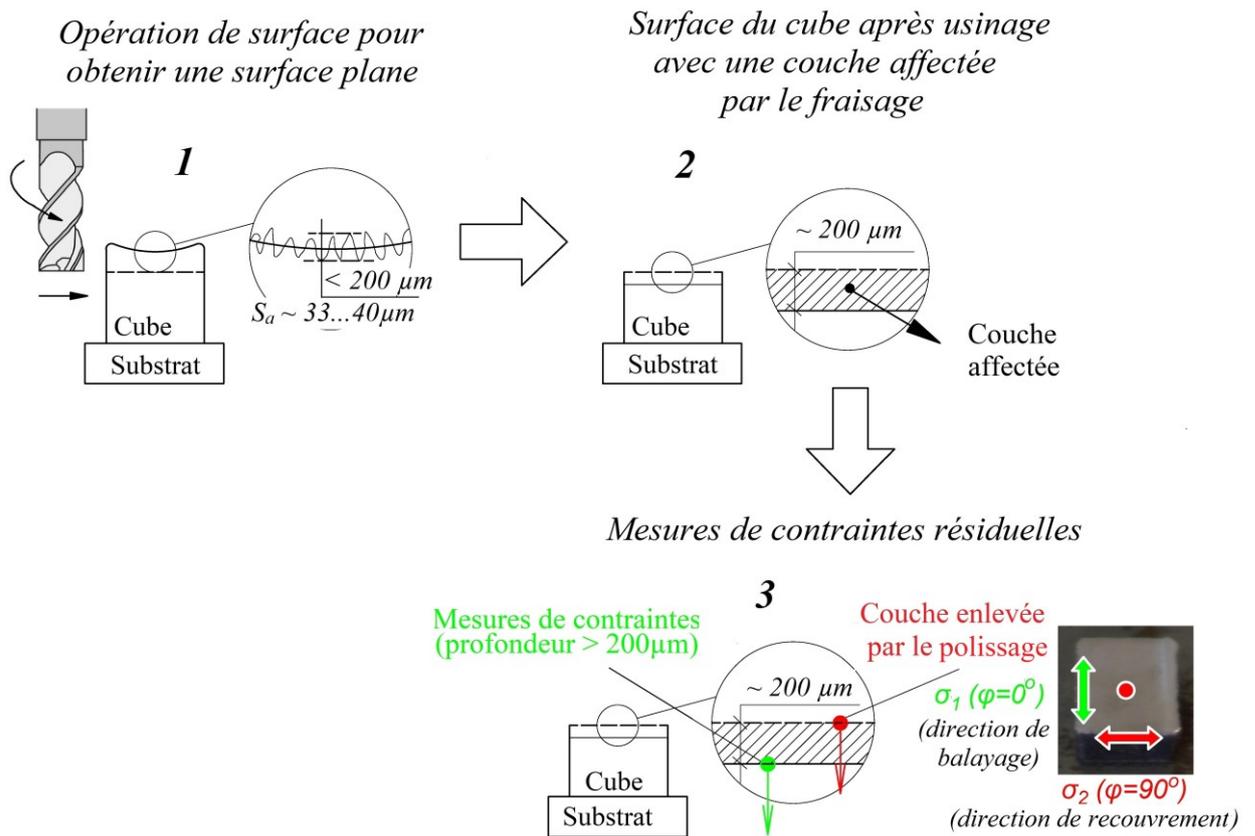


Figure 3.29 – Procédure d’analyse de contraintes résiduelles dans les cubes rechargés

Les contraintes résiduelles en fonction des paramètres du rechargement sont présentées sur les Figures 3.30 (a-c). Chaque rechargement ainsi que les paramètres variables sont notés dans la légende des graphiques.

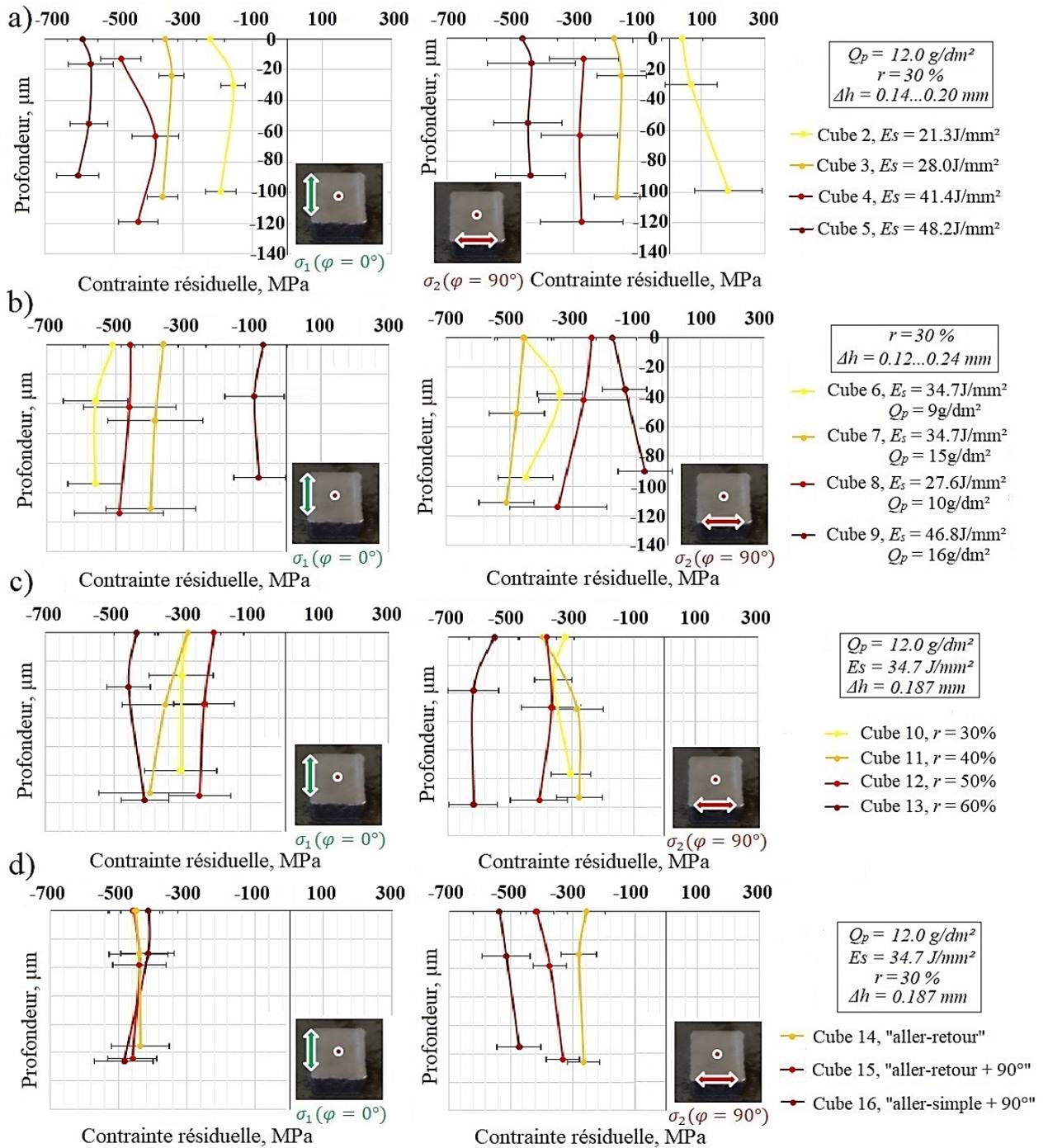


Figure 3.30 – Contraintes résiduelles en fonction de l'énergie de rechargement (a), de l'apport massique (b), du recouvrement (c) et de la stratégie (d)

Généralement, la plupart de contraintes résiduelles sont en compression mais la dispersion des mesures est relativement haute, probablement, à cause de la microstructure après le rechargement. Comme il a été constaté depuis l'étude bibliographique, la transformation martensitique ainsi que la réduction de volume causent la formation de contraintes en compression en surface dans la zone centrale. Ces contraintes sont équilibrées par celles en traction,

apparemment, situées sur les bords des cubes comme constaté par Mugwagwa (2019) [MUG2019-1]. Cependant, leurs distributions restent inconnues. Dans l'estimation présente, nous ferons l'hypothèse que ces contraintes maximales en compression sont équilibrées par celles en traction et qu'elles sont également maximales.

En analysant l'influence des paramètres de rechargement, nous pouvons observer que la densité d'énergie maximale induit les contraintes résiduelles les plus hautes (les plus compressives). Plus précisément, l'augmentation de la densité de 28.0 à 48.2 J/mm² augmente les contraintes en compression de -450 à -580 MPa. Elles sont presque trois fois supérieures à celles obtenues pour la densité à basse énergie. D'un autre côté, l'augmentation de la densité d'énergie par la réduction de la vitesse ainsi que l'augmentation du débit de poudre, réduisent les contraintes résiduelles. Par exemple, le cube rechargé à l'énergie de 46.8 J/mm² et à la densité de poudre de 16 g/dm², induit des contraintes de -100 MPa environ. Autrement dit, on peut drastiquement réduire les contraintes soit par la réduction de la vitesse soit par l'augmentation du débit de poudre. Cela a été également confirmé par Mugwagwa (2019) [MUG2019-2]. La puissance maximale évidemment génère le bain fondu le plus large ainsi que les plus hautes températures en réduisant la vitesse de refroidissement. En fait, l'impact de réduction de la vitesse sur le bain fondu est identique. Néanmoins, son impact sur les contraintes semble différent. On peut corrélérer cet effet avec l'histoire thermique et les gradients différents lors du procédé. En plus, l'apport massique défini par le débit de poudre, peut ajuster les conditions de solidification et les gradients thermiques. De la même manière, on peut juger la fonction de « recouvrement-contraintes » où les contraintes minimales ont été trouvées pour le recouvrement minimale de 30%. Comme il a été expliqué par d'autres chercheurs, cette différence est causée par la refusion ou le réchauffage plus localisée lors de la déposition au bas taux de recouvrement en réduisant les gradients thermiques et, par conséquence, les contraintes [CHE2019]. Il a été également observé, que les contraintes le long de la direction de balayage (l'axe Y , $\varphi = 0^\circ$) sont normalement plus élevées que celles le long de la direction de recouvrement (l'axe X , $\varphi = 90^\circ$). Ces résultats ont été également observés par Yakout (2019) dans le procédé de SLM [YAK2019].

La stratégie de rechargement ne joue pas un grand rôle concernant les contraintes en direction de balayage. Cependant, pour l'autre direction, la stratégie bidirectionnelle sans rotation ou « aller-retour » donne les contraintes minimales. Il est à noter, que généralement, l'impact des diverses stratégies n'est pas clair, ce qui a été également constaté par Saboori (2020) [SAB2020]. Par ailleurs, on peut supposer que toutes les stratégies, sauf les stratégies unidirectionnelles,

peuvent faiblement améliorer la microstructure en réduisant l'erreur de mesures de contraintes. Il est connu, qu'une microstructure à gros grains augmente l'erreur de mesures par DRX [BEL2012].

3.3.2.2 Analyse de la densité

Avant les premières mesures de la densité, les cubes rechargés ont été détachés du substrat par le procédé d'électroérosion. Les échantillons cubiques entiers ont été ensuite analysés par la méthode d'Archimède. Puis, ces échantillons ont été découpés en trois parties afin d'effectuer l'analyse optique de la densité et de la microstructure (Figure 3.31). Le niveau de porosité obtenue par l'analyse optique peut être utilisé pour le calcul de la densité correspondante en comptant la densité théorique de l'acier maraging de 8.1 g/cm^3 .

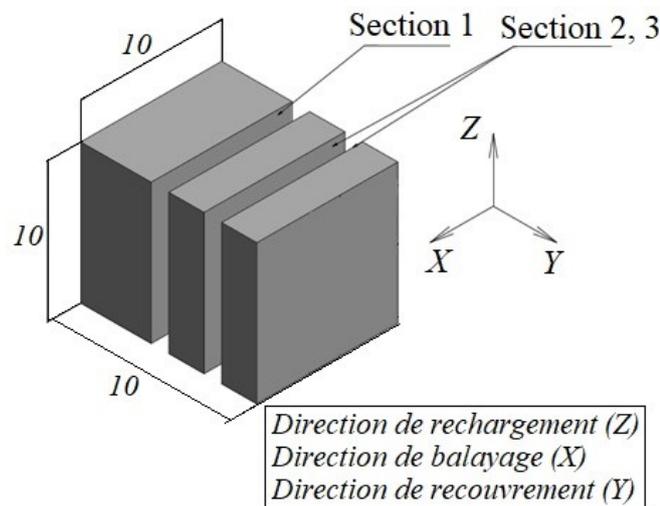


Figure 3.31 – Préparation des échantillons cubiques pour l'analyse optique de la densité

Les résultats de mesures de la densité par les deux méthodes choisies, sont présentés sur les Figures 3.32 (a-e) en fonction des paramètres du rechargement. Particulièrement, en fonction de l'énergie (Figure 3.32 (a)), de la densité de poudre (Figure 3.32 (b)), du recouvrement (Figure 3.32 (c)) et des stratégies (Figure 3.32 (d) et Figure 3.32 (e)).

Suite à l'analyse des graphiques, nous pouvons conclure qu'il est possible d'obtenir des échantillons denses $> 99.9\%$ avec une énergie de 41.4 J/mm^2 . Les basses énergies semblent induire des cordons discontinus, tandis que les plus hautes énergies génèrent de l'évaporation de certains éléments. D'après la littérature, l'augmentation de l'énergie réduit la porosité [CAM2009, CHE2018]. Cependant, il y a aucune information sur l'évaporation de matériau aux plus hautes énergies.

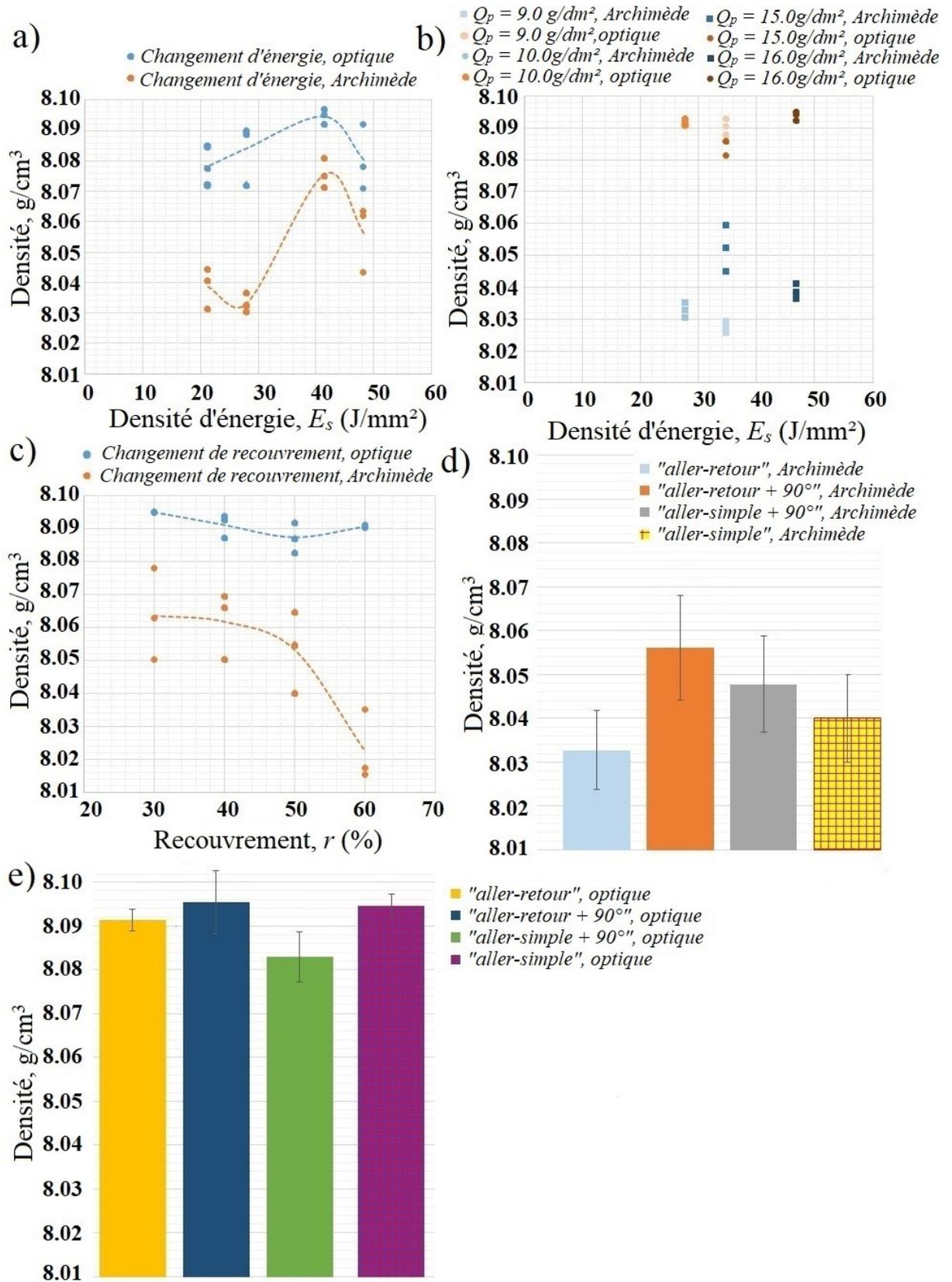


Figure 3.32 – Densité des cubes en fonction de l'énergie de rechargement (a), de l'apport massique (b), du recouvrement (c) et de la stratégie (d)

Le taux de recouvrement est l'un des paramètres les influents car il impacte la densité. Dans cette étude, le recouvrement entre 30 et 40% garantit la densité maximale. Pour les autres valeurs du recouvrement, on peut lier la formation de pores avec la refusion ou le réchauffage excessif ayant le haut apport énergétique par unité de longueur. Du fait de ces conditions, l'interaction active avec du gaz inerte est possible en formant des pores. Contrairement à ces résultats, Chen (2018) ont constaté que les valeurs de 65-70% sont optimales [CHE2018]. Cette différence peut être causée par le régime de rechargement à « haute-énergie » qui a été choisi par ces chercheurs. Au contrario, nous avons privilégié le régime à « basse-énergie ».

Concernant le débit de poudre, la tendance n'est pas claire. Parmi les diverses stratégies, la stratégie « aller-retour + 90° » semble plus favorable pour le procédé LMD. La stratégie bidirectionnelle est plus bénéfique par rapport à l'unidirectionnelle comme a été constaté dans le travail de Ribeiro (2020). Les auteurs ont lié cette dépendance aux conditions thermiques améliorées lors du rechargement LMD [RIB2020].

Par exemple, deux sections de cubes rechargés à haute et à basse énergie sont présentées sur la Figure 3.33 (a, b) respectivement. On peut souligner que la formation de pores est possible prioritairement à cause d'un manque de fusion, notamment, pour l'énergie basse – les pores sont plutôt allongés. Le rechargement, avec une énergie suffisante pour la refusion complète ne génère que des petits pores sphériques. Le taux de recouvrement génère des pores du fait de l'évaporation – la sphéricité de certains pores est moins bonne que celle pour le faible taux de recouvrement dont les pores sont assez sphériques (Figure 3.34 (a, b)).

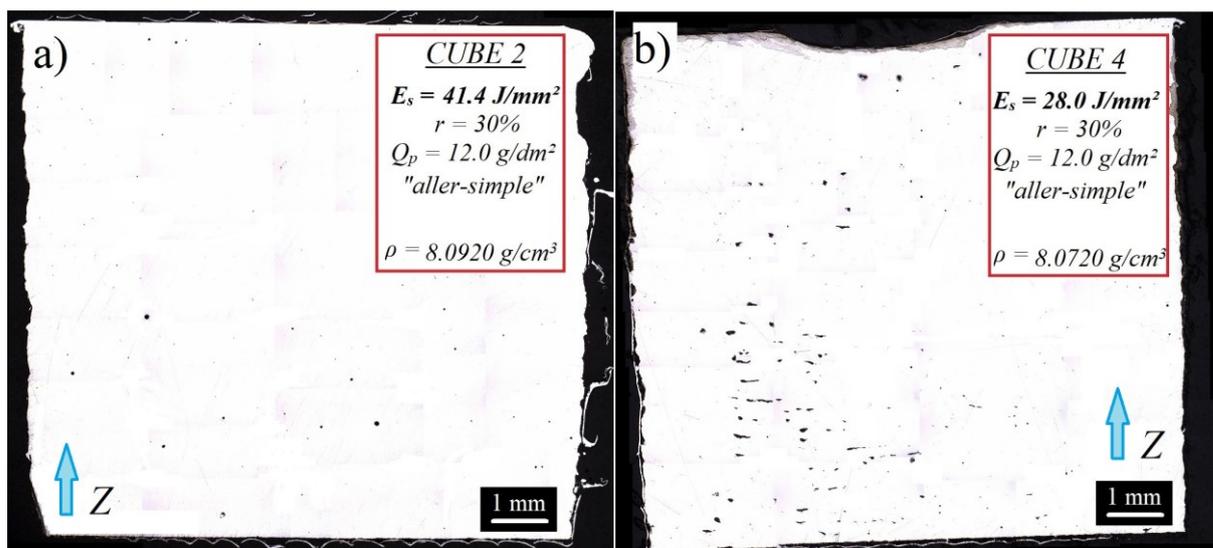


Figure 3.33 – Exemple de sections polies des cubes rechargés avec des énergies différentes : 41.4 J/mm² (a) et 28.0 J/mm² (b), Z – la direction de rechargement

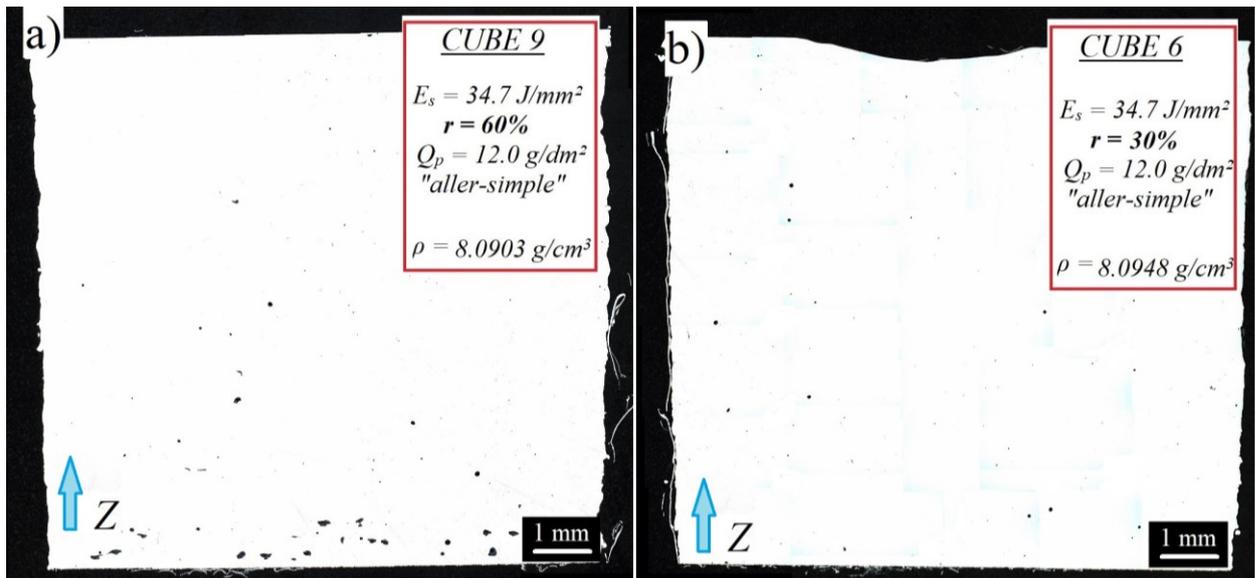


Figure 3.34 – Exemple de sections polies des cubes rechargés avec deux taux de recouvrement : 60% (a) et 30% (b), Z – la direction de rechargement

Il est à noter, que les deux méthodes de mesures de la densité ont, généralement, la même tendance, notamment, pour les fonctions « énergie-densité » et « recouvrement-densité ». Les valeurs de la densité issues des mesures optiques sont normalement plus élevées que celles fournies par la méthode d'Archimède. En plus, pour certains paramètres, les deux méthodes donnent des valeurs différentes. Cela provient du fait de la nature du calcul dans la méthode « optique » qui ne compte que quelques sections aléatoires et qui suppose une valeur de densité théorique. La densité du matériau réel peut être effectivement différente.

3.3.2.3 Analyse de la microdureté

Les sections des cubes utilisées pour l'analyse optique de la densité, ont été prises pour les mesures de la microdureté. Cependant, pour cette étape nous n'avons pris que deux sections et ces mesures ont été effectuées sur trois lignes (Figure 3.35) – à côté des bords (2 mm environ de chaque côté) et au centre d'un cube. La distance entre les indentations est 0.3 mm et la charge est 300 gf (HV_{0.3}). Au total, il y avait 30 indentations sur chaque ligne et 90 indentations sur chaque section. Ensuite, ces valeurs ont été utilisées pour calculer la microdureté moyenne à chaque profondeur d'un cube ainsi que la dispersion des résultats.

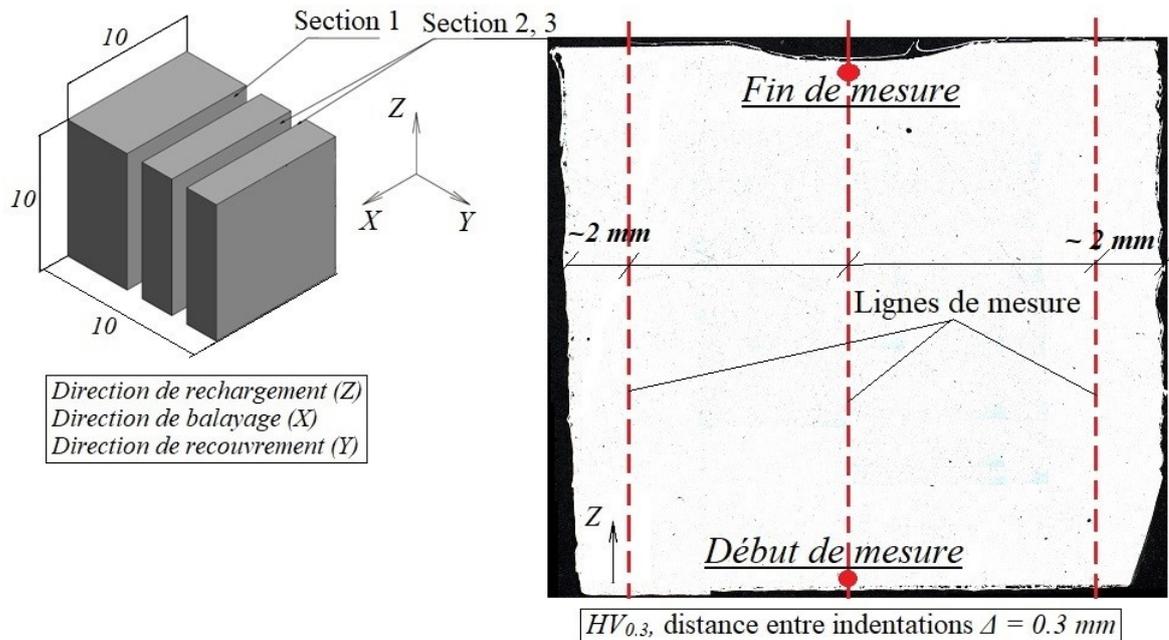


Figure 3.35 – Plan de mesures de la microdureté

La distribution de la microdureté en fonction de l'énergie de rechargement est présentée sur la figure 3.36. On peut observer une haute dureté au début du rechargement, suivi d'une chute de dureté pour atteindre un régime stabilisé vers 314...330 HV_{0.3}. Au début du rechargement, le substrat est froid. Il pompe la chaleur. Cela induit une trempe du matériau et un haut niveau de dureté. Au bout d'un certain temps de déposition, la pièce est chaude et le dépôt se fait sur ce matériau chaud. La solidification est plus lente. Le phénomène de trempe est réduit. Ainsi le matériau déposé est moins dur. D'un autre côté, l'épaisseur déposée au-delà de laquelle la dureté chute varie de 2.5 à 5.8 mm selon les conditions de dépôts. Ainsi cette distance dépend de l'énergie de rechargement. Pour un rechargement à forte énergie, le substrat reçoit un grand débit de chaleur ce qui lui permet d'atteindre un régime thermique stabilisé plus rapidement. Une fois que ce régime est stabilisé, les dépôts suivants se font sur un support très chaud. Ainsi la dureté chute rapidement (faible épaisseur déposée avant de se stabiliser). A contrario, une faible énergie requière un long temps de stabilisation thermique, et ainsi la dureté met plus de temps à chuter ou une plus grande épaisseur déposée. De plus, contrairement aux résultats publiés par les autres chercheurs [KAR2016, JAG2016], la microdureté ne se réduit pas à la fin du rechargement vers les valeurs du matériau forgé et mis en solution. Dans notre cas, la microdureté d'un échantillon de l'acier maraging forgé et mis en solution a été estimée et égale à 328-333 HV_{0.3}.

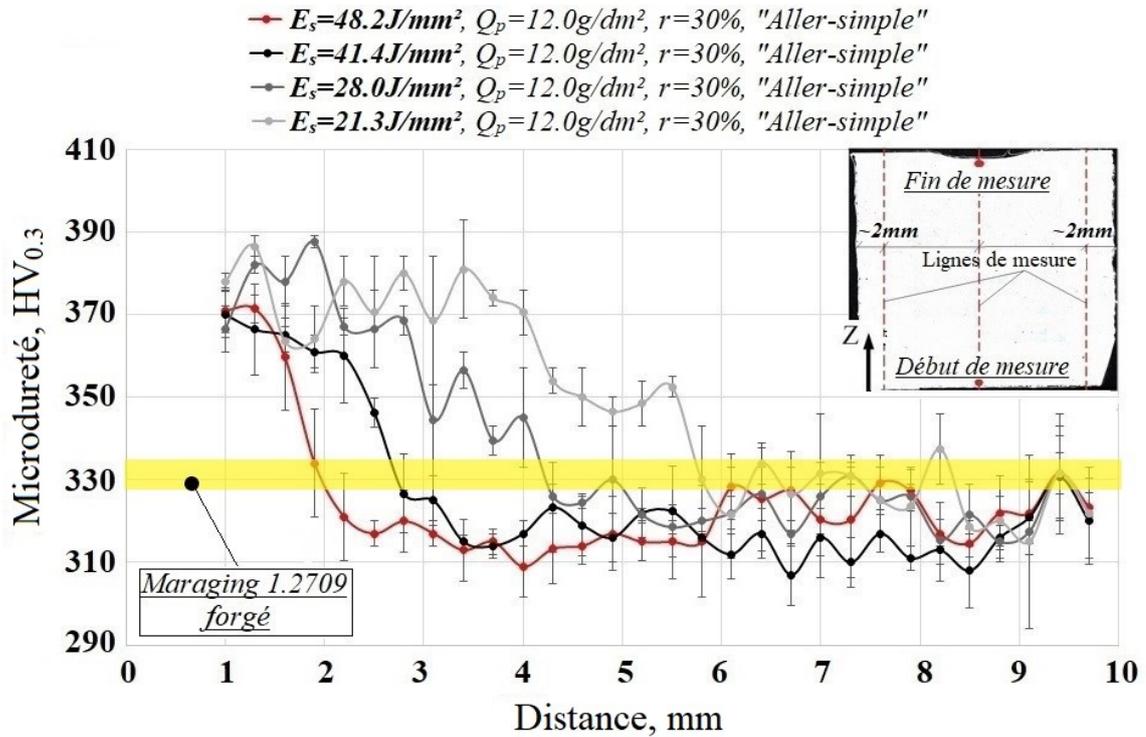


Figure 3.36 – Microdureté des cubes en fonction de l'énergie de rechargement

Dans leur étude, Jäggle (2017) ont observé la formation de précipités au centre des échantillons cubiques du fait de la multiplication des refusions/réchauffages. A la fin du rechargement, l'effet de refusion a moins d'impact thermique et, donc, les précipités ne se forment pas [JAG2017]. Karg (2016) ont aussi confirmé la même réduction de la microdureté dans le procédé de LMD. Cependant, ils n'ont pas retrouvé ce comportement pour le SLM [KAR2016]. Dans notre cas, apparemment, l'apport thermique maximale génère les précipités uniquement jusqu'à 2.5 mm de hauteur rechargée. Malgré les multiples refusions/réchauffages, la microdureté se maintient au niveau de 314...330 HV_{0.3} jusqu'à la fin – ces valeurs sont typiques de l'échantillon forgé. Le rechargement à l'énergie minimale conduit à des résultats plus proches de ceux publiés par Karg (2016) et Jäggle (2016) – les valeurs de la microdureté sont élevées jusqu'à ~ 5.8 mm et, puis, ils chutent vers les valeurs similaires que pour les autres cubes.

Cependant, malgré le rechargement au régime des basses énergies, ces auteurs n'ont pas étudié la distribution de la microdureté en fonction de cette énergie. Dans notre travail, nous avons observé le fort impact de l'énergie de rechargement sur la microdureté. D'un point de vue de formation de phases (Figure 2.4), les précipités peuvent se former uniquement à 600...650 °C et leurs apparitions nécessitent évidemment un certain temps (transformations diffusives). Apparemment, le rechargement à basse énergie maintient le matériau à ces températures plus du temps, tandis que la haute énergie augmente la température moyenne ce qui ne permet pas de

générer ces précipités. Cependant, la formation des précipités doit être vérifiée par les moyens de microscopie (DRX). L'effet de pompage de chaleur vers le substrat est une autre raison très probablement possible qui impacte l'histoire thermique. Dans notre projet, le substrat en XC48 possède un relativement haut coefficient de conductivité (1.5 fois plus) par rapport au substrat en acier 1.2343 utilisé par Karg (2016).

Le même comportement peut être observé en fonction du taux de recouvrement (Figure 3.37). Plus le taux de recouvrement est grand, plus la couche de haute microdureté est épaisse. En effet, un fort taux de recouvrement de 60% augmente la quantité totale d'énergie apportée, et ainsi les températures locales. Ainsi, le haut régime thermique est atteint plus rapidement et la dureté chute plus rapidement

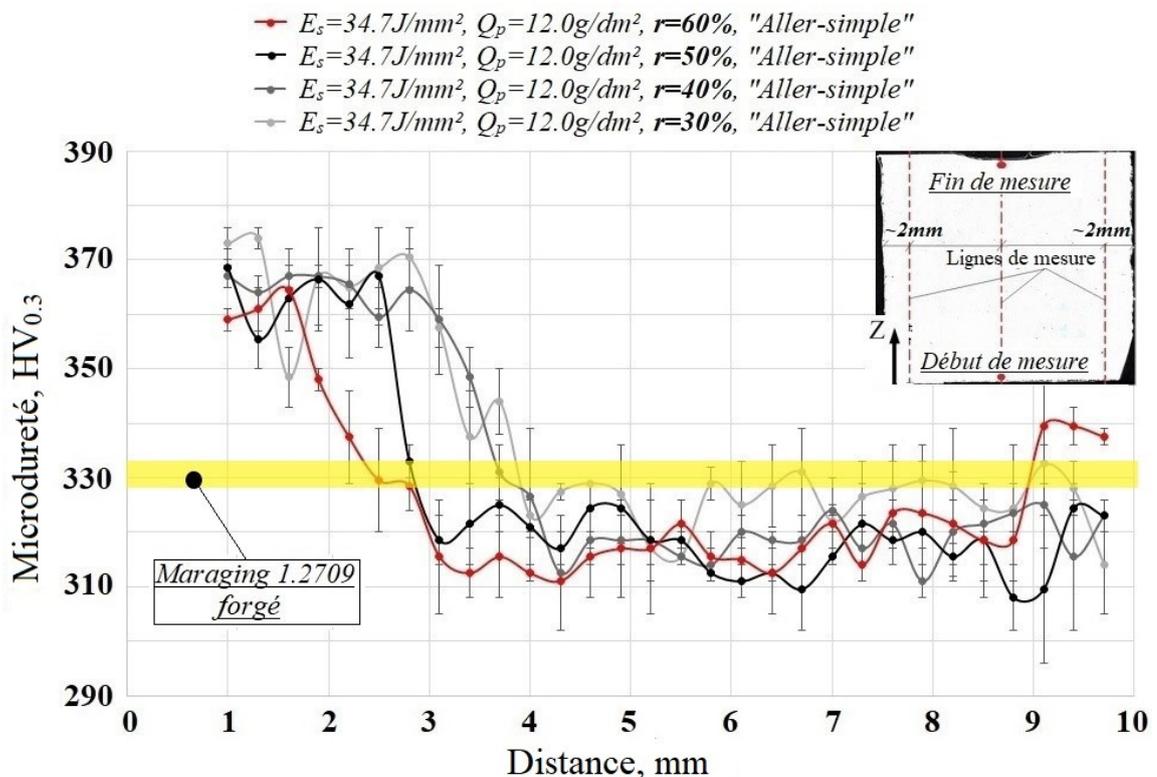


Figure 3.37 – Microdureté des cubes en fonction du recouvrement de rechargement

Finalement, les distributions de la microdureté en fonction des stratégies différentes sont tracées sur la Figure 3.38. Selon ces graphiques, les stratégies de rechargement n'ont aucune influence sur la microdureté. Les valeurs chutent au-delà d'une épaisseur de 3.5 mm environ pour toutes les stratégies.

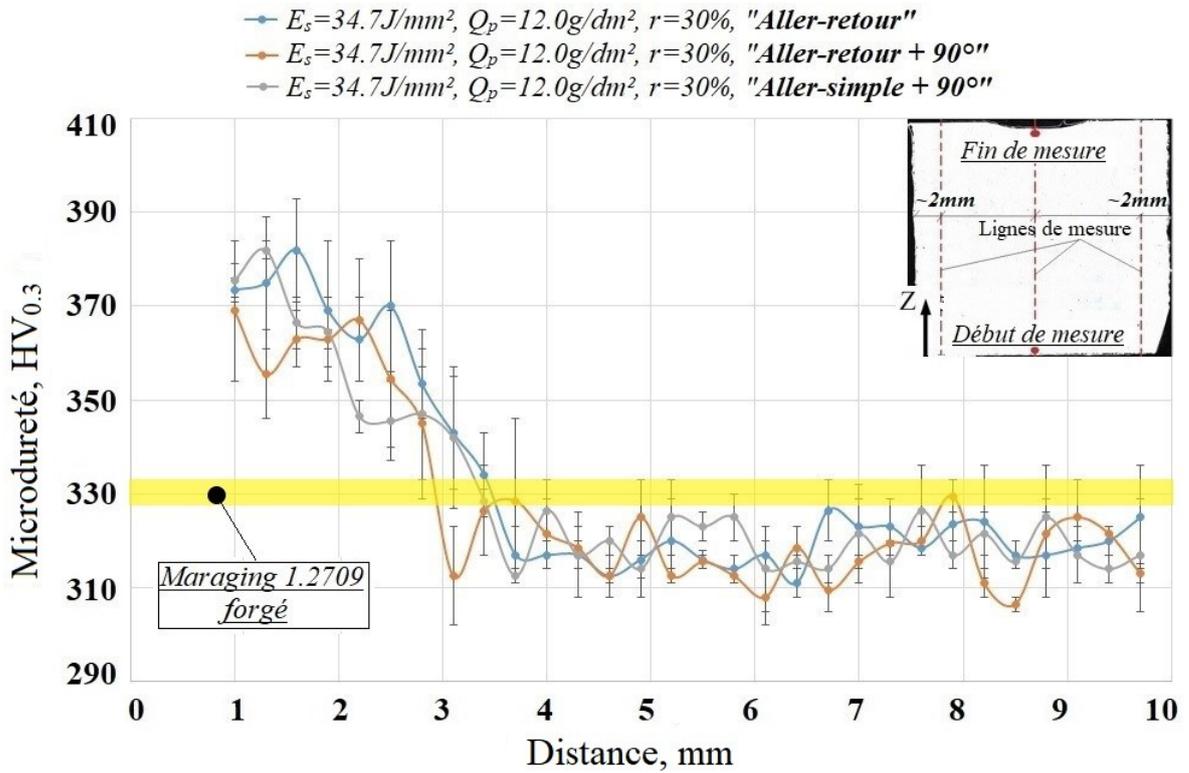


Figure 3.38 – Microdureté des cubes en fonction des stratégies de rechargement

3.3.2.4 Analyse de la microstructure

Les sections des cubes utilisées pour l'analyse optique de la densité et de la microdureté, ont été repolies et soumises à l'attaque chimique par Nital afin de révéler la macro- et la microstructure. L'analyse de la microstructure a été effectuée sur trois zones spécifiques de chaque section – au début du rechargement, au cœur de cube et à la fin du rechargement (Figure 3.39).

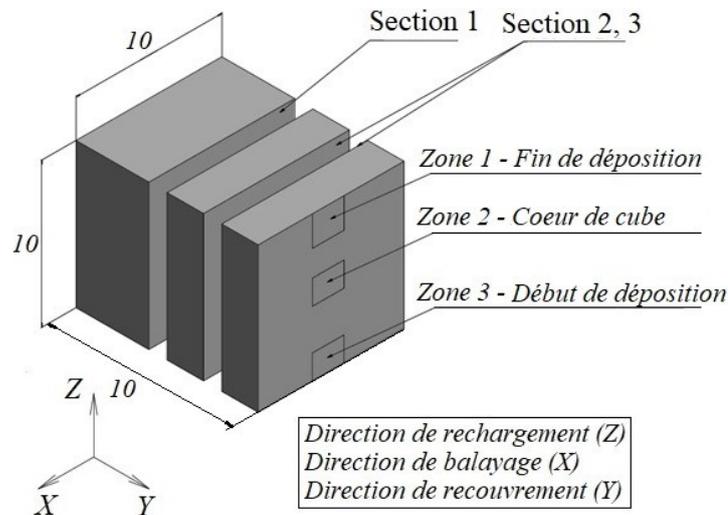


Figure 3.39 – Plan d'analyse de la microstructure

Généralement, la macrostructure des échantillons représente des interfaces entre les cordons déposés sur une même couche, ainsi que des interfaces entre les couches (Figure 3.40 (a)). Par exemple, la macrostructure du 10^{ème} cube est présentée sur la Figure 3.40 (a) au grossissement de x5. La forme d'un cordon individuel solidifié correspond à la source Gaussienne de chaleur (laser). La dilution d'une couche à l'autre peut se différencier selon l'histoire thermique différente. Par exemple, la structure d'un échantillon forgé ne présente pas les traces de solidification et consiste en packs de martensite chaotiquement espacés.

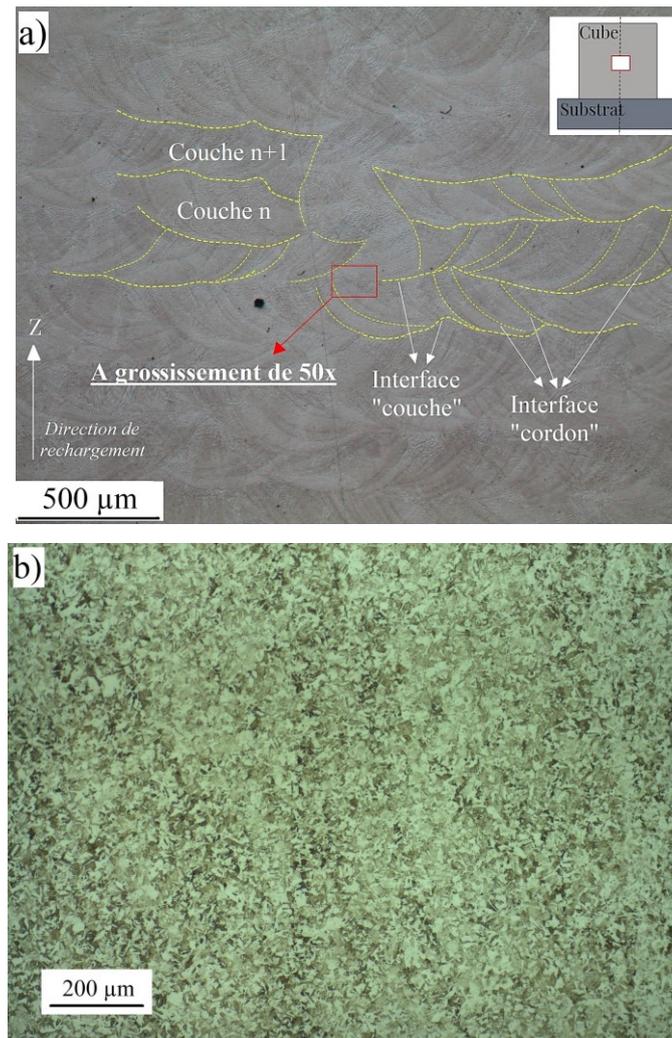


Figure 3.40 – Macrostructure typique de l'acier maraging rechargé, objectif x5 (a) et forgé, objectif x10 (b)

Particulièrement, les cubes rechargés à haute énergie de rechargement possèdent une macrostructure avec une haute dilution entre les couches consécutives (Figure 3.41 (a)). A contrario, la macrostructure des cubes rechargés à basse énergie permet de visualiser les couches clairement séparées l'un de l'autre (Figure 3.41 (b)). Dans ce cas, l'épaisseur d'une couche

typiquement basse est observable à partir de la microstructure. La présence des pores typiques (manque de fusion, pores de gaz) pour les rechargements à la haute/basse énergie est également observable.

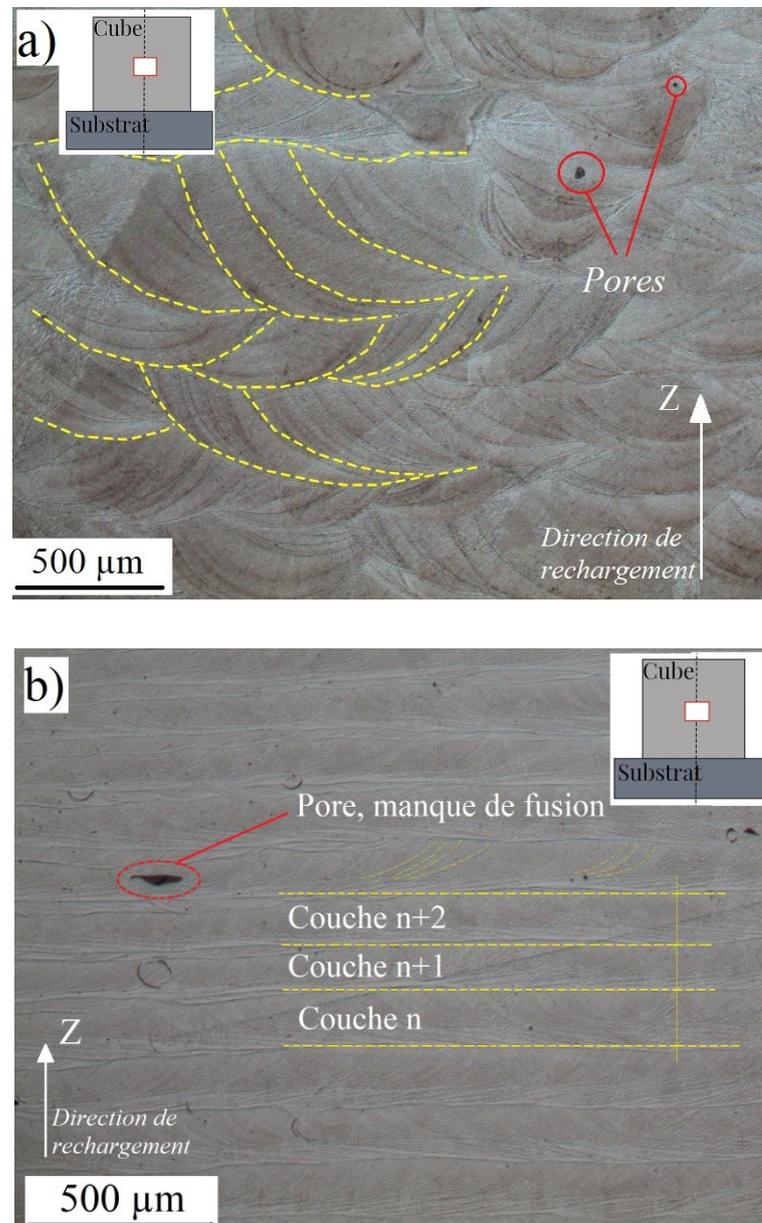


Figure 3.41 – Macrostructure de cube rechargé à haute énergie de 48.1 J/mm² (a) et à basse énergie de 28.0 J/mm² (b), objectif x5

Les macrostructures de cubes rechargés avec un taux de recouvrement de 30-40% semblent plus homogènes que celles avec de forts recouvrements (Figure 3.42 (a)). Aux forts taux de recouvrement, l'apport énergétique local et l'effet de refusion sont plus intenses en causant une forte dilution et une hétérogénéité (Figure 3.42 (b)). Particulièrement, les lignes rouges aléatoires

sur les Figures 3.42 (a, b) aident à estimer qualitativement cette hétérogénéité et les phénomènes de dilution.

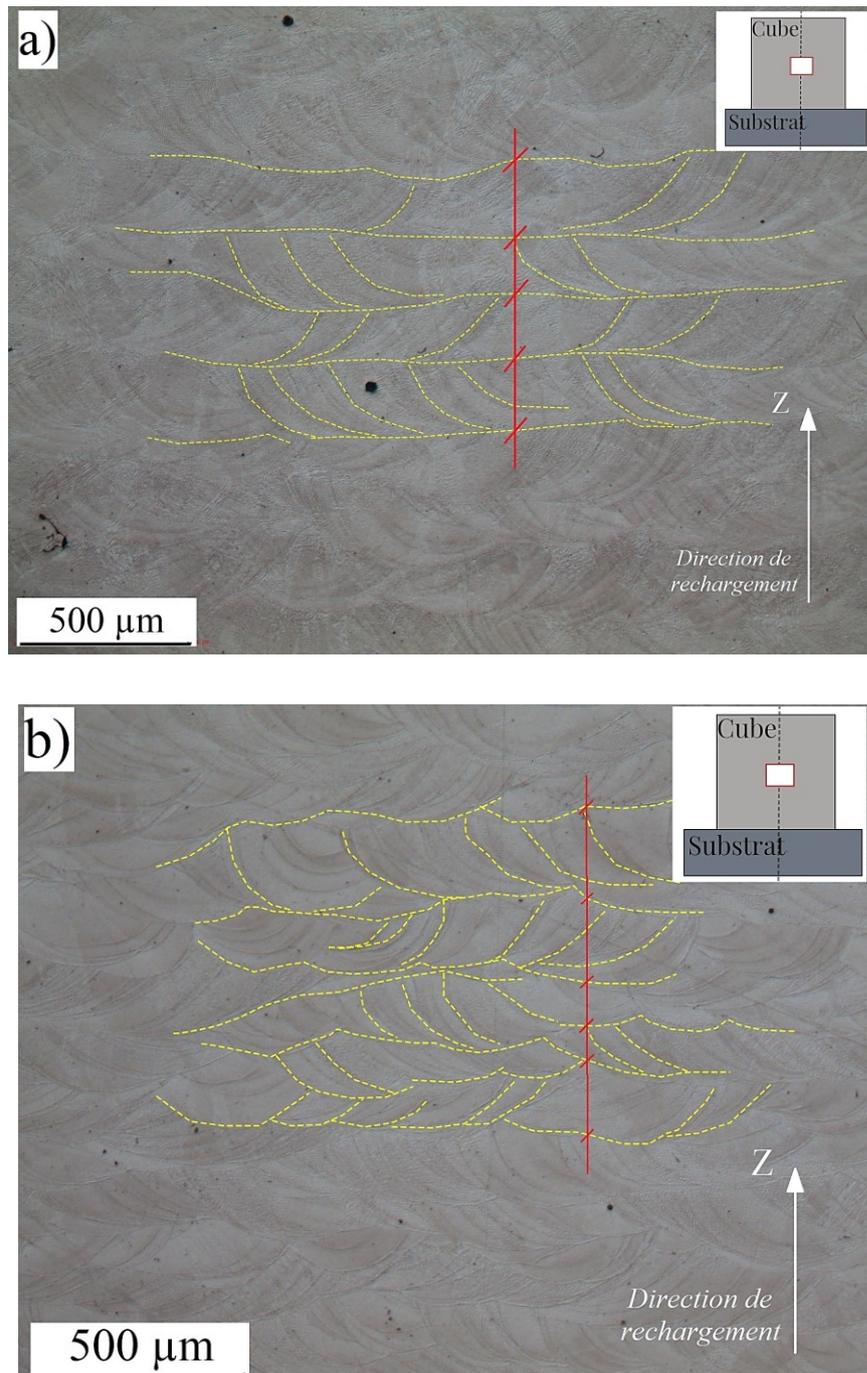


Figure 3.42 – Macrostructure de cube rechargé avec des taux de recouvrement de 30% (a) et de 50% (b), objectif x5

Il est à noter que, la macrostructure d'échantillons évolue au début du rechargement du fait des phénomènes de pompage thermique (solidification plus rapide). Ainsi on peut noter que la structure au début du rechargement semble plus impactée par l'attaque chimique et ces zones sont

donc plus sombres (Figure 3.43). Pour rappel, ce sont les zones où la microdureté est élevée. En conséquence, elles sont un bon indicateur de la valeur de microdureté.

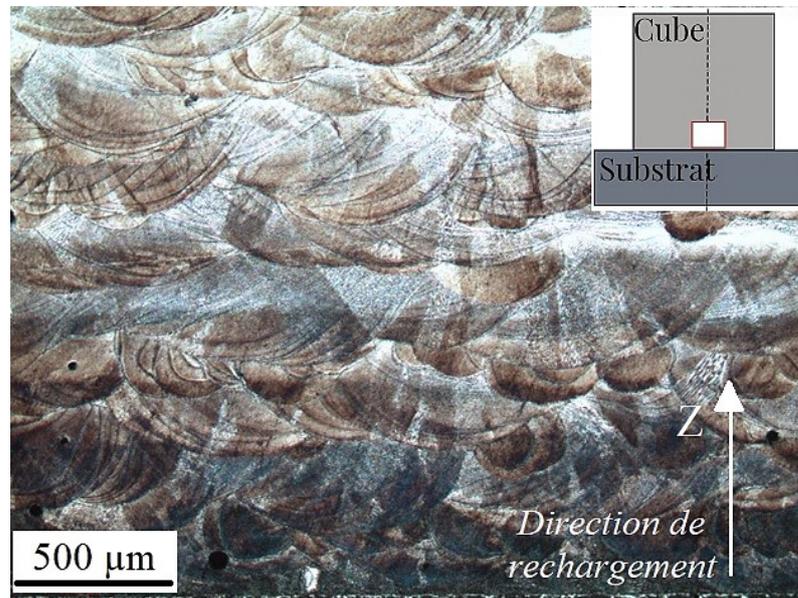


Figure 3.43 – Macrostructure au début du rechargement, objectif x5

La microstructure de l'acier maraging issu des procédés additifs est dendritique comme il a déjà été constaté par d'autres chercheurs [JAG2016, KAR2016]. Plus particulièrement, elle est composée de dendrites colonnaires et équiaxes (Figure 3.44 (b)). Lors de la solidification, des grains d'austénite tantôt colonnaires apparaissent vers une direction privilégiée de refroidissement et de croissance de grains. Des grains équiaxes apparaissent vers une direction variable ou du fait de brassage convectif dans le liquide. Cela s'accompagne avec des ségrégations de solutés dans les espaces inter-dendritiques menant éventuellement à la formation de phases intermétalliques primaires.

Il faut noter que les dendrites colonnaires sont plus dominantes aux bords du bain fondu. Ils peuvent également traverser les bords d'un bain fondu individuel en formant la croissance dite « épitaxiale ». Cette croissance semble pareille à la croissance épitaxiale des grains comme il a été constaté par Saboori (2020) [SAB2020]. La direction de cette croissance et la distance interdendritique de quelques micromètres sont plutôt chaotiques, mais ils dépendent de l'histoire et des gradients thermiques. Les champs thermiques varient d'une couche à l'autre ce qui induit une microstructure non uniforme. En plus, les changements de mécanismes de transfert thermique dans un bain fondu individuel définissent également la formation de la microstructure [SAB2020]. La transition entre les structures colonnaires et équiaxes se définit par les gradients thermiques et par la vitesse de solidification [TAN2017].

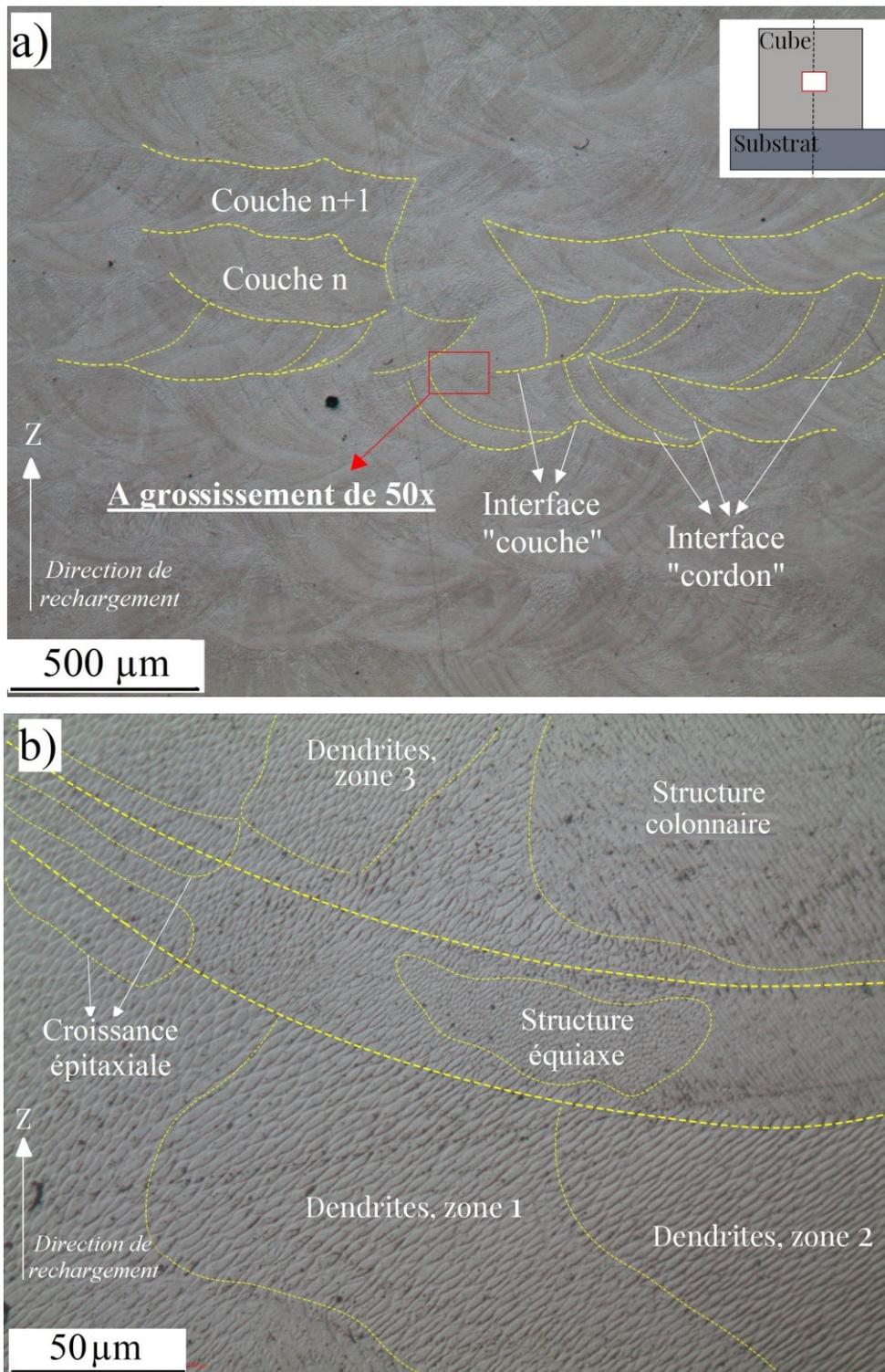


Figure 3.44 – Macrostructure du 10^{ème} cube, objectif x5 (a) et la microstructure correspondante, objectif x50 (b)

Généralement, la présence de dendrites colonnaires et équiaxes est intrinsèque pour tous les cubes rechargés. D'un autre côté, la taille des dendrites et la distance inter-dendritique ne sont pas impactées par les paramètres de rechargement. Comme il a été déjà constaté, on ne voit que

les changements macrostructuraux en fonction des paramètres de rechargement. En plus, la variation des paramètres normalement n'affine pas la microstructure. Cette conclusion a été également constatée par d'autres chercheurs [RIB2020]. Malgré le fait que les technologies additives de hautes vitesses de refroidissement et de forts gradients thermiques, la microstructure affinée est clairement visible par rapport à celle de pièces conventionnellement fabriquées (Figure 3.40). Dans le procédé LMD lui-même, Saboori (2020) ont observé une faible amélioration de la microstructure pour plusieurs stratégies [SAB2020]. Mais certains auteurs n'observent pas cette amélioration – la variation des paramètres change uniquement les conditions de solidification qui n'impactent que la direction de croissance des dendrites [ZHE2019].

3.4 Conclusions

Ce chapitre a été dédié à l'optimisation du rechargement LMD en plusieurs étapes – le rechargement de « simples cordons », de « murs » et de « cubes ». Tandis que les deux premières étapes ont été consacrées plutôt à l'optimisation géométrique des structures rechargées, le rechargement de cubes a été étudié vis-à-vis des propriétés qui sont significatives pour la tenue en fatigue : la densité, les contraintes résiduelles et la microstructure. De plus, l'étude de la variation de la microdureté au sein des cubes a été réalisée. Nous avons identifié les paramètres qui permettent de recharger des structures volumiques denses avec des contraintes proches de zéro. Ces propriétés seront essentielles pour la haute tenue en fatigue de pièces comme des moules d'injection. En plus, les paramètres définis constituent un point de référence pour la prochaine étape, i. e. l'étude de grandes structures.

Les résultats précédemment nous permettent d'avancer certaines conclusions:

- La déposition à basse énergie ($E_s < 64.9 \text{ J/mm}^2$) semble plus efficace, productive et fiable par rapport à la géométrie de pièces rechargées. En plus, afin d'assurer le bon ratio d'aspect (AR) et la productivité, il est recommandé de recharger à la densité de poudre Q_p entre 10 et 20 g/dm². Cependant, l'étude paramétrique de la dilution en fonction de paramètres n'a pas été réalisée ;
- Des contraintes résiduelles en compression ont été trouvées au centre des surfaces supérieures pour tous les échantillons rechargés. La distribution des contraintes autour des bords et au cœur des échantillons est toujours inconnue. Afin d'assurer les contraintes le plus proches au zéro, le rechargement à basse énergie ($E_s =$

21.3...28.0 J/mm²) et avec un faible taux de recouvrement ($r = 30...40\%$) est recommandé. On peut également réduire les contraintes en augmentant le débit de poudre q ou en réduisant la vitesse v afin d'obtenir la densité de poudre de $Q_p = 16$ g/dm² ;

- D'un autre côté, une haute densité d'échantillons est réalisable grâce aux énergies de $E_s = 34.7...41.4$ J/mm² et à un faible taux de recouvrement de 30%. Le critère de la densité est un critère dominant sur celui de l'état de contraintes résiduelles. La stratégie « aller-retour + 90° » semble bénéfique par rapport pour maximiser la densité. Concernant le niveau de contraintes résiduelles, l'impact des stratégies n'est pas clair ;
- La microstructure des échantillons cubiques est typique pour ce procédé de fabrication. Elle consiste en des dendrites colonnaires et équiaxes. La croissance épitaxiale de dendrites est aussi observable. L'amélioration de la microstructure en fonction des paramètres de rechargement n'a pas été confirmée ;
- La distribution de la microdureté est contraire aux résultats dans la littérature. Cependant, le rechargement qui induit l'apport énergétique minimal (soit à l'énergie E_s minimale soit au recouvrement r minimal), semble plus proche des données de la littérature – la microdureté chutent des valeurs de ~ 380 HV_{0.3} à ~ 320 HV_{0.3} a peu près au centre d'un cube de 10x10x10 mm³. La haute microdureté au début est du fait de l'effet de trempe, tandis que l'apparition des précipités n'était pas confirmée. Cela nécessite une analyse supplémentaire, par exemple, par DRX;
- Finalement, les paramètres optimaux de LMD qui assurent la porosité < 0.05% et les contraintes minimales en compression entre 100 et 200 MPa, sont les suivants : énergie de rechargement $E_s = 34.7$ J/mm², la densité de poudre $Q_p = 12.0$ g/dm², le taux de recouvrement de 30% et la stratégie « aller-retour + 90° » .

Chapitre 4. Rechargement de grandes structures

Sommaire

4.1 Changement d'échelles des paramètres optimaux de LMD	127
4.1.1 Plan expérimental de rechargement	127
4.1.2 Analyse d'échantillon, profil carré	128
4.1.3 Analyse des échantillons cylindriques	130
4.2 Etude de la tenue en fatigue de pièces rechargées	133
4.2.1 Préparation des éprouvettes	133
4.2.2 Organisation des essais de fatigue	135
4.2.3 Analyse des résultats de l'essai fatigue	137
4.2.3.1 Analyse des faciès de rupture	138
4.2.3.2 Distribution de la microdureté	142
4.2.3.3 Analyse de la microstructure	146
4.3 Modélisation du rechargement	148
4.3.1 Définition du coefficient d'absorption	149
4.3.2 Réalisation de la modélisation du rechargement	154
4.4 Conclusions	159

Cette partie du manuscrit est consacrée au changement d'échelle. Il s'agit d'appliquer les paramètres optimaux de LMD, précédemment définis, à de plus grands volumes.

La première étape a consisté à fabriquer des échantillons de plus grandes dimensions que précédemment et de façon continue (sans interruption). Ensuite, des échantillons encore plus grands, notamment, des éprouvettes de fatigue en flexion rotative, ont été fabriqués, mais cela a impliqué des arrêts intermédiaires pour des raisons techniques.

La validité du changement d'échelle est évaluée via l'analyse de la densité et de la distribution de la microdureté par rapport à l'homogénéité/hétérogénéité. Ensuite, la tenue en fatigue en flexion rotative a été évaluée sur certains échantillons via la méthode Locati, couplée à une analyse fractographique ainsi qu'à une analyse de microstructure et de microdureté.

Enfin, la modélisation numérique a été appliquée afin de mieux comprendre l'histoire thermique lors de rechargement des structures volumineuses.

4.1 Changement d'échelles des paramètres optimaux de LMD

4.1.1 Plan expérimental de rechargement

Les paramètres optimaux issus de l'optimisation progressive du procédé LMD présentée dans le troisième chapitre, sont appliqués sur des structures plus volumineuses que les petits cubes précédemment utilisés. Nous nous sommes intéressés à vérifier les capacités du procédé sur le rechargement d'échantillons de profil/section carré et circulaire (Figure 4.1). Ces échantillons ont été fabriqués sans interruption à l'échelle d'une journée de travail.

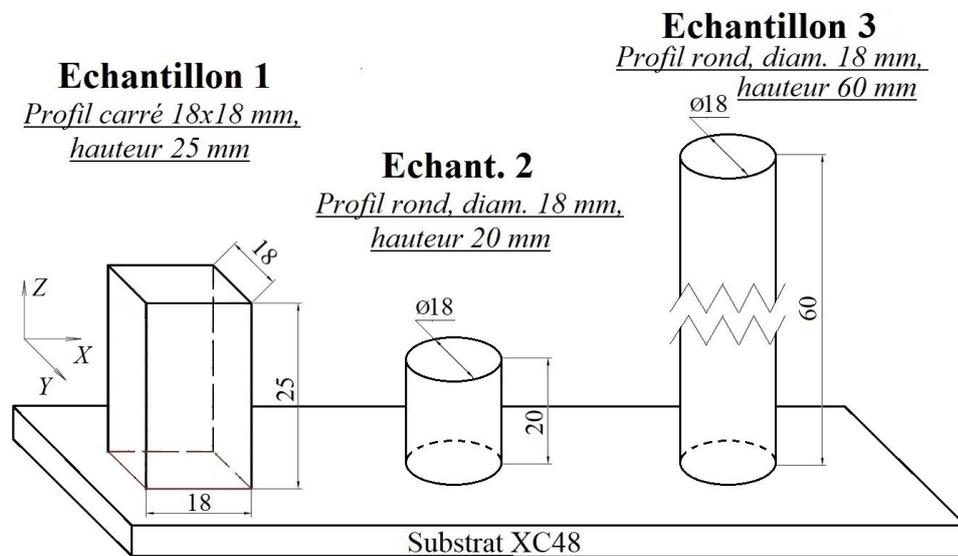


Figure 4.1 – Aperçu des échantillons

Les échantillons de section carrée ont été fabriqués avec les paramètres précédemment définis. En revanche, la stratégie de fabrication des échantillons cylindriques a été adaptée. Nous avons choisi la stratégie recommandée par Petrat (2016) [PET2016] qui conduit à la meilleure précision dimensionnelle et les meilleures propriétés du matériau. Ainsi, la fabrication débute par le contour, puis le remplissage est basé sur une stratégie « aller-retour + 90° » (Figure 4.2). Le taux de recouvrement a été choisi à 30% partout (contour externe + remplissage interne). Il est donc nécessaire de comparer cette stratégie par rapport à celle utilisée pour les échantillons cubiques.

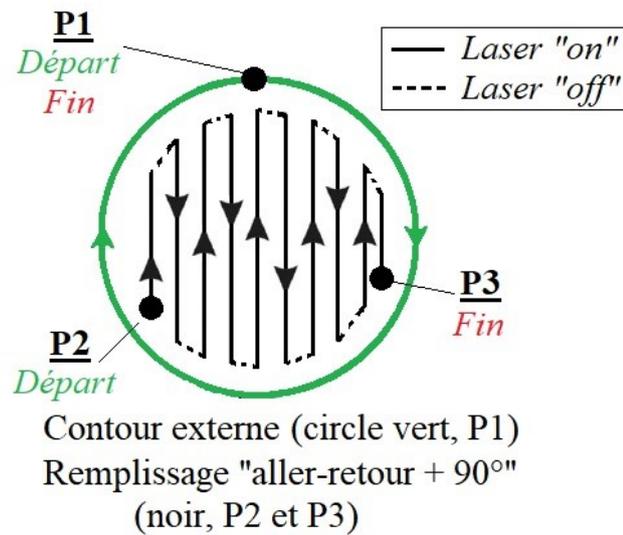


Figure 4.2 – Stratégie de rechargement d'un cylindre [PET2016]

Les paramètres optimaux utilisés pour chaque échantillon présenté sur la Figure 4.1 sont notés dans le Tableau 4.1. L'énergie surfacique E_s est 34.7J/mm^2 en mode « basse énergie » et la densité de poudre Q_p est 12.0 g/dm^2 .

Tableau 4.1 – Paramètres du rechargement

Echantillon	Puissance, P (W)	Vitesse, v (mm/s)	Débit, q (g/min)	Incrément, Δh (mm)	Stratégie
Profil carré, $18 \times 18 \times 25$ mm^3					« aller-retour + 90° »
Cylindre, hauteur 20 mm, diam. 18 mm	310	9.3	7.2	0.187	Contour et « aller-retour + 90° »
Cylindre, hauteur 60 mm, diam. 18 mm					Contour et « aller-retour + 90° »

4.1.2 Analyse d'échantillon, profil carré

L'analyse des échantillons de section carré a débuté par une découpe afin de réaliser les mesures de la densité (Figure 4.3 (a)) et de la microdureté le long de l'axe Z afin d'évaluer son homogénéité (Figure 4.3 (b)).

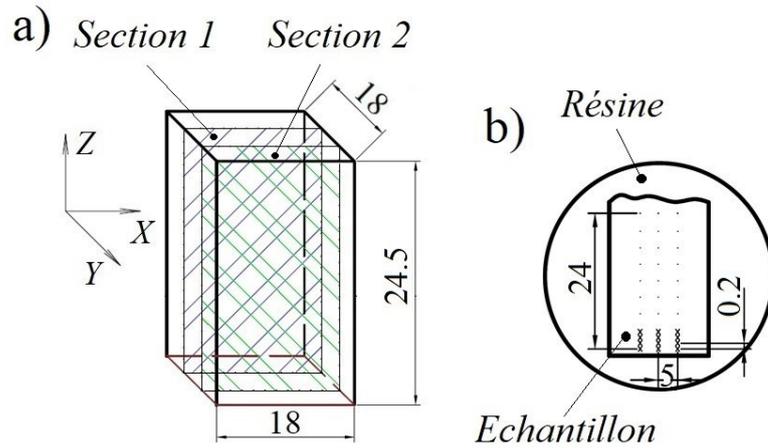


Figure 4.3 – Schéma de découpe des échantillons (a) et plan de mesures de la microdureté (b)

Les résultats de mesures de la densité sont présentés sur la Figure 4.4. Ils sont comparés avec les résultats obtenus précédemment avec les petits cubes de dimensions $10 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$ avec les mêmes paramètres de dépôts. Les nouvelles mesures ont été réalisées par méthode optique et par méthode d'Archimède. Le haut niveau de densité est comparable à celui obtenu précédemment. Le changement d'échelle ne semble pas affecter la densité.

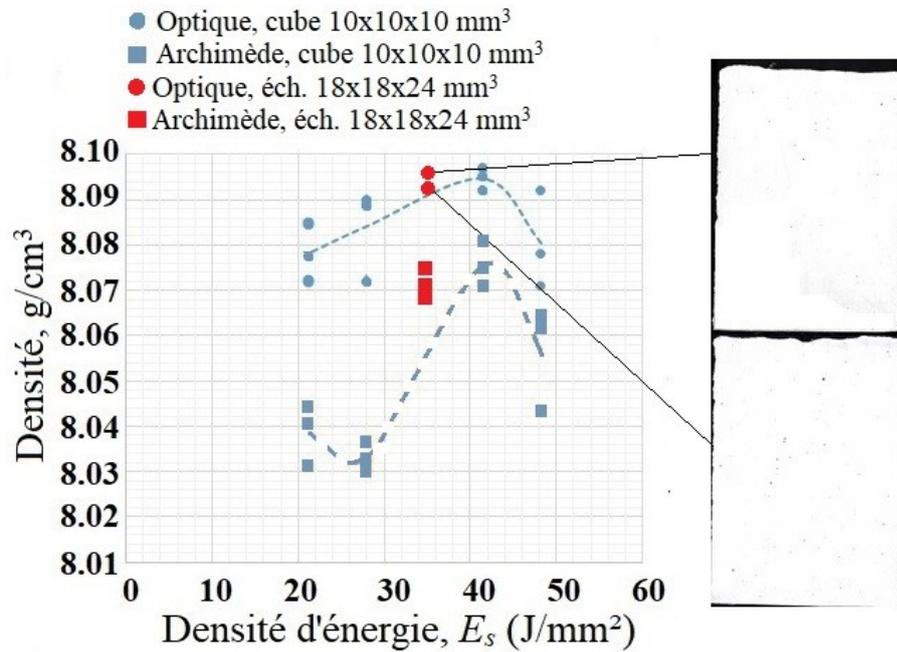


Figure 4.4 – Densité des échantillons de section carré avec deux volumes différents

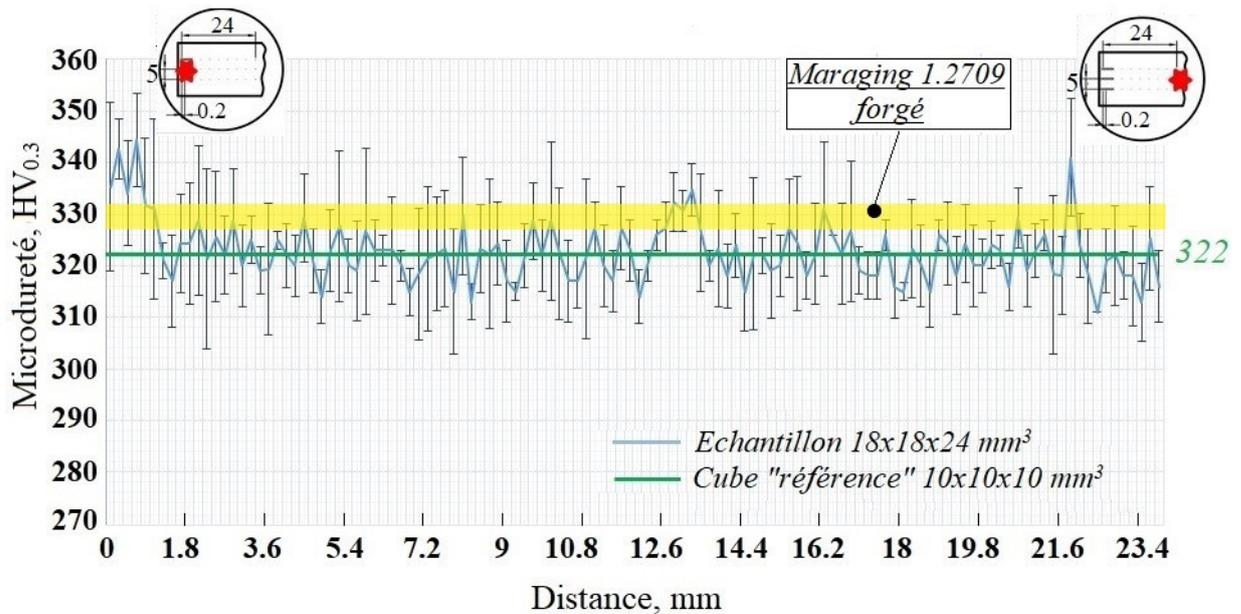


Figure 4.5 – Distribution de la microdureté dans les échantillons 18x18x24 mm³

La distribution de la microdureté est tracée sur la Figure 4.5. Elle est proche des duretés des petits cubes (Cube 1, Tableau 3.8). Par exemple, la dureté moyenne du Cube 1 de « référence » est 322 HV_{0.3} sans prendre en compte les premières couches dures au démarrage. Comme décrit précédemment au chapitre 4, une haute microdureté est observée au début du rechargement liée à un effet de trempe / de pompage thermique du substrat (grand volume d'acier à haute conductivité thermique et à température ambiante au début). Cependant, lorsque l'on avance en hauteur, la valeur moyenne est toujours plus faible que celle d'une pièce forgée en état de mise en solution.

4.1.3 Analyse des échantillons cylindriques

Deux échantillons cylindriques rechargés sont présentés sur la Figure 4.5 (a, b). Ils ont été également découpés pour analyse. Le petit cylindre a été uniquement soumis à l'analyse de la densité par deux méthodes. Il a été découpé en trois parties comme présenté sur la Figure 4.5 (c) – deux parties ont été obtenues par le découpage le long de l'axe de balayage (X) et l'autre par le découpage le long de l'axe de recouvrement (Y). Le grand cylindre a été premièrement découpé en 4 petits cylindres de ~15 mm en hauteur (Figure 4.5 (d)) et, puis, ils ont été découpés en deux parties le long de l'axe de balayage (X). En plus de la densité, il était aussi intéressant de vérifier la distribution de la microdureté lors de rechargement du grand cylindre.

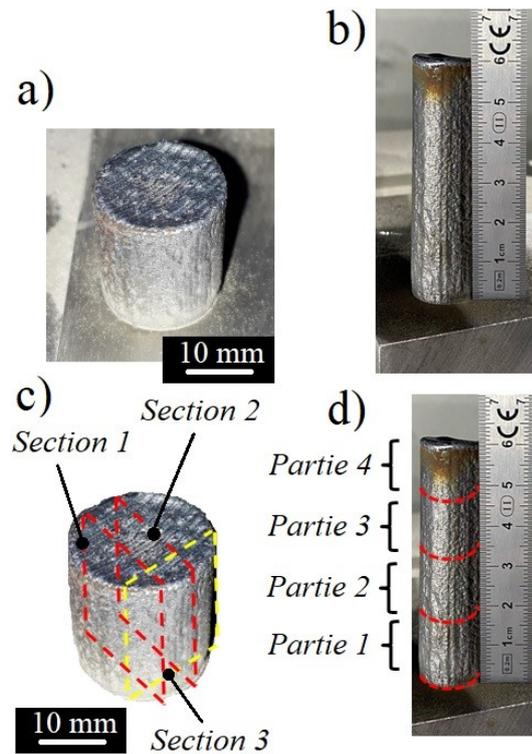


Figure 4.5 – Petit (a) et grand (b) cylindres rechargés et schéma de préparation des échantillons (c, d)

La densité mesurée des échantillons cylindriques est tracée sur la Figure 4.6 et comparée à la densité des petits cubes issus de l'optimisation paramétrique. Les densités des cylindres sont du même ordre de grandeur que précédemment. Au sein d'un même échantillon, on constate de faibles écarts de densité $< 0.11\%$ par la méthode optique. Ainsi il semble que le rechargement sur des temps longs conduise à des échantillons homogènes. Aucune dérive n'est observée. On peut ainsi conclure que le changement d'échelle est validé. Il est possible d'obtenir des échantillons homogènes avec une structure dense ($< 0.1\%$ de porosité).

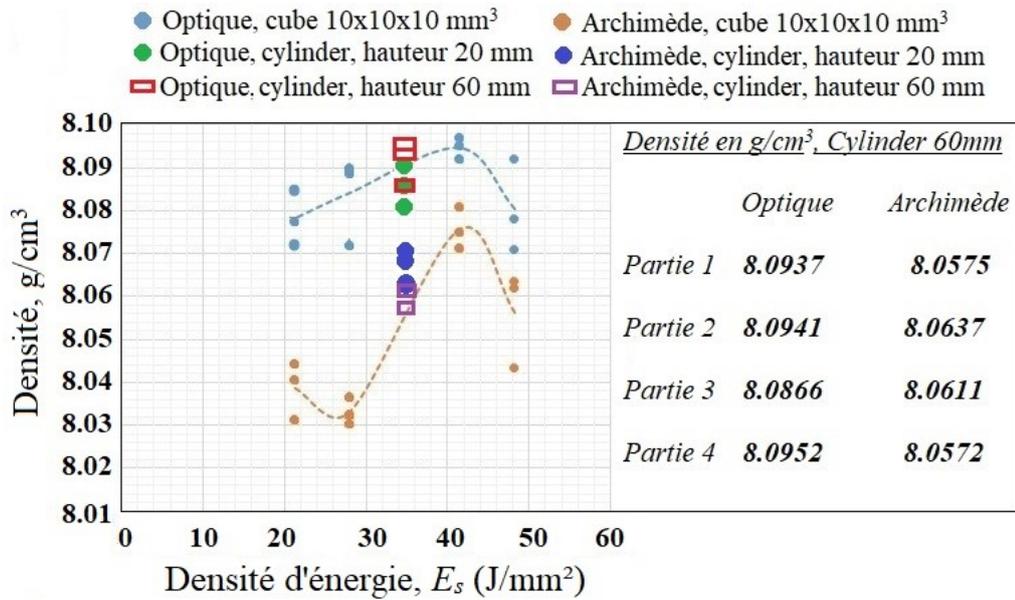


Figure 4.6 – Densité des cylindres rechargés

La microdureté a été uniquement mesurée dans le grand cylindre le long de l’axe du rechargement (Z) en utilisant deux lignes de mesures. La charge est 300 gf et le pas entre mesures est 0.4 mm. Comme précédemment observé avec les grands échantillons carrés, la microdureté est plus importante au début de rechargement du fait de la trempe (effet de pompage thermique). La distribution est assez homogène jusqu’à la fin et proche de la microdureté des cubes (Figure 4.7).

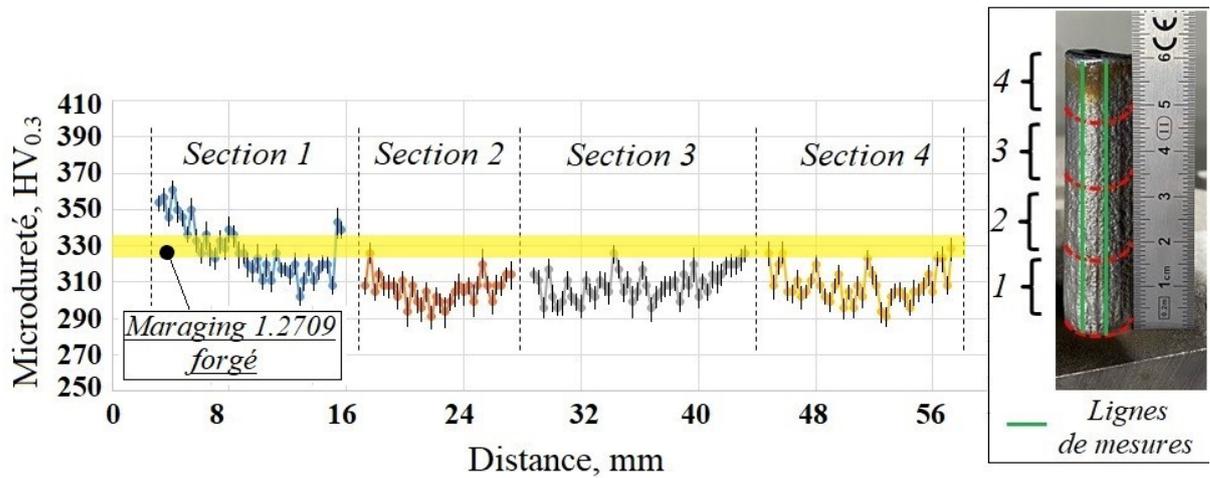


Figure 4.7 – Distribution de la microdureté de l’échantillon cylindrique

4.2 Etude de la tenue en fatigue de pièces rechargées

4.2.1 Préparation des éprouvettes

L'analyse préliminaire du rechargement de structures de grandes dimensions (cubes, cylindres) a mis en évidence la possibilité de fabriquer des échantillons denses et homogènes en termes de dureté. Il s'agit à présent d'étudier les propriétés fonctionnelles et notamment la tenue en fatigue. Nous avons choisi de fabriquer des éprouvettes destinées à des essais de flexion rotative en utilisant les spécifications de Han (2020) [HAN2020]. Le dessin d'éprouvette pour nos essais de fatigue est présenté en Figure 4.8.

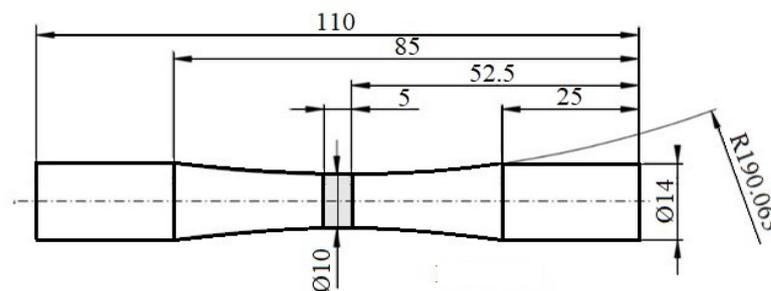


Figure 4.8 – Epreuve pour les essais de fatigue en flexion rotative

Les éprouvettes sont extraites d'un barreau de diamètre 18 mm et de hauteur 130 mm. Les paramètres du rechargement sont les mêmes que pour les échantillons cylindriques précédemment rechargés de diamètre 18 mm et de hauteur 60 mm. En fonction des ressources disponibles (temps, poudre), nous avons pris la décision de ne fabriquer que 5 éprouvettes. La machine hybride AMH-350, que nous avons utilisée dans le projet, permettait en théorie de recharger les éprouvettes et d'usiner ces dernières sans démontage. Cependant, des difficultés techniques n'ont pas permis de combiner les deux techniques de fabrication pourtant disponibles sur la machine. Ainsi les éprouvettes cylindriques brutes ont été réalisées sur la machine AMH-350. Elles ont ensuite été désolidarisées du plateau, puis usinées sur un tour. Les paramètres de tournage sont listés dans le Tableau 4.2.

Tableau 4.2 – Paramètres de tournage des éprouvettes de fatigue

Outil	Vitesse de coupe pour l'ébauche (m/min)	Vitesse de coupe pour la finition (m/min)	Avance en ébauche (mm/tour)	Avance en finition (mm/tour)	Profondeur de passe en finition (mm)
Plaquette carbure, Sandvik DNMG 150604, PF4315 $R = 0.4$ mm	50	90	0.06	0.04	0.5

Les conditions de rechargement des échantillons cylindriques (diamètre 18 mm, hauteur 130 mm) sont présentées dans le Tableau 4.3. La différence majeure par rapport aux fabrications précédentes provient de l'impossibilité de fabriquer les pièces en une seule journée. Ce procédé ne peut pas travailler en autonomie pendant la nuit sans la présence d'un opérateur. De plus la réglementation du travail interdit la présence de travailleurs isolés dans les bâtiments. Ainsi la machine AMH-350 a dû être arrêtée en fin de journée pour ensuite reprendre le lendemain. A posteriori, nous pouvons dire que l'arrêt de la machine peut théoriquement introduire des changements de propriétés du fait de l'histoire thermique différente à cause d'un retour de l'échantillon et du substrat de base à température ambiante. Il y a donc un risque d'avoir des échantillons hétérogènes en l'absence de régime thermique stabilisé. Cependant, ce risque n'avait pas été identifié a priori. Ainsi nous n'avons pas noté rigoureusement les durées de chaque séquence de déposition pour atteindre les 130 mm de hauteur requise.

De plus, nous avons dû réapprovisionner de la poudre métallique chez le même fournisseur. Les cinq premiers échantillons ont été fabriqués avec le premier et le deuxième lots de poudre. Le sixième échantillon a, quant à lui, été fabriqué en deux fois (65 + 65 mm) avec un retour à la température ambiante. Cet échantillon a utilisé le deuxième lot de poudre. Le septième a été rechargé en 7 fois avec des refroidissements intermédiaires complets. Cet échantillon a aussi utilisé le deuxième lot de poudre. Le tableau 4.3 résume les conditions de fabrication.

Tableau 4.3 – Plan de rechargement d'échantillons « fatigue »

Echantillon	Paramètres de LMD	Historique des arrêts de la machine	Lot de poudre
1		Inconnu	Premier (2018)
2		Inconnu	Premier (2018)
3		Inconnu	Premier (2018)
4	$E_s = 34.7$ J/mm ² , $Q_p = 12.0$ g/dm ² , $r = 30\%$, contour + "aller-retour + 90°"	Inconnu	Deuxième (2020)
5		Inconnu	Deuxième (2020)
6		Oui (1 arrêt)	Deuxième (2020)
7		Oui (6 arrêts)	Deuxième (2020)

4.2.2 Organisation des essais de fatigue

Dans ce travail, les essais de fatigue ont été réalisés sur une machine de flexion rotative à la fréquence de 60 Hz avec un rapport de contraintes de $R = -1$ ($-\sigma_a \leftrightarrow +\sigma_a$). La configuration des essais de flexion rotative est présentée sur la Figure 4.9 (a, b), particulièrement, la machine Walter + Bai UBM 200 (Figure 4.9 (a)) et le schéma cinématique avec le diagramme des moments fléchissants générés lors du chargement (Figure 4.9 (b)). Grâce à ce montage, on peut observer que le moment M reste constant tout au long de l'éprouvette. Les contraintes de sollicitation σ_a peuvent être calculées par l'équation 4.1 (Eq. 4.1) avec P_c le charge, d_u le diamètre de la partie utile de l'éprouvette et l la longueur du bras de levier.

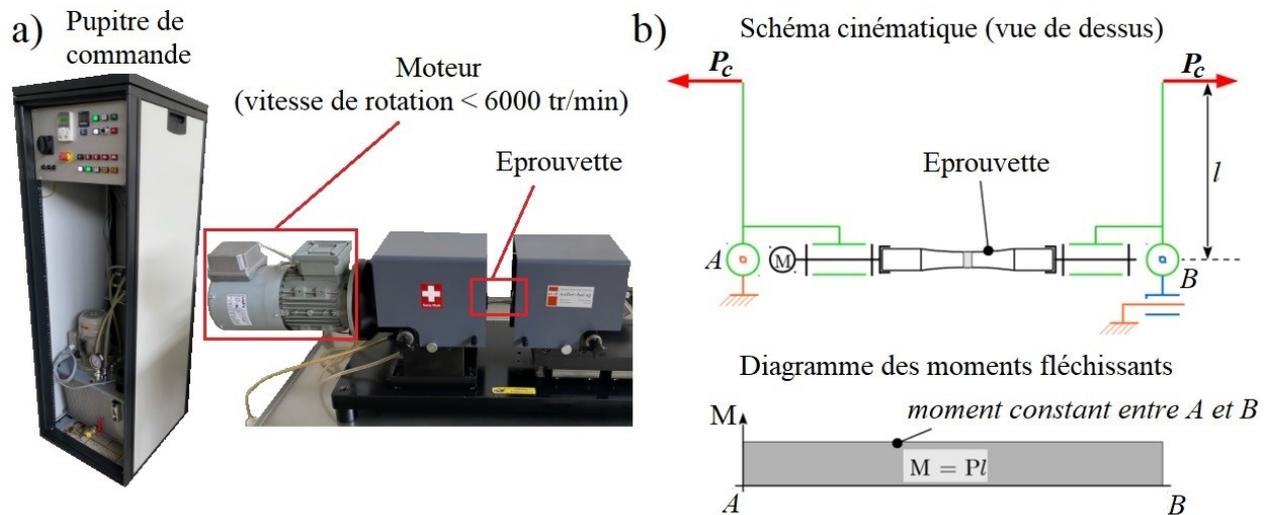


Figure 4.9 – Machine de flexion rotative Walter + Bai UBM200 (a) et schéma cinématique (b)

$$\sigma_a = \frac{32 \cdot P_c \cdot l}{\pi \cdot d_u^3} \quad (\text{Eq. 4.1})$$

Il existe différentes méthodes d'évaluation de la tenue en fatigue [CHO2014]. Pour l'estimation de la limite d'endurance des pièces issues de technologies additives, la méthode de l'escalier ou de « staircase » et la méthode de Locati sont les plus utilisées. Ils ne nécessitent pas un grand nombre d'éprouvettes. Au moins 5 éprouvettes sont nécessaires pour la méthode de l'escalier mais il est préférable d'en faire 10 à 15 pour avoir des résultats plus fiables. A contrario, la méthode Locati ne nécessite qu'une seule éprouvette. Compte tenu du faible nombre d'éprouvettes et de la dispersion de fabrication de ces quelques éprouvettes, la méthode Locati s'impose, malgré son manque de précision.

La méthode Locati se base sur l'hypothèse des dommages cumulés D qui sont définis par l'équation 4.2 (Eq. 4.2), avec N_i le nombre de cycles à rupture pour le niveau de contrainte σ_i considéré, n_i le nombre de cycles effectués à ce niveau de contrainte, et p le nombre de niveaux de contraintes.

$$D = \sum_{i=1}^p n_i / N_i \quad (\text{Eq. 4.2})$$

Pour la réalisation de cette méthode, il faut respecter certaines conditions :

- L'éprouvette doit être soumise à des paliers de charge de même durée, de même niveau et ces paliers de contraintes doivent être croissants. Dans notre cas, chaque palier de charge correspond à 50000 cycles constants, l'échelle des paliers est 5 N qui est également constante ;
- La valeur initiale de palier doit être sensiblement au-dessous de la limite de fatigue de référence. Pour le départ, nous avons choisi la charge de 50 N. Cette charge correspond à la contrainte σ_a de 293 MPa.

Le dommage total cumulé D peut être obtenu en utilisant au moins trois courbes de Wöhler de matériau de référence – une courbe représente purement le comportement en fatigue du même matériau et deux autres sont hypothétiques. Les courbes hypothétiques peuvent être tracées en ajoutant ou en déduisant la valeur constante de contraintes à chaque niveau du nombre de cycles. Toutes ces courbes de Wöhler ont la limite d'endurance connue σ_{di} à $2 \cdot 10^6$ cycles (Figure 4.10 (a)). Concernant la référence de l'acier maraging 1.2709, nous avons pris en compte les résultats de l'essai fatigue réalisé par Van Swam (1975) [VAN1975]. La limite d'endurance de l'acier maraging forgé en état de mise en solution est 516 MPa. Nous avons également mené des essais préalables sur des éprouvettes en acier maraging forgé mis en solution, ce qui a permis de confirmer cet ordre de grandeur de limite d'endurance. Au total nous avons testé 5 éprouvettes. Il est désormais possible de calculer les dommages cumulés D_i pour ces courbes en fonction de ses limites de fatigue. Enfin, la limite d'endurance σ_d peut être estimée en connaissant la contrainte pour laquelle le dommage $D_j = 1$. Pour cela, l'interpolation des points obtenus de D_i doit être réalisée (Figure 4.10 (b)).

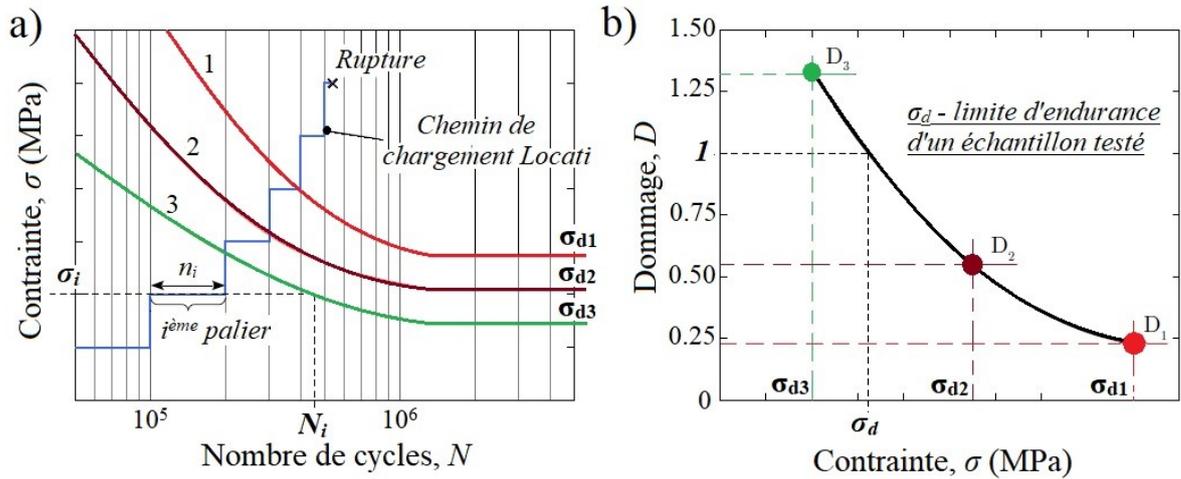


Figure 4.10 – Exemple de courbes hypothétiques par rapport au chemin de chargement Locati (a) et estimation de la limite d’endurance (b)

4.2.3 Analyse des résultats de l’essai fatigue

Le résumé de la limite d’endurance estimée par la méthode Locati de tous les échantillons listés dans le Tableau 4.3, est pointé graphiquement sur la Figure 4.11.

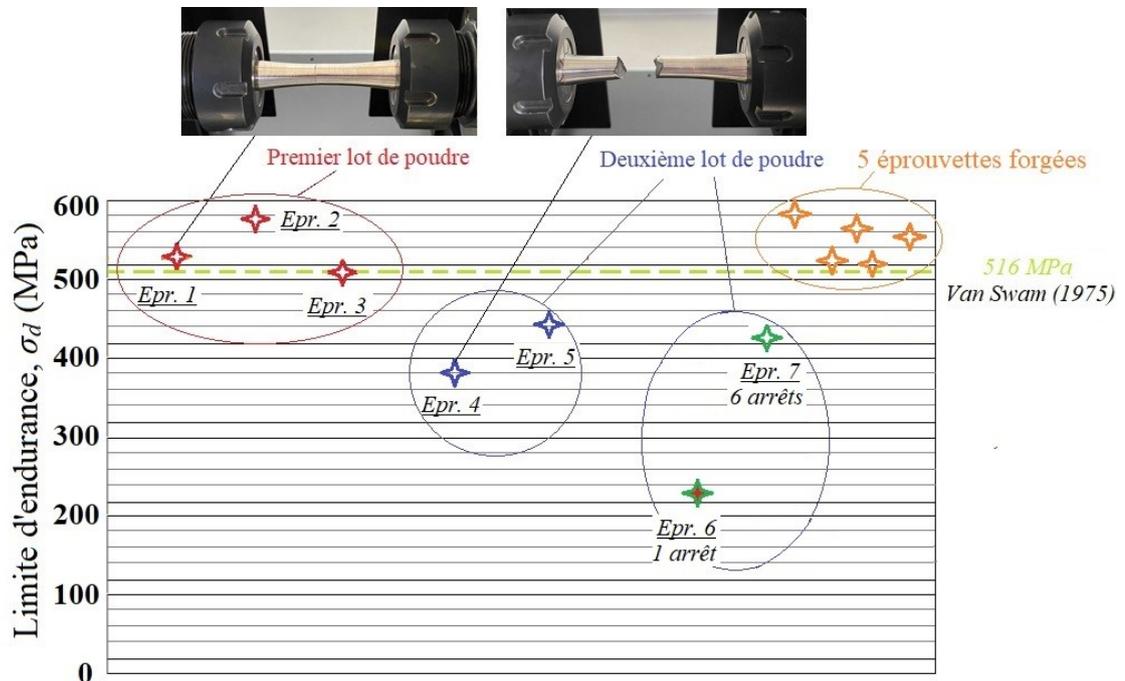


Figure 4.11 – Limite d’endurance des échantillons rechargés et forgés

Suite aux essais conduits, on peut conclure que la limite d’endurance des échantillons rechargés en utilisant le premier lot de poudre fourni en 2018 est plus élevée que celle de deuxième

lot fourni en 2021. En plus, ces résultats sont, en moyenne, légèrement supérieurs à ceux obtenus avec le matériau forgé. Cependant, l'histoire du rechargement en plusieurs fois qui n'était pas enregistrée dans nos premiers essais, ne permet pas de définir l'impact de la stratégie de rechargement. D'un autre côté, l'analyse de composition de deux lots de poudres décrites dans le 3^{ème} Chapitre, ne montre qu'une faible différence de teneur en aluminium et titane (Tableau 3.2). Nous supposons que cet écart induit des variations de formation de précipités et, par conséquence, peut conduire à des écarts de propriétés mécaniques. L'échantillon rechargé spécialement en 7 fois révèle une limite d'endurance proche de la valeur du cinquième échantillon – 428 ↔ 444 MPa respectivement. Par contre, l'échantillon rechargé en deux fois possède un niveau de limite d'endurance très faible qui ne peut pas être accepté par l'industrie. Il est à noter que les éprouvettes avec la limite d'endurance relativement faible (par exemple, l'éprouvette 4 et l'éprouvette 7) sont plus fragiles et, apparemment, la rupture brutale intergranulaire est plus dominante dans ce cas (voir les images au-dessus de la Figure 4.11).

4.2.3.1 Analyse des faciès de rupture

Les images MEB des faciès de rupture obtenues par les moyens du MEB de toutes les éprouvettes (sauf la deuxième qui est non complètement rompue) sont présentées sur les Figures 4.12 (a-f) avec la limite d'endurance correspondante. Sur ces images, qui sont en échelle macroscopique, les zones d'initiation de rupture, de sa propagation et de rupture brutale intergranulaire sont marquées. La présence de ces zones est typique pour les éprouvettes « rechargées ». Particulièrement, d'après Elangeswaran (2020), le rapport de ces zones dépend du niveau de contraintes sollicitées. Pour les hautes contraintes, la zone d'initiation et de propagation est plus petite que la zone de rupture brutale (finale) [ELA2020]. Le début de la zone de propagation se caractérise par les crêtes orientées vers la propagation de rupture, et sa fin par la surface lisse où il y a une fracture par clivage. Par contre, la surface de rupture brutale présente des facettes et micro-vides qui sont révélateurs de la rupture ductile. Il est à noter que la rupture fragile est dominante dans les éprouvettes qui ont des défauts internes (pores, particules non fusionnées) [BRA2018]. Comme il a été également constaté par d'autres chercheurs, l'initiation de rupture est causée par les défauts sub-surfaciques ou surfaciques. Sur les images de surface totale, on observe également que la fracture débute à partir d'une zone d'amorçage unique. Cependant, certains auteurs ont noté plusieurs zones d'initiation de rupture du fait de nombre élevé de défauts surfaciques [ELA2020, SAN2016].

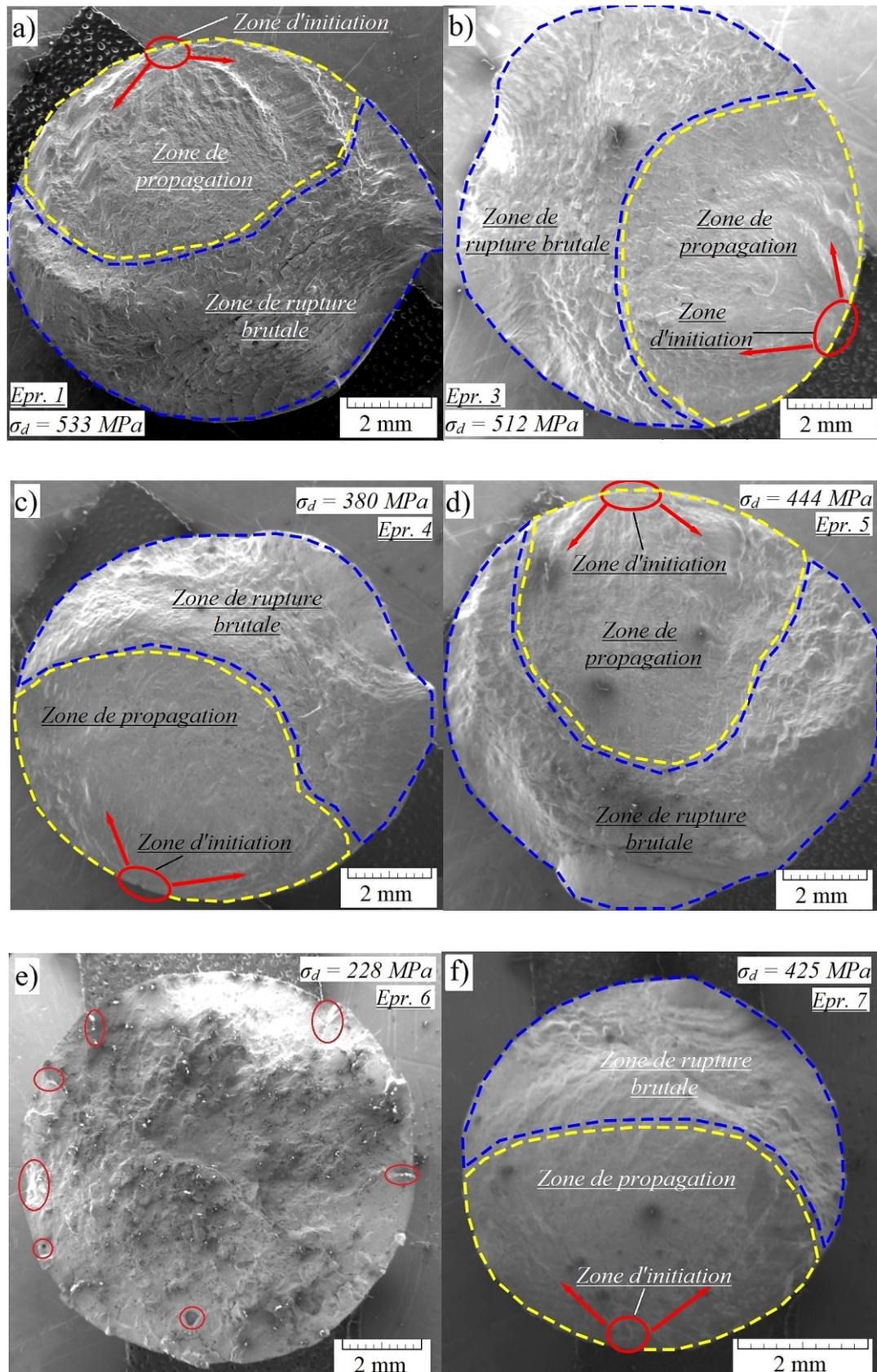


Figure 4.12 – Vues macrographiques des faciès de rupture selon le Tableau 4.3: l'éprouvette n°1 (a), l'éprouvette n°3 (b), l'éprouvette n°4 (c), l'éprouvette n°5 (d), l'éprouvette n°6 (e) et l'éprouvette n°7 (f)

La surface fracturée de l'échantillon rechargé en deux fois (l'éprouvette n°6) qui a la limite d'endurance la plus faible de 228 MPa, ne possède pas de zone d'initiation unique et claire. La surface totale est assez rugueuse et constituée de pics plats et vides avec les bords abrupts. La surface de la zone de propagation est minimale pour le cinquième échantillon, mais, normalement, le rapport de la zone de rupture brutale à la zone de propagation est constant.

Au plus grand grossissement, on peut identifier le type des défauts critiques. Normalement, c'est le manque de fusion qui se situe au niveau sub-surfacique (l'éprouvette n°7, Figure 4.13 (a)) et au niveau surfacique au cours de la direction de rupture (l'éprouvette n°1, Figure 4.13 (b)). Parmi les autres défauts typiques on peut noter les microfissures (Figure 4.14(a)), les micro-vides (Figure 4.14 (b)) et les particules non-fusionnées (Figure 4.14 (c)).

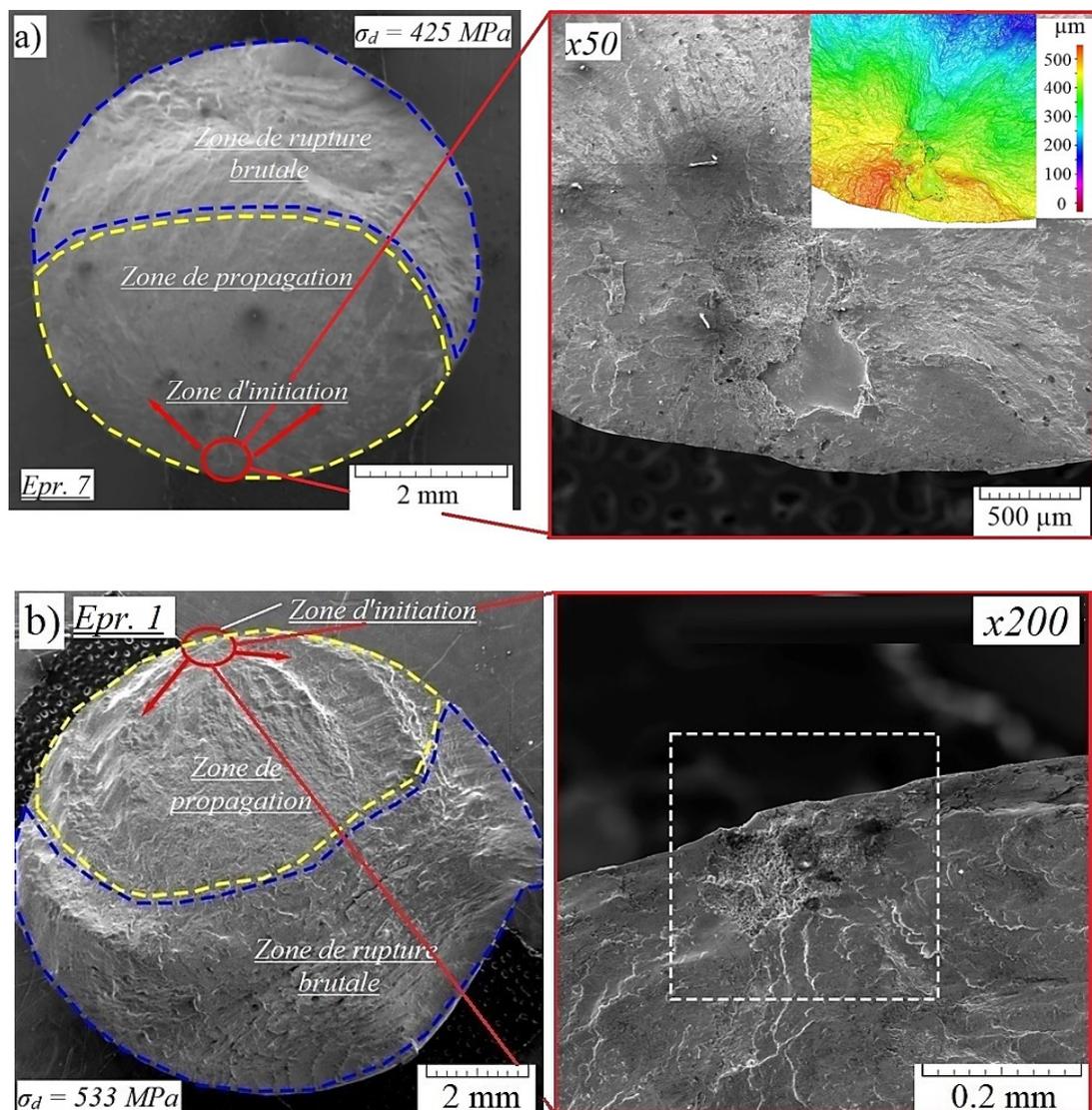


Figure 4.13 – Exemple de manque de fusion sub-surfacique (a) et surfacique (b)

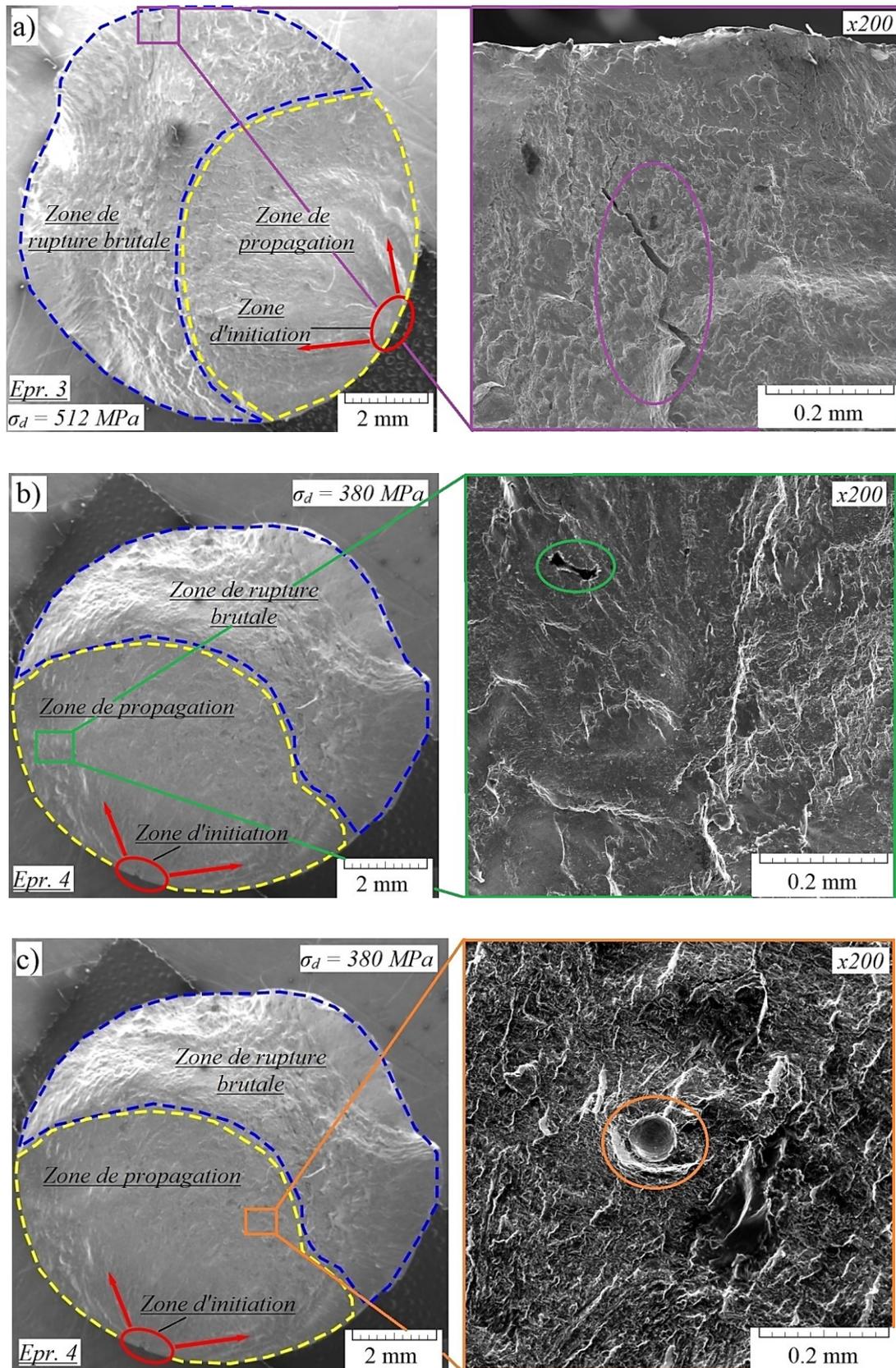


Figure 4.14 – Exemple d’autres défauts typiques : microfissure (a), micro-void (b) et particule non-fusionnée (c)

4.2.3.2 Distribution de la microdureté

Pour l'analyse de la distribution de microdureté et de la microstructure, quatre éprouvettes ont été choisies. Les deux premières éprouvettes (l'éprouvette n°2 avec $\sigma_d = 512$ MPa et l'éprouvette n°5 avec $\sigma_d = 444$ MPa) ont été rechargées respectivement avec le premier et le deuxième lot de poudre. La troisième éprouvette a été fabriquée en 2 fois (l'éprouvette n°6, $\sigma_d = 228$ MPa) et la dernière éprouvette a été rechargée en 7 fois (l'éprouvette n°7, $\sigma_d = 425$ MPa). La figure 4.15 (a, b) présente la démarche d'analyse de la microdureté. Tout d'abord, les éprouvettes rompues ont été coupées en 4-5 parties (Figure 4.15 (a)) et chacune de ces parties a été découpée latéralement (le long de l'axe de rechargement). Il est à noter, que la partie considérée pour l'analyse de surface fracturée, n'était pas comptée dans la distribution de la microdureté. Schéma et paramètres de mesures eux-mêmes sont illustrés en Figure 4.15 (b). Les indentations ont été réalisées le long de trois lignes de mesures qui ont lieu au centre de chaque section et proche des bords. Du fait de l'homogénéité des résultats de mesures sur toute la surface suite au rechargement des structures volumineuses, la valeur moyenne de ces trois lignes peut être estimée. En plus, la hauteur de l'échantillon découpée à partir d'un substrat, l'épaisseur d'un disque de tronçonneuse et l'épaisseur de l'échantillon pour l'analyse de surface ont été prises en compte pour la calibration de distance.

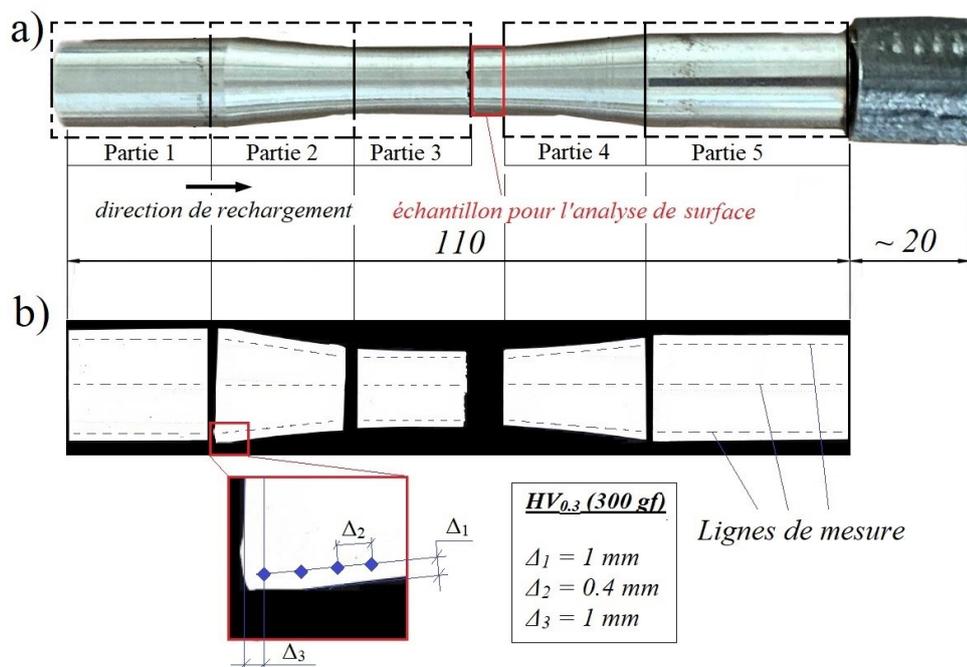


Figure 4.15 – Préparation d'échantillons pour l'analyse (a) et schéma de mesure de la microdureté (exemple de l'éprouvette n°6) (b)

La distribution de la microdureté dans la deuxième éprouvette en fonction de la distance de rechargement, est présentée sur la Figure 4.16. Cette éprouvette n'a pas été entièrement cassée à la fin de l'essai de fatigue et, par conséquent, elle a été découpée au milieu, à côté de la fissure par la tronçonneuse. La microdureté autour de la fissure était également mesurée. Afin de bien distinguer les sections préparées pour la suite, par exemple, pour l'analyse de la microstructure, elles ont été marquées par deux chiffres. Le premier chiffre correspond au numéro de l'échantillon et le deuxième à sa position à partir de début du rechargement.

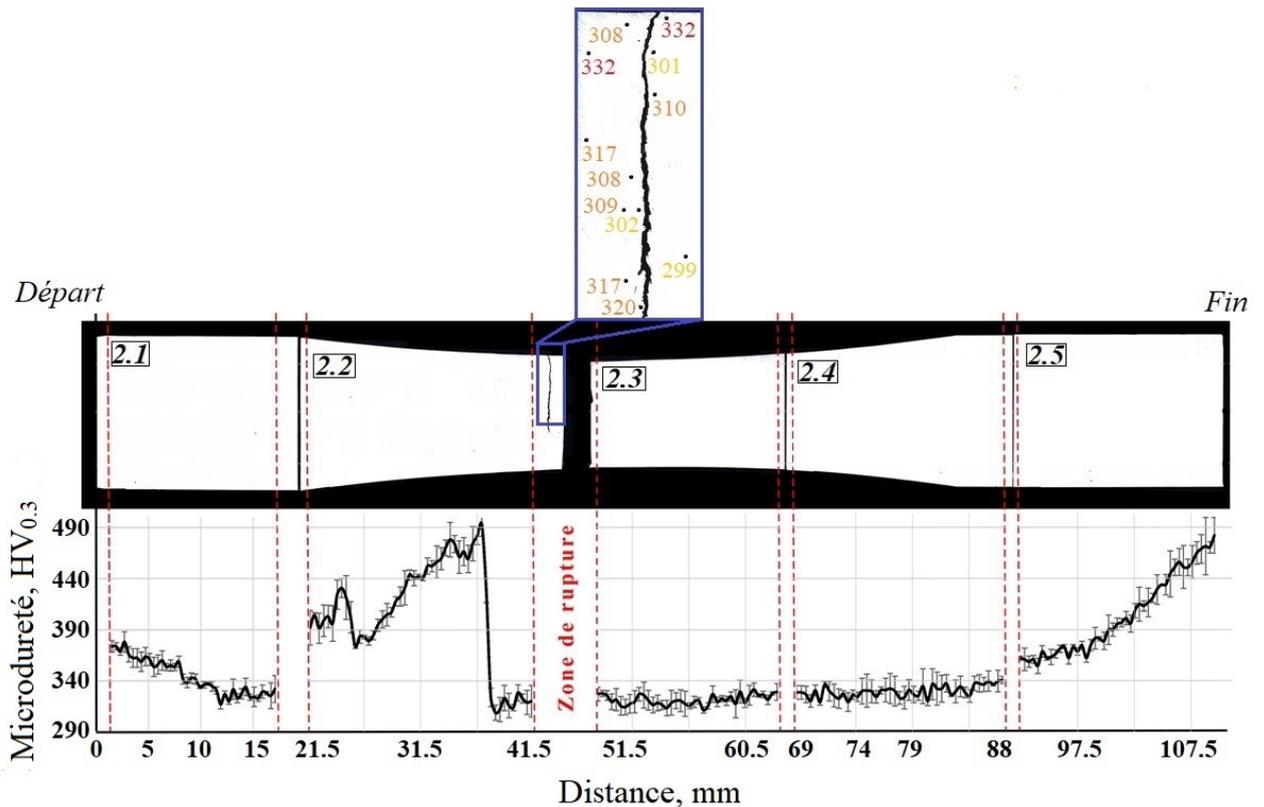


Figure 4.16 – Distribution de la microdureté dans l'éprouvette n°2

Selon le graphique combiné sur la Figure 4.16 ci-dessus, on peut souligner les zones caractéristiques. La première zone correspond à la réduction de la microdureté lors des premières dizaines de millimètres. Elle a été également remarquée précédemment pour tous les types d'échantillons (cubes, cylindres). Ceci s'explique par l'effet de trempe au démarrage du rechargement (pompage thermique). Puis, on observe une croissance de la microdureté jusqu'aux valeurs de 440 et 490 HV_{0.3} avec deux pics. Le premier pic à 440 HV_{0.3} et, juste après, une réduction abrupte vers 384 HV_{0.3}. Le deuxième pic correspond à 490 HV_{0.3} avant la réduction abrupte jusqu'à 320-338 HV_{0.3} qui sont typiques pour le rechargement de structures volumineuses en une seule fois avec un régime thermique stabilisé. Il est supposé, que ce changement net de la

microdureté est causé par l'arrêt de la machine. Cependant, la position du pic de la microdureté être corrélée avec le moment de l'arrêt de la machine dans le cas de cette éprouvette car cette information n'a pas été enregistrée à l'époque. Après la zone où la microdureté est relativement homogène (entre 40 et 88 mm), la même croissance de la microdureté se répète également à la fin de l'éprouvette. Ici, on suppose que cette croissance est causée par l'arrêt forcé avant le rechargement des derniers vingt millimètres. Il faut noter, que la microdureté mesurée autour de la fissure ne diffère pas de celle mesurée juste avant et après. Il est donc probable que la zone de fissuration (zone de concentration de contraintes sur l'éprouvette) a été rechargée lors d'une longue phase de rechargement, avec un régime thermique stabilisé.

La distribution de la microdureté dans le cinquième échantillon est pointée sur la Figure 4.17. La partie du début du rechargement n'a pas été découpée et, par conséquent, il n'y a pas de réduction de la microdureté. Dans ce cas, on voit deux pics de la microdureté au milieu de l'échantillon – avant la zone de rupture et après le petit morceau de matériau qui a été pris pour l'analyse de surface fracturée. La quatrième section ne présente pas de croissance de la microdureté, mais, la dispersion des résultats est élevée.

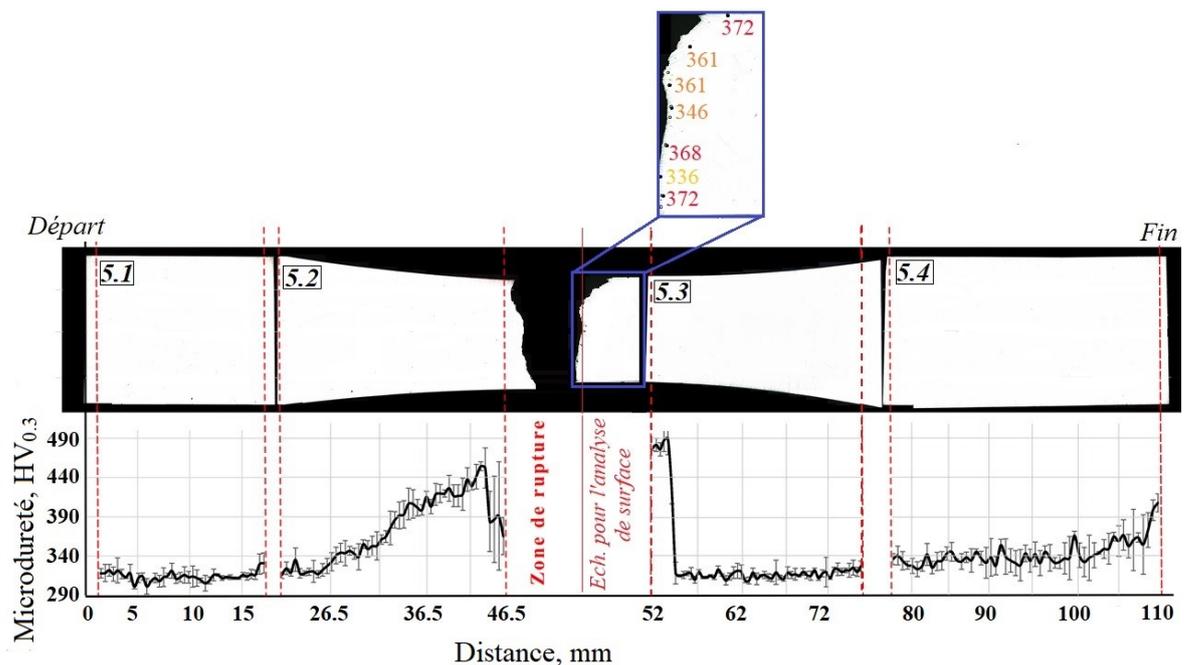


Figure 4.17 – Distribution de la microdureté dans l'échantillon n°5

Afin de comprendre l'impact de la stratégie de rechargement en fonction du nombre d'arrêts de la machine, les éprouvettes (n°6 et n°7) rechargées en 2 et en 7 fois ont été analysées. Ses distributions de la microdureté sont présentées sur les Figures 4.18 (a, b) respectivement. Les

graphiques indiquent clairement que le rechargement redémarré suite à l'arrêt de la machine induit une forte croissance de la microdureté jusqu'à 480-490 HV_{0.3} et sa réduction abrupte après. Dans le cas de rechargement en plusieurs fois, le nombre d'arrêts correspond au nombre de pics. Le premier pic correspond à la microdureté de ~402 HV_{0.3} tandis que les autres correspondent aux valeurs de ~490 HV_{0.3}. Il est donc clair, que la hauteur rechargée définit le pompage de chaleur au début de chaque rechargement. A partir d'une certaine hauteur, l'apport énergétique de rechargement est suffisant pour générer une structure à haute microdureté (structure de trempe). Si les conditions de pompage de chaleur sont plus localisées et restreintes, l'effet de la croissance de dureté est plus intensif. D'un autre côté, il y a l'hypothèse de formation des précipités qui doivent être également vérifiés. Suite à nos essais, la microdureté maximale de 514 HV_{0.3} est atteinte après le rechargement de la dernière partie entre 90 et 110 mm de l'éprouvette. Cette valeur de la microdureté est proche des valeurs de la microdureté de matériau soumis au vieillissement pendant 3 h [JAG2017]. Cependant, le point de rupture a lieu uniquement dans l'intervalle de la basse microdureté.

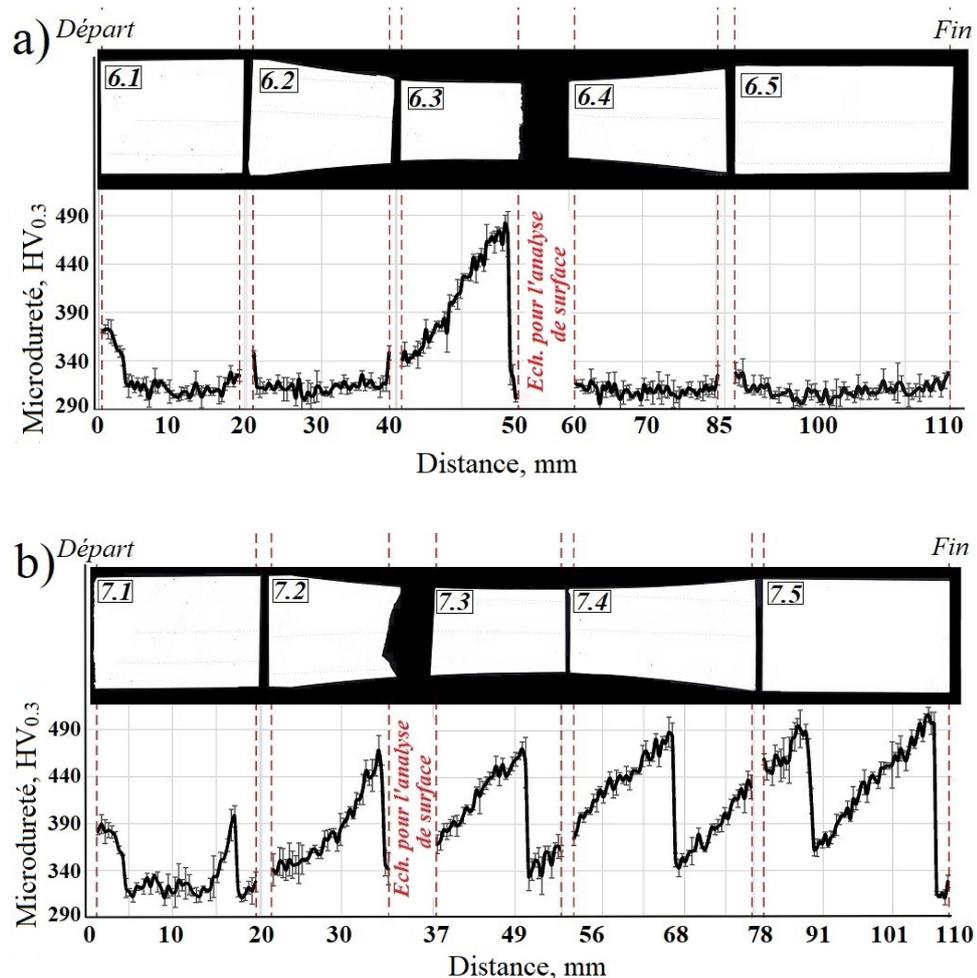


Figure 4.18 – Distribution de la microdureté dans l'échantillon 6 (a) et dans l'échantillon 7 (b)

Le rechargement en plusieurs fois permet d'obtenir une pièce avec une relativement haute limite d'endurance. Cependant, cette limite d'endurance dépend de la microdureté dans la zone de concentration de contraintes où le diamètre d'éprouvette est minimal. Les éprouvettes avec la basse dureté dans cette zone ont la limite d'endurance plus haute. Par ailleurs, il est théoriquement possible d'obtenir une pièce rechargée avec une haute microdureté tout au long de sa longueur. En conséquence, le vieillissement ne sera plus nécessaire. L'échantillon rechargé en deux fois possède le plus fort gradient de microstructure le long de sa longueur. Apparemment, cela induit une faible tenue en fatigue.

4.2.3.3 Analyse de la microstructure

Comme il a été indiqué dans le paragraphe précédent, les pauses entre multiples étapes de rechargement d'une pièce volumineuse, provoquent une hétérogénéité de la microdureté et, donc, de la microstructure. Néanmoins, il est nécessaire de confirmer cette différence et d'observer la présence de précipités qui définissent les propriétés mécaniques de l'acier maraging.

La macrostructure des deux transitions nettes du deuxième échantillon, est présentée sur la Figure 4.19.

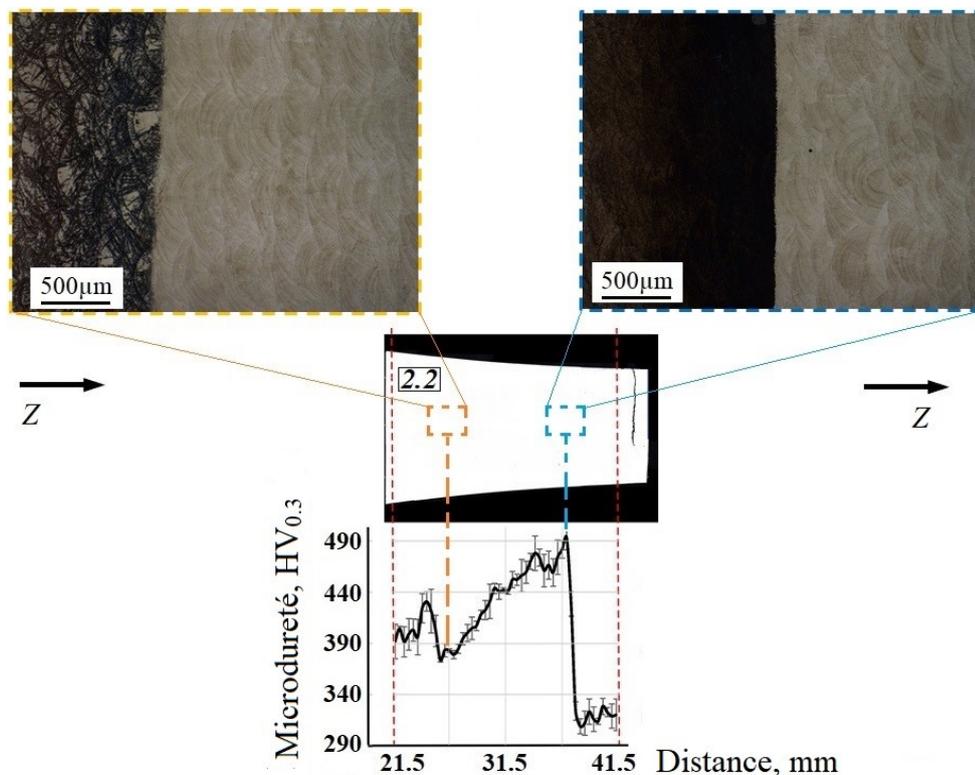


Figure 4.19 – Macrostructure des transitions nettes, éprouvette 2, grossissement x5

La structure claire de solidification qui consiste en plusieurs cordons solidifiés est visible à gauche des images. Cette microstructure était déjà observée dans les échantillons cubiques. Par contre, la structure à haute microdureté qui est à droite, est plus impactée par l'attaque chimique. La première transition de la microdureté de 434 HV_{0.3} à 389 HV_{0.3} correspond à la zone de durcissement sélectif qui commence sur les bords de cordon individuel (Figure 4.20 (a)). Apparemment, les gradients thermiques locaux définissent la direction de durcissement. D'un autre côté, la deuxième zone de durcissement jusqu'à 490 HV_{0.3} correspond à une structure plus homogène (Figure 4.20 (b)). Ces zones durcies consistent en des structures similaires, particulièrement, avec des dendrites colonnaires et cellulaires. Cependant, les bords de solidification ne sont pas visibles, notamment, pour la zone entièrement durcie (Figure 4.20 (b)). Il est à noter, que la zone de durcissement sélectif induit une haute dispersion des résultats de la microdureté. L'apparition de ces zones dépend de l'histoire thermique lors de rechargement. Par exemple, en fonction de l'énergie cumulée dans le matériau, la zone sélectivement durcie correspond au cas intermédiaire entre l'absence du durcissement (zone de solidification typique notée dans la littérature) et le durcissement complet.

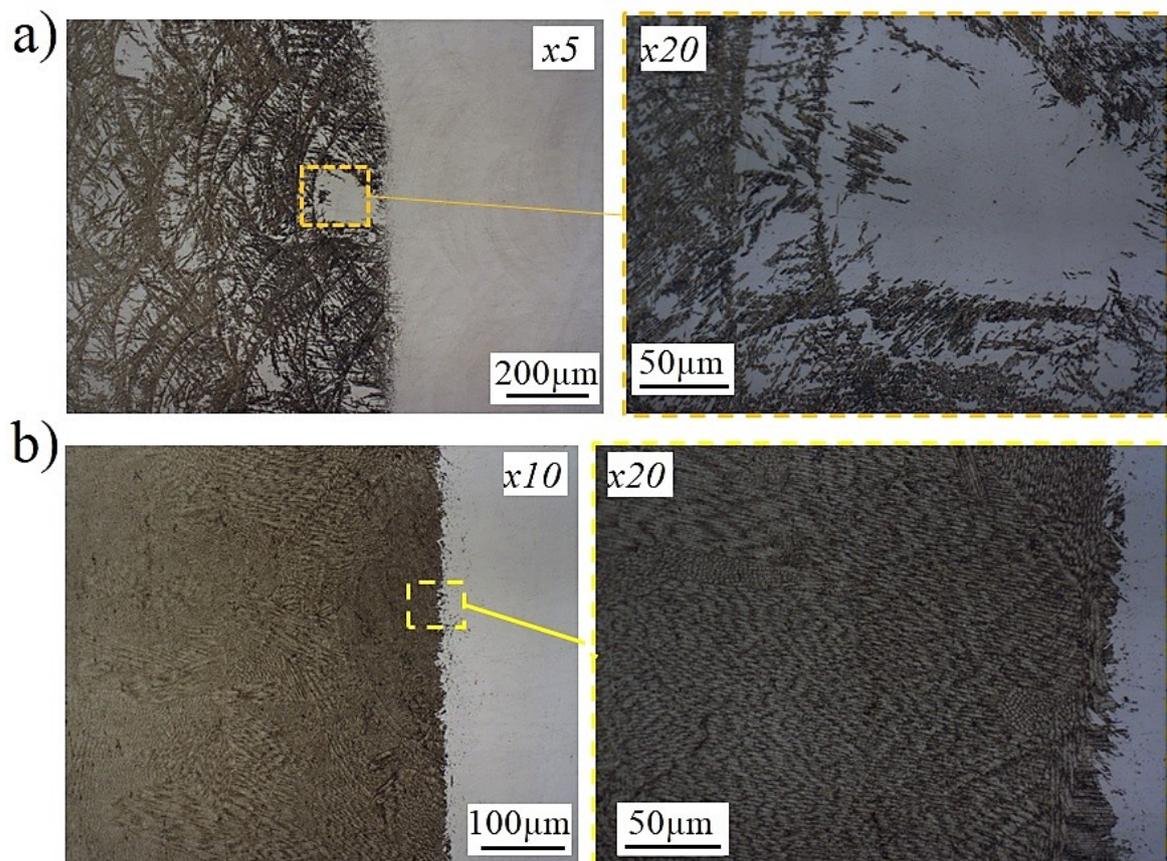


Figure 4.20 – Microstructure dans les transitions nettes, éprouvette 2, grossissement x5, x10 et x20

Les images de la transition issues de l'analyse au MEB sont présentées sur la Figure 4.21. La partie à droite qui consiste en des dendrites cellulaires et colonnaires conformes à la structure « rechargée » notée dans la littérature sans post-traitements thermiques. Cependant, la structure durcie n'est pas similaire à celle issue de vieillissement – les bords de dendrites ne sont pas claires et élargis. En plus, la structure durcie partiellement ne permet pas de distinguer les dendrites individuelles. La formation de la transition nette pendant le rechargement n'était pas encore marquée par d'autres chercheurs. Il est aussi intéressant de vérifier la composition chimique autour de telle transition afin de confirmer la présence de précipités générés lors de rechargement.

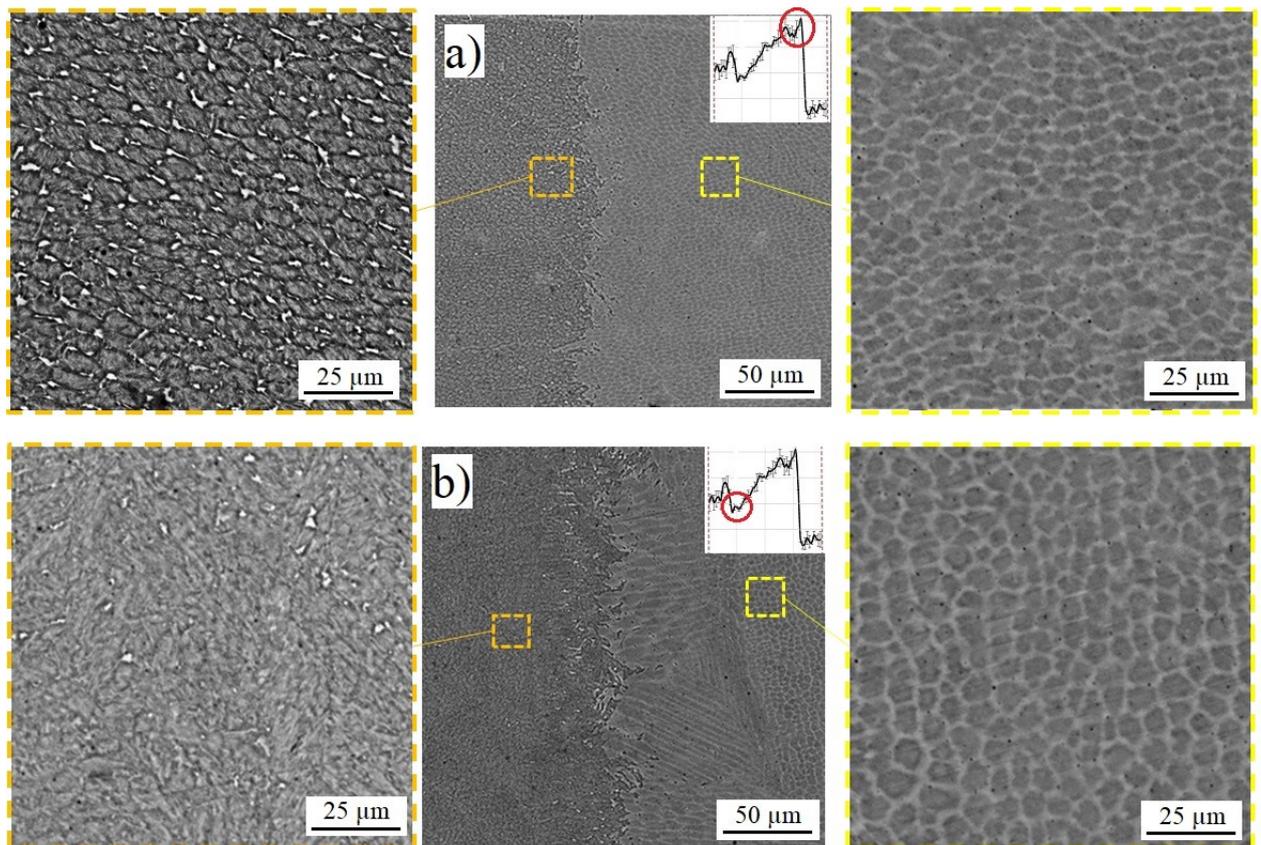


Figure 4.21 – Images au MEB de la deuxième transition (a) et de la première transition (b), grossissement x1000 et x4000

4.3 Modélisation du rechargement

Afin de prédire et d'expliquer les changements microstructuraux décrits dans le paragraphe précédent, la modélisation numérique du rechargement d'une structure volumineuse est nécessaire. D'un point de vue pratique et dans le cadre du présent projet, cette modélisation doit être assez fiable et rapide. Ainsi, la simulation numérique ne nécessite que la partie thermique à calculer.

En plus, la modélisation de l'ajout de matériau est nécessaire. Tandis que la partie thermique est facile à réaliser, la simulation de l'ajout de matériau normalement prend plus du temps et doit être choisie correctement.

La modélisation numérique du rechargement dans le procédé LMD, au même titre que le rechargement en SLM, peut être réalisée soit par des modèles basés sur la mécanique des fluides afin de surveiller le profil de surface solidifiée, soit par des approches simplifiées à réaliser. Parmi ces approches plus simples et rapides, on peut distinguer l'approche des « éléments fictifs » et l'approche des éléments qui peuvent être activés/désactivés lors de rechargement.

L'approche des « éléments fictifs » implique l'attribution d'un faible module de Young aux éléments qui ne correspondent pas à un cordon solidifié. Les éléments fictifs ne peuvent donc pas impacter les autres éléments de maillage qui ont les propriétés du matériau (grand module de Young) après le passage de la source laser. Le procédé de rechargement peut être donc simulé grâce à cette variation du module de Young des éléments.

La deuxième approche permet d'activer progressivement les éléments qui sont initialement désactivés et ne sont pas présentés dans un modèle, selon le passage de la source laser. Cette approche nécessite plus du temps pour le calcul mais elle est fiable et représente plus fidèlement le dépôt de matière.

Généralement, ces deux approches simplifiées ne nécessitent pas le calcul de tous les mécanismes physiques (dynamique fluide du bain fondu, formation de la microstructure, etc.). Par conséquent, ils sont plus faciles à réaliser et le temps de calcul est drastiquement réduit.

Dans ce travail, nous avons choisi la méthode d'activation/désactivation des éléments de maillage. Au préalable, nous avons besoin d'identifier la valeur de l'efficacité du transfert de l'énergie de faisceau laser vers notre matériau maraging (coefficient d'absorption).

4.3.1 Définition du coefficient d'absorption

Le coefficient d'absorption de l'acier maraging peut être estimé par un essai de chauffage court d'un échantillon, en enregistrant l'histoire thermique lors du chauffage/refroidissement. Cette évolution de la température peut être comparée à celle obtenue via une modélisation thermique avec la même configuration expérimentale. Le montage pour la mesure de l'absorption du matériau est présenté sur la Figure 4.22 (a). Pour cet essai, une deuxième machine de rechargement coaxial TRUMPF Lasma 1054 avec la même source de laser est utilisée. Dans le cas

présent, l'échantillon cylindrique bien poli de diamètre 25 mm et d'épaisseur 12 mm en acier maraging est utilisé. Pour l'enregistrement des températures, trois thermocouples de type K de diamètre 0.3 mm ont été brasées sur la surface haute de l'échantillon selon le schéma (Figure 4.22 (b)). La distance entre chaque thermocouple et le centre d'échantillon sur lequel le faisceau laser est pointé, est 3 mm. Ce grand diamètre a été choisi afin de ne pas fusionner le matériau. Le temps d'exposition au laser est de 4 s avec puissance constante de 300 W.

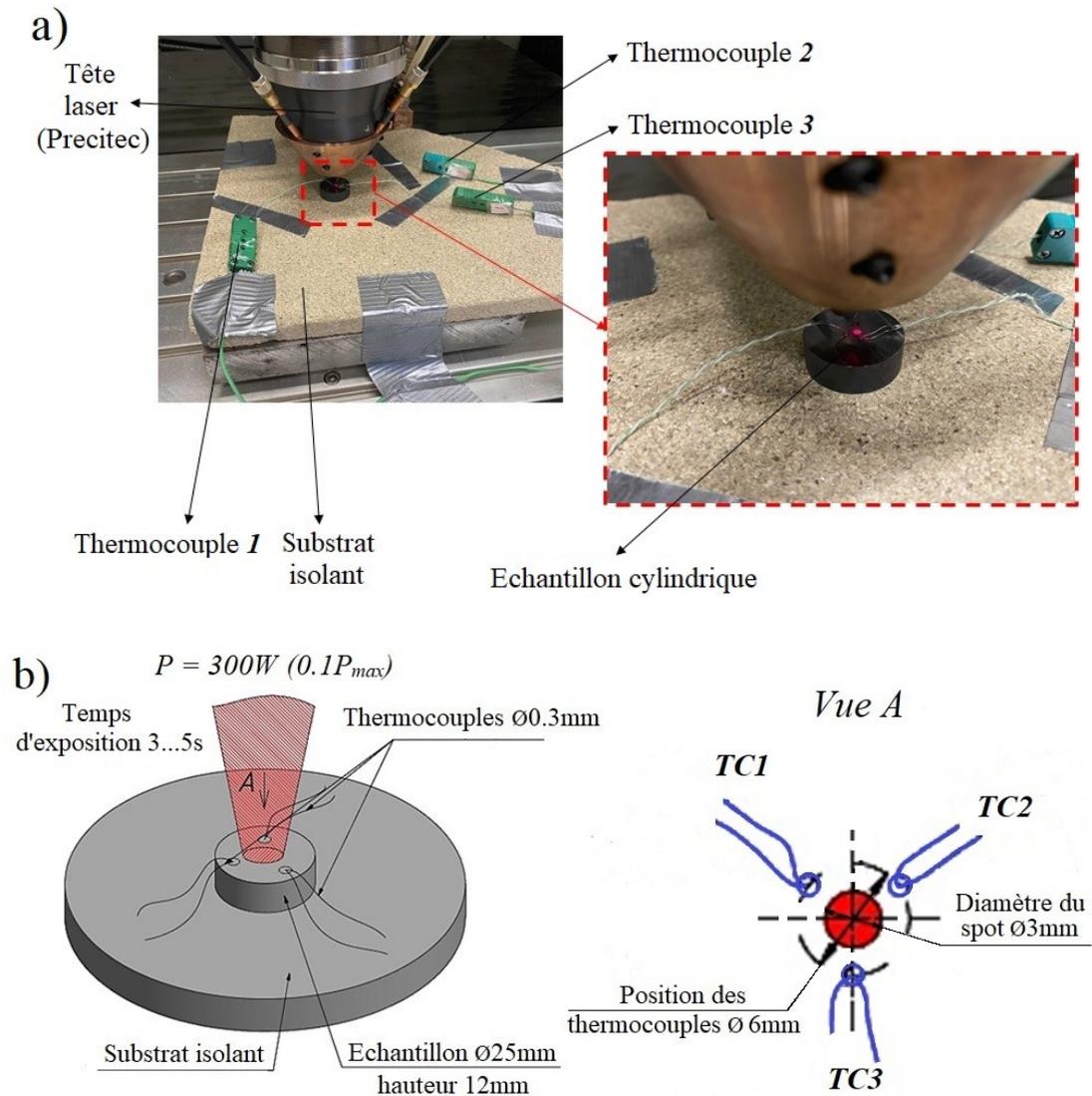


Figure 4.22 – Montage pour les mesures de la température (a) schéma de placement des thermocouples (b)

En même temps, le calcul numérique de l'évolution de la température lors du chauffage laser est réalisé dans ABAQUS implicit de version 6.14-5. Le modèle est constitué d'un substrat isolant massif de diamètre 120 mm et d'épaisseur 25 mm en vermiculite et d'un échantillon cylindrique de diamètre 25 mm et d'épaisseur 12 mm en acier maraging 1.2709 (Figure 4.23). Ces

deux parties sont « soudées » entre elles afin d'éliminer tous les déplacements possibles du petit échantillon (contact dit « tie »). En plus, tous les déplacements du substrat sont également bloqués. Les éléments du maillage sont linéaires de type DC3D8 avec les degrés de liberté thermiques. La taille moyenne d'un élément de l'échantillon est 2 mm et celle du substrat est 5 mm. Le domaine de calcul est soumis à la température ambiante de 25 °C. Les points de mesures de la température ont la même distance du centre d'échantillon de 3 mm. Concernant la source laser, la distribution Gaussienne avec le diamètre du spot de 3 mm est choisie. Cette distribution $Q(r_d)$ peut être simplement exprimée par l'équation 5.1 (Eq. 5.1), avec P la puissance du laser, R_s le rayon du spot laser et r_d la distance radiale par rapport au centre du faisceau laser.

$$Q(r_d) = \left(\frac{2P}{\pi R_s^2} \right) e^{-2r_d^2/R_s^2} \quad (\text{Eq. 5.1})$$

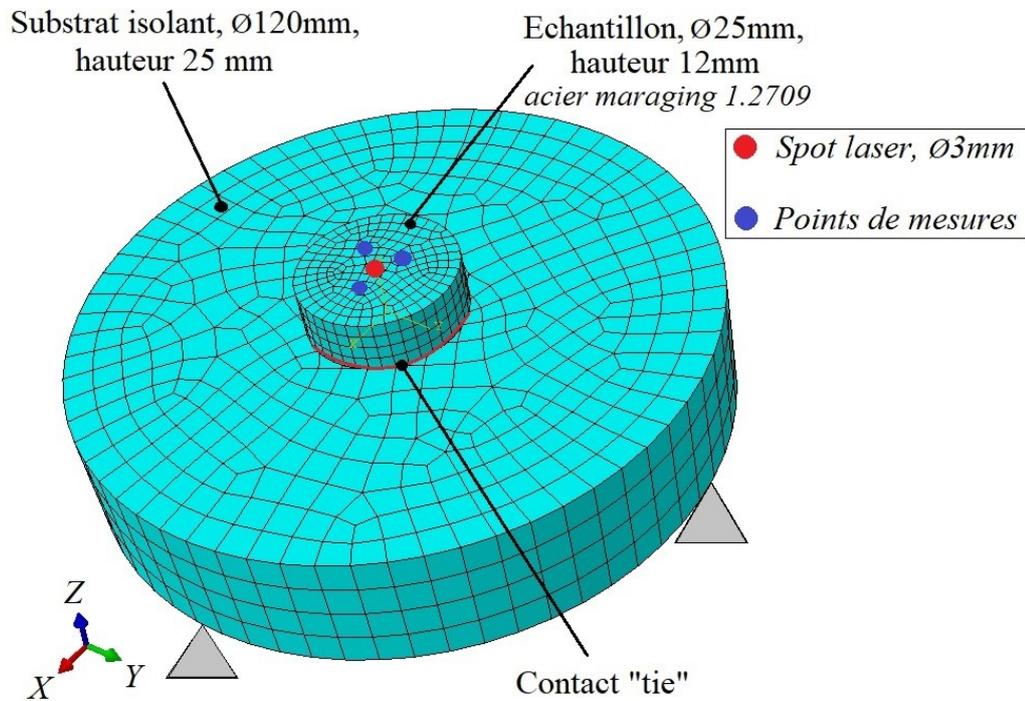


Figure 4.23 – Domaine de calcul numérique

Afin d'obtenir la solution du calcul thermique, il faut résoudre l'équation de chaleur ou l'équation de balance thermique (Eq. 5.2) avec R_x , R_y et R_z les composantes du vecteur de flux thermique. $Q_t(x, y, z, t)$ définit une source de chaleur, notamment, la valeur de la source de chaleur imposée, $T(x, y, z, t)$ la température actuelle, ρ la densité de matériau et C la chaleur spécifique.

$$-\left(\frac{\partial R_x}{\partial x} + \frac{\partial R_y}{\partial y} + \frac{\partial R_z}{\partial z} \right) + Q_t(x, y, z, t) = \rho C \frac{\partial T(x, y, z, t)}{\partial t} \quad (\text{Eq. 5.2})$$

L'équation de la chaleur peut être redéfinie en utilisant la loi de Fourier qui exprime les flux thermiques R_x , R_y et R_z par les équations suivantes (Eq. 5.3 – Eq. 5.5) avec k_x , k_y et k_z la conductivité thermique en direction x , y et z respectivement.

$$R_x = -k_x \frac{\partial T}{\partial x} \quad (\text{Eq. 5.3})$$

$$R_y = -k_y \frac{\partial T}{\partial y} \quad (\text{Eq. 5.4})$$

$$R_z = -k_z \frac{\partial T}{\partial z} \quad (\text{Eq. 5.5})$$

Dans notre cas, on suppose que le matériau est homogène ayant une seule conductivité k dans toutes les directions. L'équation de balance thermique (Eq. 5.2) ne tient pas compte des pertes de chaleur qui sont présentes dans le procédé réel. Ce sont les pertes de chaleur par convection $q_{conv}(T)$ (Eq. 5.6) et par rayonnement $q_r(T)$ (Eq. 5.7) avec h_e le coefficient d'échange thermique, T_o la température ambiante, ξ le coefficient d'émissivité de la surface et h_{sb} la constante de Stefan-Boltzmann.

$$q_{conv}(T) = h_e(T - T_o) \quad (\text{Eq. 5.6})$$

$$q_r(T) = \xi \cdot h_{sb}(T^4 - T_o^4) \quad (\text{Eq. 5.7})$$

Finalement, l'équation de chaleur à résoudre peut être définie ainsi (Eq. 5.8):

$$-k \Delta T + Q_t(x, y, z, t) = \rho C \frac{\partial T}{\partial t} + h_e(T - T_o) + \xi \cdot h_{sb}(T^4 - T_o^4) \quad (\text{Eq. 5.8})$$

Les propriétés thermomécaniques des matériaux en fonction de température ainsi que les valeurs des autres coefficients sont présentées dans le Tableau 4.4. Les valeurs du coefficient de convection h_e ont été prises selon les recommandations de Van Belle (2013) pour la surface extérieure de l'échantillon et du substrat [VAN2013].

Tableau 4.4 – Propriétés thermomécaniques et autres coefficients pour la modélisation du chauffage laser

Paramètres	Température (°C)	Echantillon, acier maraging 1.2709	Substrat isolant
Conductivité thermique, k (W/(m*°C))	25	15.2	0.9
	480	19.2	
	580	21.0	
	1280	28.6	
Chaleur spécifique, C (J/(kg*°C))	25	460	920
	500	550	
	600	590	
Densité, ρ (kg/m ³)	-	8200	1600
Coefficient de convection, h_e (W/m ² *°C)	-	10	100
Emissivité, ζ	-	0.9	0.4
Constante de Stefan-Boltzmann, h_{sb} (J/°C ⁴ *m ² *s)		5.67*10 ⁻⁸	
Température ambiante, T_o (°C)		25	

Les résultats de mesure de la température par les thermocouples et la température obtenue par la modélisation numérique sont comparés en Figure 4.24 (a). La température issue de l'essai de chauffage est une valeur moyenne de la température enregistrée par les trois thermocouples. A partir de ce graphique, il est observable qu'à l'absorption idéale (coefficient d'absorption égale à 1) la température maximale réelle est presque 2 fois plus que celle modélisée. La croissance de la température au début du chauffage est différente pour les deux méthodes. Cela peut être expliqué par les propriétés estimées du matériau qui sont utilisées dans la modélisation. Cependant, le comportement au refroidissement semble similaire. Pour obtenir une valeur du coefficient d'absorption, une démarche itérative a été appliquée. Le critère d'optimisation retenue est la température maximale atteinte. Elle doit être identique pour les deux méthodes de mesures. Par cette démarche itérative, il est possible de voir qu'un coefficient d'absorption de 0.65 semble le plus approprié.

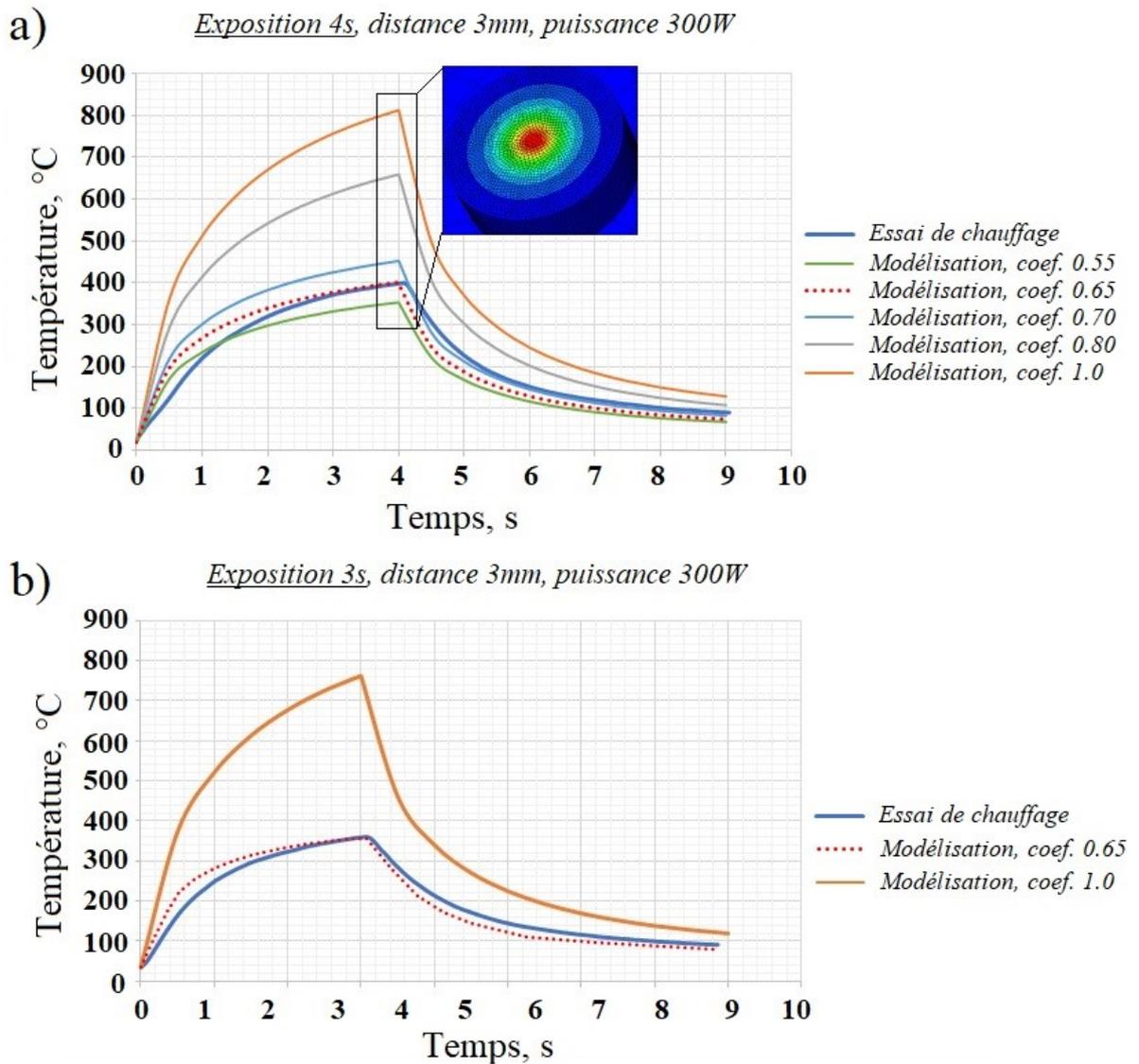


Figure 4.24 – Comparaison des résultats expérimentaux et numériques de la température à l'exposition de 4 s (a) et de 3 s (b)

Afin de vérifier cette valeur, le coefficient trouvé de 0.65 a été appliqué pour la modélisation de chauffage pendant 3 s (Figure 4.24 (b)) qui est proche du chauffage réel. Malgré l'absence de la fusion du matériau et la vitesse de chauffage différente, cette valeur estimée du coefficient d'absorption ainsi que les autres propriétés peuvent être utilisées pour la modélisation du rechargement.

4.3.2 Réalisation de la modélisation du rechargement

Après avoir estimé le coefficient d'absorption de l'acier maraging, la modélisation du procédé de rechargement par la technique d'activation/désactivation des éléments, peut être

réalisée. Lors des essais de rechargement les échantillons étaient construits sur la base d'un substrat en acier XC48 de $100 \times 100 \times 20$ mm³. Les échantillons avaient un profil carré de 10×10 mm² et d'épaisseur variable. Les premières approches de calcul ont indiqué que la durée de simulation du rechargement d'une unique couche est normalement assez longue de 7 à 10 h en fonction des paramètres du rechargement. Pour mémoire, le cube de $10 \times 10 \times 10$ mm³ est constitué de ~50 couches. Ainsi, nous avons choisi de simuler le rechargement continu (dans le régime thermiquement stabilisé) des premières couches et, par exemple, le rechargement de la 90^{ème} couche qui correspond à une hauteur rechargée de 18 mm. Particulièrement, ceci nous permettra d'estimer les champs thermiques générés lors du rechargement en plusieurs fois et suite à l'arrêt de la machine.

Le modèle géométrique est présenté sur la Figure 4.25. Pour ce calcul les mêmes éléments de type DC3D8 ont été utilisés car nous ne prenons pas en compte les phénomènes mécaniques. La taille moyenne des éléments de la partie à recharger est 0.5 mm et celle des éléments du substrat massif est 1 mm. La première couche à recharger est également attachée (contact « tie ») au substrat massif comme dans le calcul précédent. Tous les déplacements possibles du substrat sont bloqués.

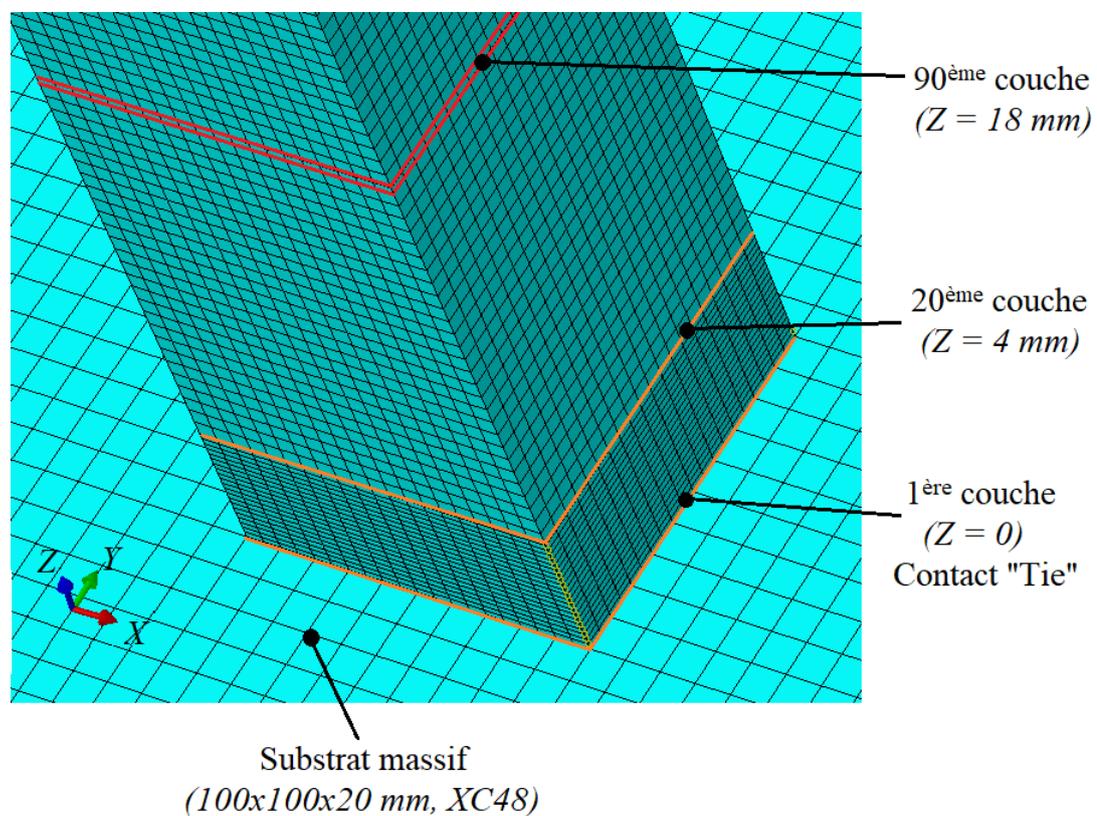


Figure 4.25 – Description de la géométrie du modèle de rechargement

Les paramètres thermomécaniques et les autres coefficients utilisés dans le calcul sont présentés dans le Tableau 4.5. Pour la simplicité du calcul, nous avons choisi la stratégie de rechargement « aller-simple » avec un taux de recouvrement de 50 % qui est cohérent avec la taille des éléments du maillage (Figure 4.26 (a)). Par exemple, deux éléments parallélépipédiques du maillage correspondent à une largeur de 1 mm qui est proche d'une valeur mesurée. Les autres paramètres du rechargement sont issus du travail d'optimisation : puissance 310W, vitesse 9.3 mm/s et diamètre du spot 1 mm. Il est à noter, que l'apport massique n'est pas présenté dans les paramètres prédéfinis, par exemple, le débit de poudre. Par contre, on utilise l'épaisseur d'une couche de 0.2 mm qui correspond à la densité optimale de poudre de 12 g/dm². La source laser utilise une distribution Gaussienne (Eq. 5.1) et la position du spot laser pendant le rechargement a lieu au-dessus de la couche précédente ou sur le substrat (pour la première couche).

Dans la simulation du rechargement, le faisceau laser est focalisé sur la surface d'une couche déjà activée (Figure 4.26 (b)). La modélisation thermique ne tient pas compte du temps nécessaire à la tête laser pour se déplacer entre chaque couche (montée et retour à la position de démarrage). Cette étape nécessite en réalité une seconde environ pendant lesquels la pièce refroidie. Le modèle considère que le rechargement recommence instantanément.

Tableau 4.5 – Propriétés thermomécaniques et autres coefficients pour la modélisation du rechargement

Paramètre	Température (°C)	Cube, acier maraging 1.2709	Substrat, XC48
Conductivité thermique, k (W/(m*°C))	25	15.2	50.0
	480	19.2	32.2
	580	21.0	30.0
	1280	28.6	-
Chaleur spécifique, C (J/(kg*°C))	25	460	486
	500	550	580
	600	590	621
Densité, ρ (kg/m ³)	-	8200	8000
Coefficient de convection, h_e (W/m ² *°C)	-	10	100
Emissivité, ζ	-	0.9	0.4
Constante de Stefan-Boltzmann, h_{sb} (J/°C ⁴ *m ² *s)		5.67*10 ⁻⁸	
Température ambiante, T_o (°C)		25	

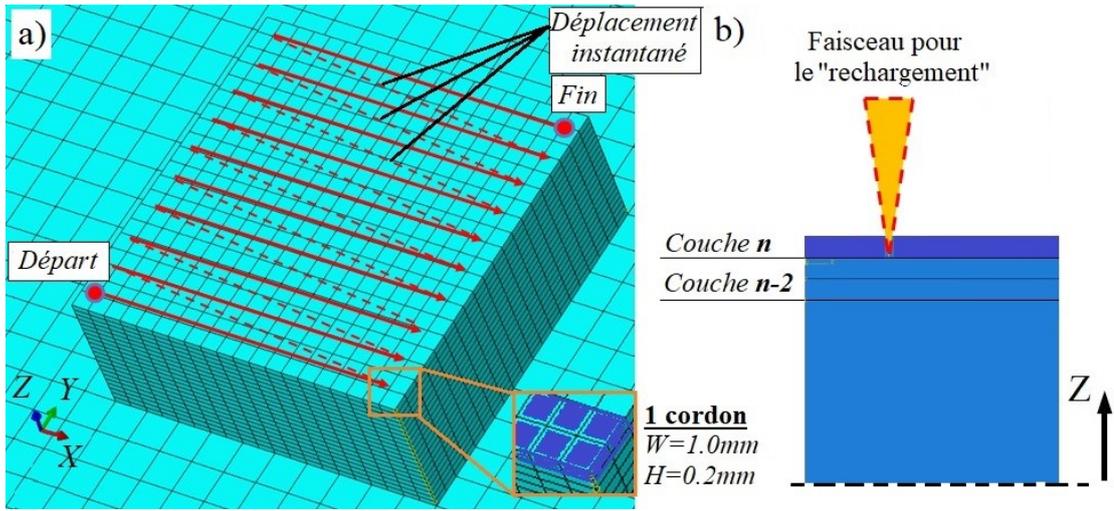


Figure 4.26 – Stratégie de rechargement pour la modélisation (a), position du point focal du faisceau laser (b)

La distribution de température au point de départ ($Z = 0$) suite au rechargement de 10 couches ($H = 2.0 \text{ mm}$) est présentée sur la Figure 4.27. La point de fusion de l'acier maraging qui égale à $\sim 1400 \text{ }^\circ\text{C}$ est également marqué sur le graphique. Pour comparaison, la distribution des températures après le rechargement de la 90^{ème} couche ($H = 18 \text{ mm}$) à partir des points de mesures différents, est également pointée sur la Figure 4.28. Du fait de la symétrie de la distribution de température autour d'un point central, la modélisation du rechargement n'a été réalisée que pour la moitié d'une couche.

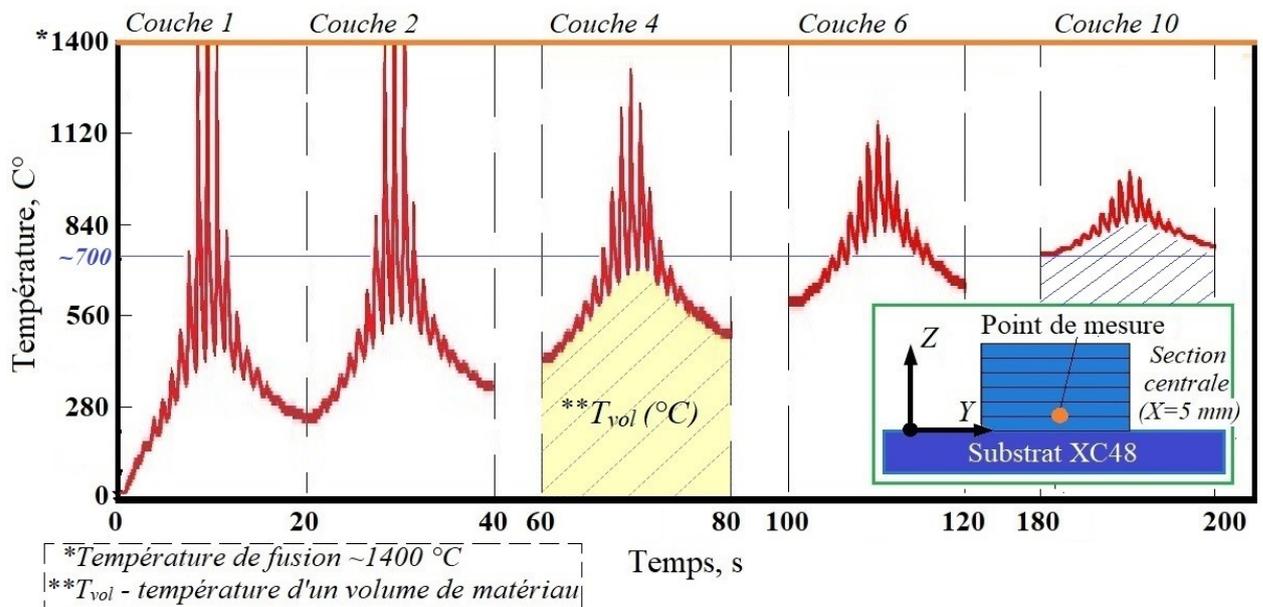


Figure 4.27 – Evolution de la température lors du rechargement de 10 premières couches

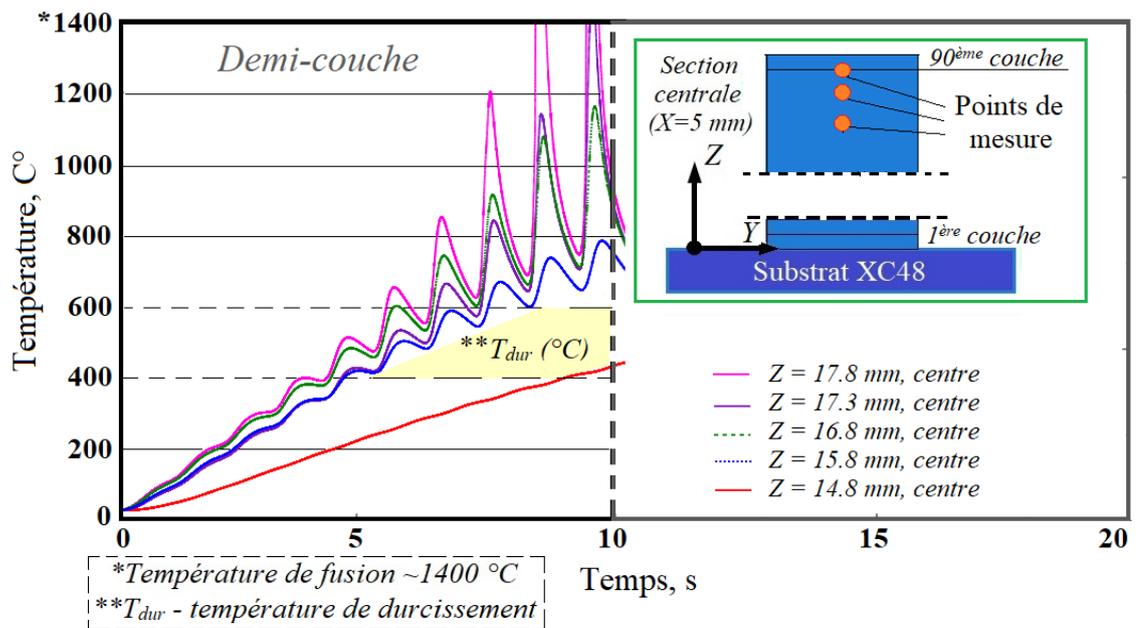


Figure 4.28 – Evolution de la température suite au rechargement de la 90^{ème} couche

Les résultats de modélisation permettent d'estimer la température d'une partie volumineuse déjà rechargée. Dans le cas du rechargement des 10 premières couches, la température T_{vol} d'un volume rechargé s'augmente à ~ 700 °C (Figure 5.6). Presque la même température peut être atteinte après le rechargement de la 90^{ème} couche après le refroidissement complet (par exemple, suite à l'arrêt de la machine). Cette température se maintient jusqu'à 2.2 mm sous la dernière couche rechargée. Au niveau de 5.2 mm ($Z = 14.8$ mm), cette température est ~ 400 °C (Figure 4.28). Il est donc clair que, lors de rechargement suivant, il y aura un gradient thermique qui peut causer une différence dans la microstructure. Par exemple, dans la partie proche de la surface haute, la formation de précipités est possible selon le diagramme de phases (Figure 4.29). La partie chauffée jusqu'à la température inférieure de 400 °C ne peut pas être soumise au durcissement. La plage des températures T_{dur} est marquée sur la Figure 4.28. Dans cette plage la formation de précipités est possible. Il faut également noter que, la structure à recharger de type « cylindre » induit l'évacuation limitée de la chaleur. Ceci est important s'agissant des gradients thermiques et, par conséquent, de la microstructure hétérogène. Cependant, en alternative à l'explication du durcissement par précipitation, il reste l'hypothèse de la formation de davantage de martensite dans les zones à refroidissement rapide.

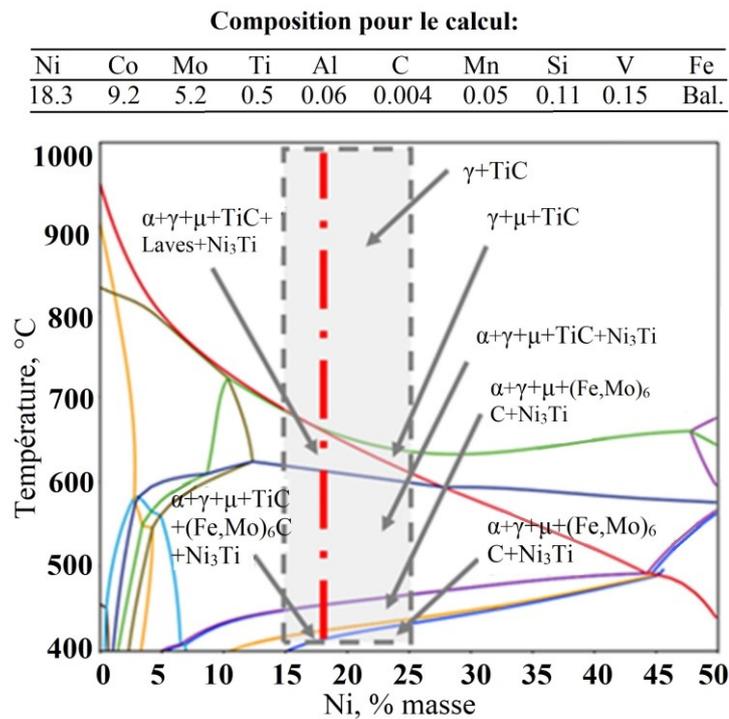


Figure 4.29 – Diagramme de phases de l'acier maraging 1.2709

4.4 Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons analysé la tenue en fatigue des pièces volumineuses rechargées par LMD. La vérification des paramètres optimaux a été réalisée en amont sur le rechargement en une seule fois de structures volumineuses. Les critères de validation sont la densité de matériau et, pour certains cas, la distribution de la microdureté. Puis, le rechargement des échantillons cylindriques de 130 mm de hauteur pour l'usinage des éprouvettes de fatigue a été effectué. Ensuite, la tenue en fatigue, notamment, la limite d'endurance a été estimée par la méthode Locati. Enfin, les propriétés du matériau, qui peuvent influencer la tenue de fatigue, ont été analysées. Parmi ces propriétés, nous avons étudié le comportement de rupture en analysant les faciès de rupture au MEB, la distribution de la microdureté le long de l'axe de rechargement et, finalement, la microstructure.

Suite aux essais réalisés, les conclusions suivantes peuvent être remarquées :

- Les échantillons volumineux rechargés en une seule fois ont une haute densité et la microdureté homogène. Cette distribution est similaire quelles que soient la forme cubique ou cylindrique. La seule zone de la réduction de la microdureté de 360-390

HV_{0.3} à ~320 HV_{0.3} correspond au début de rechargement pendant les premiers millimètres;

- La tenue en fatigue a été analysée suite à la flexion rotative des éprouvettes et la limite d'endurance a été estimée par la méthode Locati. La limite d'endurance des pièces rechargées en utilisant le premier lot de poudre est drastiquement plus élevée que celle des pièces de deuxième lot. En plus, cette limite peut dépasser la limite d'endurance de pièces forgées. Malgré la petite dispersion en composition de la poudre, l'origine d'une telle différence est encore inconnue ;
- La limite d'endurance des échantillons rechargés avec le deuxième lot de poudre, est proche des valeurs de la littérature. En plus, dans le cadre du présent travail, nous avons découvert une forte dépendance de la microstructure/microdureté avec la stratégie de rechargement. Plus particulièrement, cela concerne le nombre de pauses pendant le rechargement d'une pièce. Généralement, une haute tenue en fatigue est obtenue avec une faible dureté et grande ductilité qui bloque la progression des fissures. Si la dureté est grande, l'éprouvette est fragile est casse comme du verre;
- Il a été observé que l'arrêt de la machine provoque la croissance de la microdureté dans la partie précédemment rechargée jusqu'à 440 HV_{0.3} au début et jusqu'à 513 HV_{0.3} après de 90 mm de rechargement. Autrement dit, le nombre de pics de la microdureté correspond au nombre de pauses avec la microdureté maximale au début de rechargement de la dernière partie d'échantillon. La microdureté augmentée correspond bien aux valeurs de la littérature pour le matériau après un vieillissement ;
- La modélisation numérique développée permet de conclure, que la formation des zones durcies peut être effectivement reliée avec les gradients thermiques. Pendant un rechargement suite à l'arrêt long, il y a une zone soumise à la température de formation de précipités entre 400 et 600 °C (voir la Figure 2.4) et les zones plus froides ou plus chaudes dont la formation de précipités n'est pas possible. Cela peut causer une hétérogénéité dans la microstructure. Cependant, il est nécessaire de vérifier la présence de précipités par les moyens DRX. Il reste aussi l'hypothèse de la formation de davantage de martensite dans les zones à refroidissement rapide

Chapitre 5. Etude du détentionnement par laser

Sommaire

5.1 Estimation des paramètres de relaxation	163
5.1.1 Essais mécaniques	164
5.1.1.1 Essais de compression.....	164
5.1.1.2 Essais de fluage	167
5.1.2 Modélisation de fluage.....	171
5.1.3 Modélisation du détentionnement laser	175
5.2 Essais de rechargement / détentionnement.....	182
5.2.1 Plan expérimental de rechargement	182
5.2.2 Analyse des échantillons rechargés.....	184
5.2.2.1 Estimation des contraintes résiduelles.....	184
5.2.2.2 Analyse de la microdureté / microstructure	187
5.3 Modélisation du détentionnement sans refusion	193
5.4 Conclusions.....	194

Ce chapitre du manuscrit est dédié à l'étude de détentionnement par une source de chaleur (laser) visant à réduire les contraintes résiduelles, et ainsi contribuer à la maîtrise de la tenue en fatigue des composants. L'objectif est d'utiliser la source laser (la même que celle utilisée pour le frittage) pour réaliser ce traitement thermique au fur et à mesure de la construction de la pièce afin d'aboutir à une pièce ne nécessitant de pas traitements thermiques supplémentaires en sortie de machine. La mise au point de ce traitement de relaxation a été réalisée en suivant les étapes suivantes :

La première étape consiste en une réalisation des essais de fluage basés sur les champs thermiques typiques pour le rechargement LMD qui ont été estimés dans le chapitre précédent.

Les essais mécaniques ont pour objectif d'identifier un modèle de fluage, phénomène à l'origine de la relaxation des contraintes. Le dépouillement de ces essais a été possible via une simulation numérique des essais.

La troisième étape inclut la simulation numérique du détentionnement laser afin d'évaluer les paramètres de ce procédé. Particulièrement, cette modélisation a été effectuée en tenant compte

des capacités de la machine AMH-350. Cela implique la mise en œuvre d'un faisceau laser de petit diamètre qui ne peut pas être bien défocalisé.

La troisième partie est consacrée aux essais de rechargement et de détentionnement laser. Les échantillons fabriqués ont été analysés en termes de contraintes résiduelles, de microdureté et de microstructure.

Dans la dernière partie, la modélisation du détentionnement en utilisant une configuration avec le faisceau défocalisable et, donc, avec un plus grand diamètre, est réalisée.

5.1 Estimation de paramètres de relaxation

Dans le chapitre précédent, nous avons montré, lors du rechargement de cubes, que les contraintes résiduelles générées en surface étaient de type compression au centre de la face supérieure avec des niveaux de contraintes de l'ordre de -300 MPa dans le cas des conditions optimisées, mais pouvaient atteindre -600 MPa dans certaines conditions (Figure 3.25 (a-d)). En sachant que les contraintes en compression sont équilibrées par celles en traction, la valeur de « départ » égale aux -300 MPa peut être utilisée pour l'étude de la relaxation. En plus, il faut tout d'abord préciser un niveau voulu de réduction des contraintes. Dans ce travail, nous espérons une réduction de 50%.

L'étude de la relaxation des contraintes dans un matériau soumis soit au procédé de rechargement ou soudage, soit au post-traitement thermique, peut être réalisée par l'introduction de l'effet de fluage [AKB2011]. Le fluage de métaux consiste en un mécanisme de déformation irréversible du matériau soumis à une contrainte constante et à une température élevée. La relaxation des contraintes résiduelles du fait de l'effet du fluage est un sujet déjà bien étudié pour les procédés conventionnels de fabrication de certains matériaux [WAN2018]. En plus, l'étude du fluage a été déjà réalisée pour le procédé de soudage classique (soudage à l'arc) [AKB2011]. Cependant, concernant la fabrication additive, l'étude de la relaxation de contraintes est un sujet relativement jeune et peu approfondi. Parmi les travaux récents, on peut noter, par exemple, l'article de Wang (2018) qui ont effectué l'étude de la relaxation des contraintes dans une pièce rechargée en Inconel 625 [WAN2018] et le travail de Spigarelli (2021) qui ont étudié le comportement au fluage de l'alliage Ti-6Al-4V issu de SLM [SPI2022]. Il faut noter l'article de Koenis (2021) qui traitent d'une analyse prédictive de la tenue en fatigue en fonction de l'évolution des contraintes résiduelles lors de la fabrication de pièces rechargées en Ti-6Al-4V. L'effet du fluage a été également incorporé dans cette étude afin de prédire la relaxation de contraintes résiduelles et la tenue en fatigue correspondante [KOE2021].

Parmi les approches possibles de détentionnement, nous nous concentrerons plutôt sur le traitement local par une source laser. Cette méthode permet de réduire les gradients thermiques, de redistribuer les contraintes résiduelles et d'améliorer la densité. En plus, il est théoriquement possible d'éviter les post-traitements thermiques qui nécessitent beaucoup plus du temps. D'après Roehling (2019) [ROE2019], la relaxation des contraintes résiduelles par une source laser nécessite d'utiliser un spot laser de grande dimension afin de chauffer le matériau sur une grande surface, et ainsi éviter les gradients thermiques locaux. Il n'était pas possible de disposer d'un

faisceau laser très large sur notre équipement expérimental. Nous n'avions que la possibilité de défocaliser un peu le faisceau. Pour autant, nous avons essayé d'induire une réduction de contraintes grâce au mécanisme de fluage du matériau. De plus, les effets du traitement sur la microstructure et la densité de pièces ont également été suivis.

Ce travail a été organisé comme suit :

- Afin de prédire l'état du matériau à l'issue du rechargement et avant le détentionnement, la simulation thermique de l'étape de rechargement doit être réalisée. Cette modélisation permet de définir la température à laquelle les futurs essais de compression/relaxation devront être réalisés. Le modèle numérique a été présenté dans le Chapitre 4, paragraphe 4.3;
- Des essais de fluage, impliquant une étape de compression, suivi d'une étape de relaxation, ont été réalisés sur de l'acier maraging. Un niveau de contraintes moyenne de -300 MPa a été sélectionné en cohérence les niveaux évalués dans le chapitre précédent;
- Les essais de compression/relaxation ont été simulés afin d'identifier les paramètres du modèle de fluage;
- Une simulation de l'évolution de la température dans une pièce lors du traitement de relaxation par une source laser a été développée afin de prédire l'évolution des contraintes résiduelles ;
- Enfin, nous comparerons les résultats prédits par la modélisation avec ceux des essais expérimentaux.

5.1.1 Essais mécaniques

5.1.1.1 Essais de compression

Afin d'avancer vers une étude du fluage de l'acier maraging, il faut tout d'abord évaluer une relation entre la contrainte et la déformation du matériau. Nous avons choisi d'évaluer le comportement du matériau en compression mécanique car il devra être soumis aux contraintes en compression lors d'un essai de fluage. Ces contraintes en compression doivent être proches de

celles mesurées dans les pièces rechargées. En plus, le comportement du matériau doit être évalué à chaud, notamment, aux températures typiques pour le procédé de rechargement.

Pour réaliser ces essais de compression, nous avons choisi d'utiliser la machine Gleeble. Cet appareil permet de mettre en compression un échantillon, de suivre sa déformation et de le chauffer par effet Joule. La machine Gleeble permet notamment de chauffer rapidement un échantillon à une vitesse jusqu'à 1000 °C/s et, puis, de le refroidir par conduction de la chaleur dans les mors à 5 °C/s.

Le montage pour l'essai de fluage est présenté sur la Figure 5.1. L'éprouvette est un cylindre de diamètre 12 mm et de longueur 10 mm. Cette éprouvette est fixée entre les mors en cuivre et chauffée par induction à la vitesse et à la température prédéfinies. Pour l'acier maraging 1.2709 nous avons choisi les températures de 700, 750 et 800 °C qui sont proches à la température d'austénitisation. En plus, ces températures sont typiques pour le procédé de rechargement suite aux résultats de modélisation décrits dans le chapitre précédent. Une couche de carbone a été appliquée sur les côtés de l'échantillon pour éviter les pertes de chaleur dans les mors et pour limiter le frottement avec les mors ce qui pourrait rajouter des contraintes mécaniques locales non souhaitées. Pour éviter la diffusion du carbone, une feuille de tantale a été également collée sur les deux côtés de l'échantillon. Afin de pouvoir contrôler la température, des thermocouples ont été brasés sur la surface externe de l'échantillon (Figure 5.1).

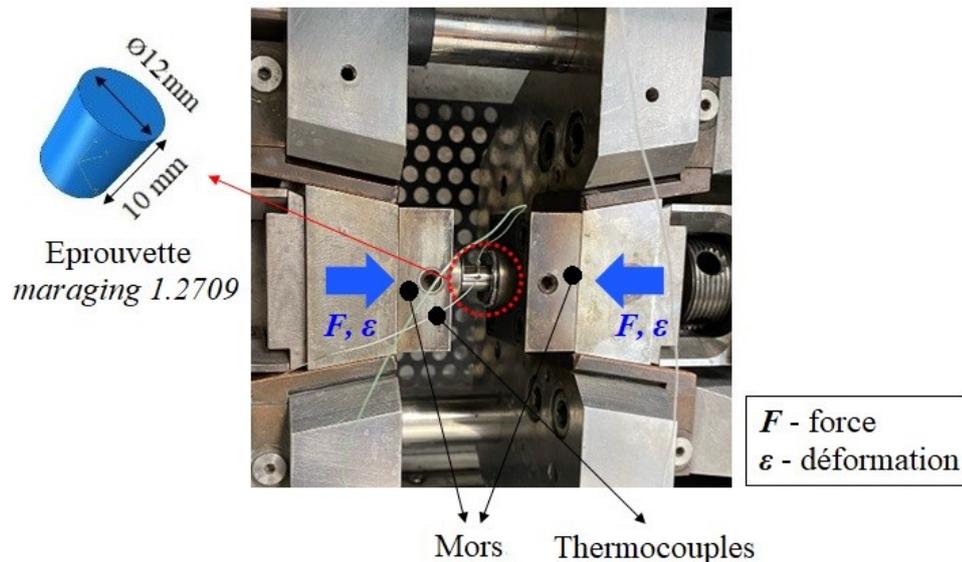


Figure 5.1 – Montage des essais de compression à chaud

Le schéma du déroulement de l'essai de compression est présenté sur la Figure 5.2. Pour ces essais, nous avons choisi la déformation totale de 0.5 et la vitesse de déformation de 0.01 s⁻¹

selon les recommandations de Van Belle (2013) pour l'acier maraging [VAN2013]. Tout d'abord, l'échantillon est chauffé jusqu'à la température prédéfinie à la vitesse de 10 °C/s. Puis, le système se stabilise pendant 1 s et l'échantillon se comprime jusqu'à 50 % de sa longueur initiale à la température stable. A la fin d'un essai, l'échantillon déformé se refroidit à l'air.

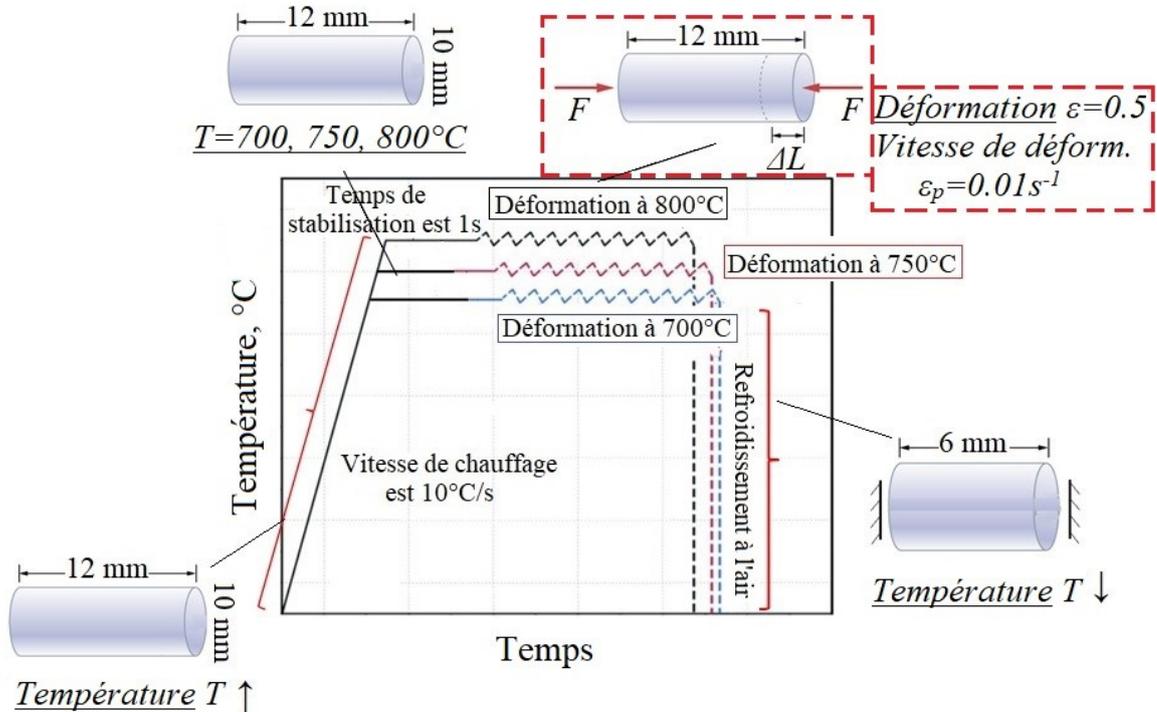


Figure 5.2 – Schéma des essais de compression à chaud

Les résultats de compression à chaud pour trois températures choisies sont présentés sur la Figure 5.3. La partie de déformation de la feuille en carbone est supprimée. Il est à noter que les résultats obtenus sont conformes à ceux publiés par Lee (2020), notamment, pour la température de 800°C [LEE2020]. Les valeurs mesurées du module de Young (E) sont faibles du fait de la rigidité de montage. Afin d'estimer la valeur réelle du module de Young, il faut connaître la raideur de la machine Gleeble pour la température considérée. Selon les valeurs de raideur estimées par Hor (2011), le module de Young peut être calculé par l'équation 5.1 avec E_a le module d'élasticité apparent et k_m la raideur de la machine [HOR2011].

$$\frac{1}{E_a} = \frac{1}{E} + \frac{1}{k_m} \quad (\text{Eq. 5.1})$$

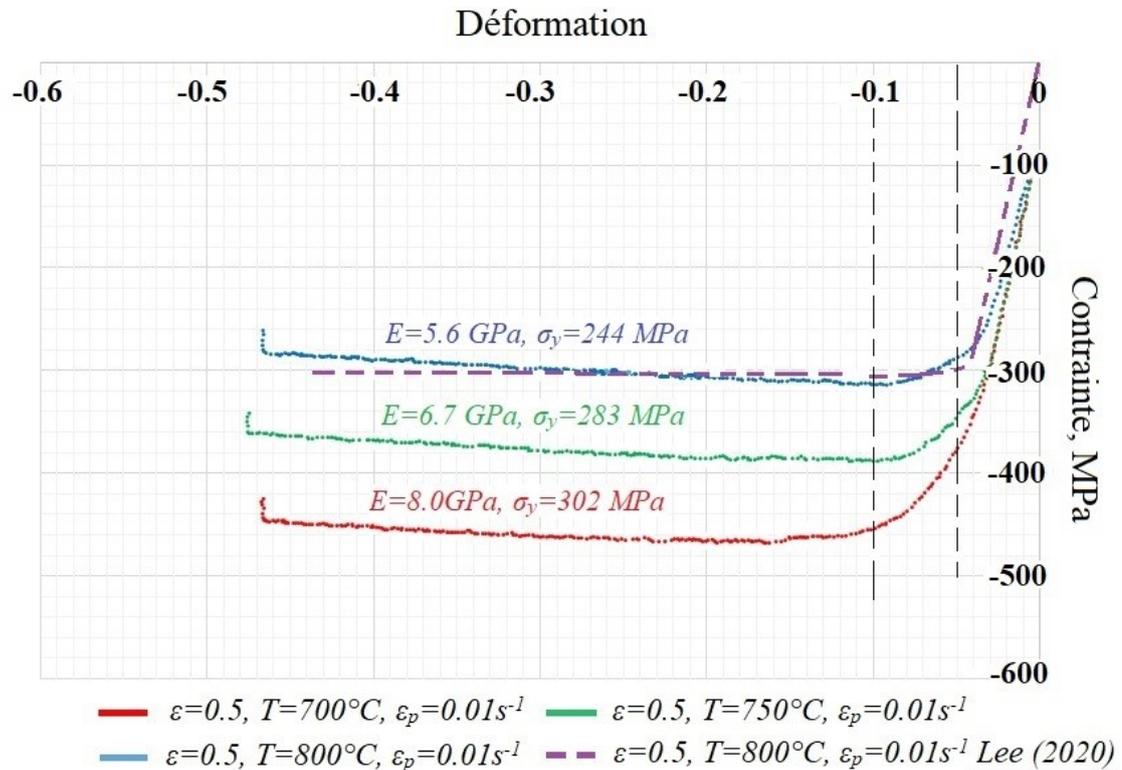


Figure 5.3 – Résultats de compression à chaud à la température différente

5.1.1.2 Essais de fluage

Nous avons réalisé des essais de fluage consistant à précontraindre l'échantillon en compression à un niveau voisin de l'état de contraintes résiduelles mesuré au chapitre 3. A ce stade le déplacement de l'échantillon est bloqué. Ensuite nous appliquons un chauffage de l'échantillon. Lors des essais, la contrainte appliquée par les mors sur l'échantillon chute par le phénomène de fluage. La vitesse de baisse de la contrainte dépend du niveau de température de l'échantillon. L'optimisation de la température idéale de fluage, qu'il s'agira de reproduire dans la machine, va dépendre du niveau de contraintes résiduelles visées à l'issue du traitement de relaxation (valeur qui ne pourra jamais valoir zéro) et du temps que l'utilisateur veut consacrer à cette opération de relaxation séquentielle (coût économique de la relaxation via à vis du coût d'un traitement complet de la pièce a posteriori).

Pour les essais de relaxation, nous avons choisi deux déformations de 10% et de 5% (Figure 5.3) et la vitesse de déformation de 0.01 s^{-1} . Idéalement, il faut prévoir la relaxation de contraintes à partir de l'état élastiquement compressé. Cependant, la déformation de 10% pour toutes les températures induit une partie de déformation plastique. Particulièrement, la déformation de 5% correspond à $\sim -300 \text{ MPa}$ à la température de 800°C .

Les essais de relaxation de contraintes à déplacement contrôlé, sont réalisés à la température de 700 °C et de 800 °C selon le schéma illustré ci-dessous (Figure 5.4). Le temps de stabilisation est 1 s et la relaxation de contraintes est effectuée pendant 10...20 min suite à la déformation jusqu'à 0.1 et 0.05 (10 et 5% respectivement). Avant la relaxation, un tarage pendant 1 s a été effectué afin de mettre un « zéro » pour le déplacement. Dans les essais de relaxation, les mors sont bloqués à la distance prédéfinie qui correspond à la déformation de 5 ou 10%.

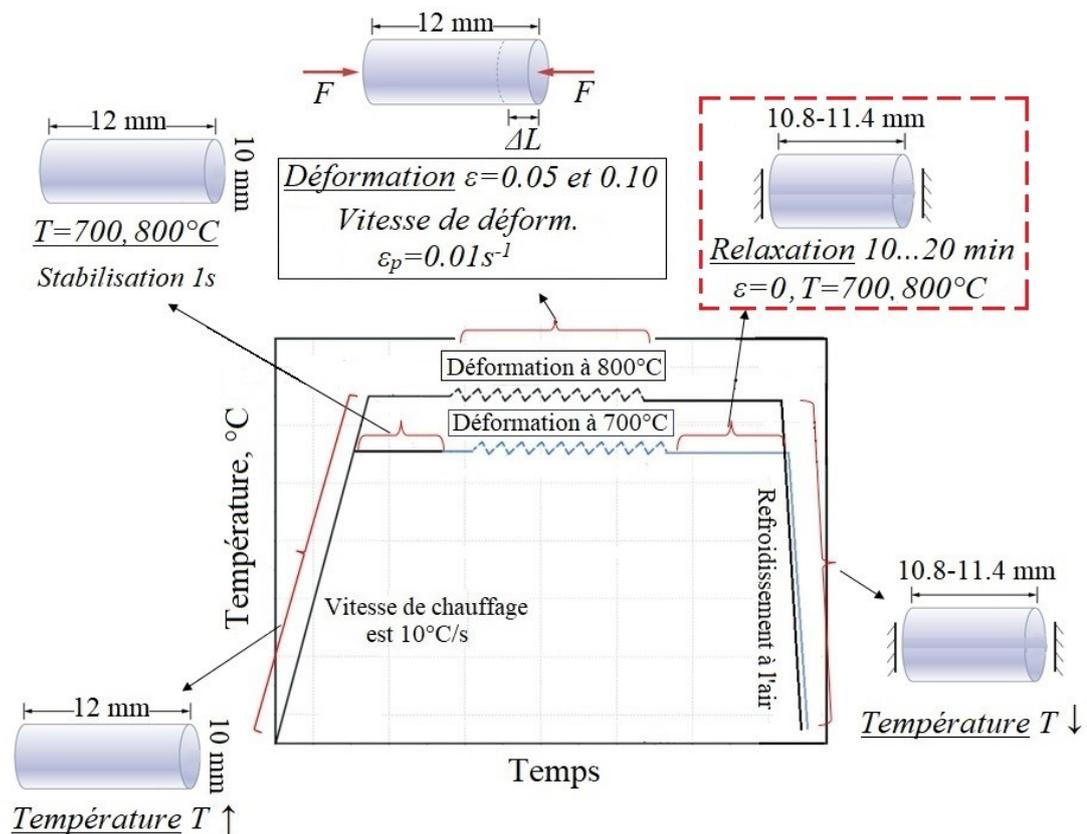


Figure 5.4 – Schéma des essais de relaxation

Nous avons répété plusieurs fois les essais de fluage. Une grande instabilité a été observée. La Figure 5.5 présente les résultats de contraintes enregistrées en fonction du temps autour de la zone de tarage. Les contraintes (et, donc, les déformations) ont enregistré des ondulations et le comportement instable a lieu uniquement dans cette zone de tarage. Pour la référence, une courbe théorique est également présentée sur la Figure 5.5. En théorie, la zone de tarage ne doit pas inclure les chutes de contraintes. Cependant, nos essais ont montré la haute instabilité des résultats. Par exemple, le deuxième essai de fluage à 800 °C présente une contrainte maximale de ~ 350 MPa juste après la déformation (début du tarage) et la contrainte de ~ 75 MPa au début de la relaxation. Cela peut être expliqué par le régime thermique choisi et les changements microstructuraux qui ont lieu dans cette plage de température. Notamment, l'acier maraging soumis à la température de

~800 °C peut induire transformation en austénite qui débute à 623 °C et se continue jusqu'à 801 °C [REI2015]. D'un autre côté, le premier essai ne présente pas tels résultats instables.

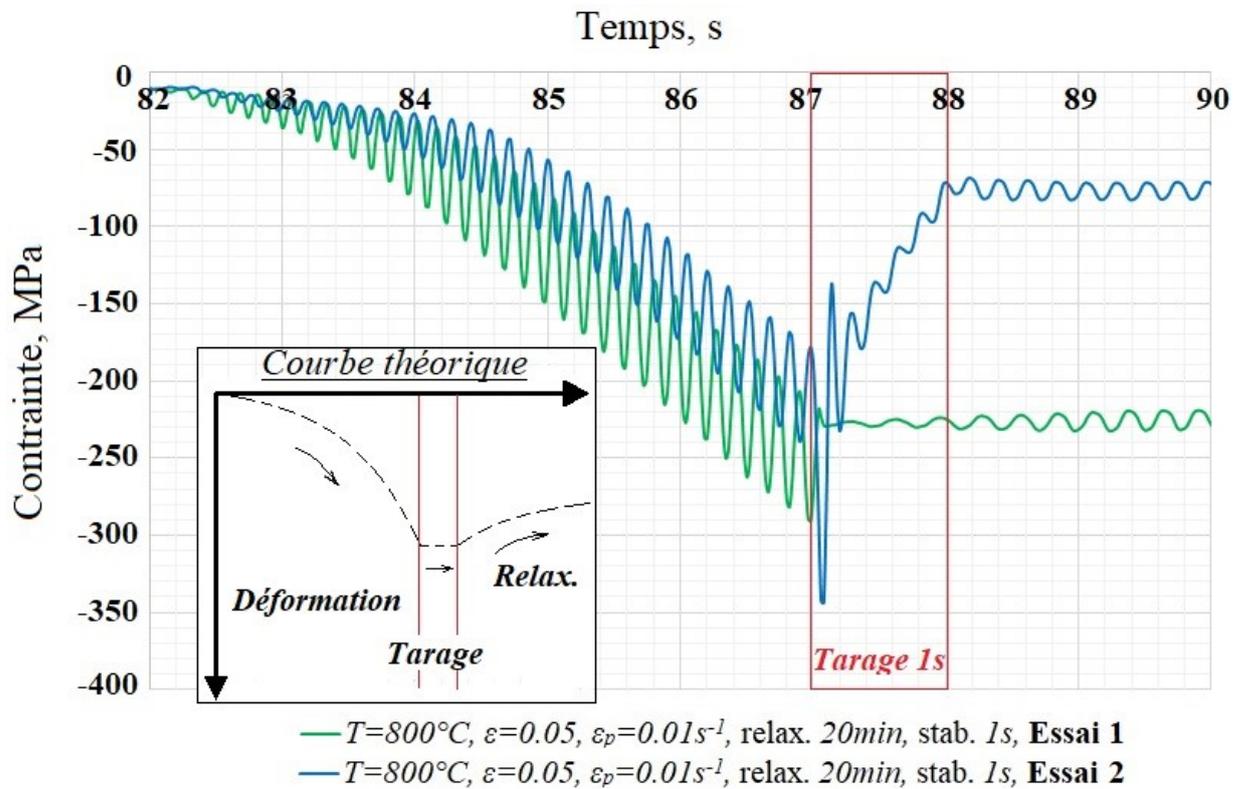


Figure 5.5 – Courbes contraintes-temps lors des essais de fluage à 800°C, résultats non moyennés

Afin de transformer les données ondulées à celles plutôt linéaires, aussi, limiter l'effet des instabilités, l'utilisation d'un filtrage par la méthode des moyennes mobiles est nécessaire. Il est à noter que, suite à l'application d'une moyenne mobile sur les graphiques, les valeurs de contraintes initiales sont devenues plus proches des essais de compression (Figure 5.6).

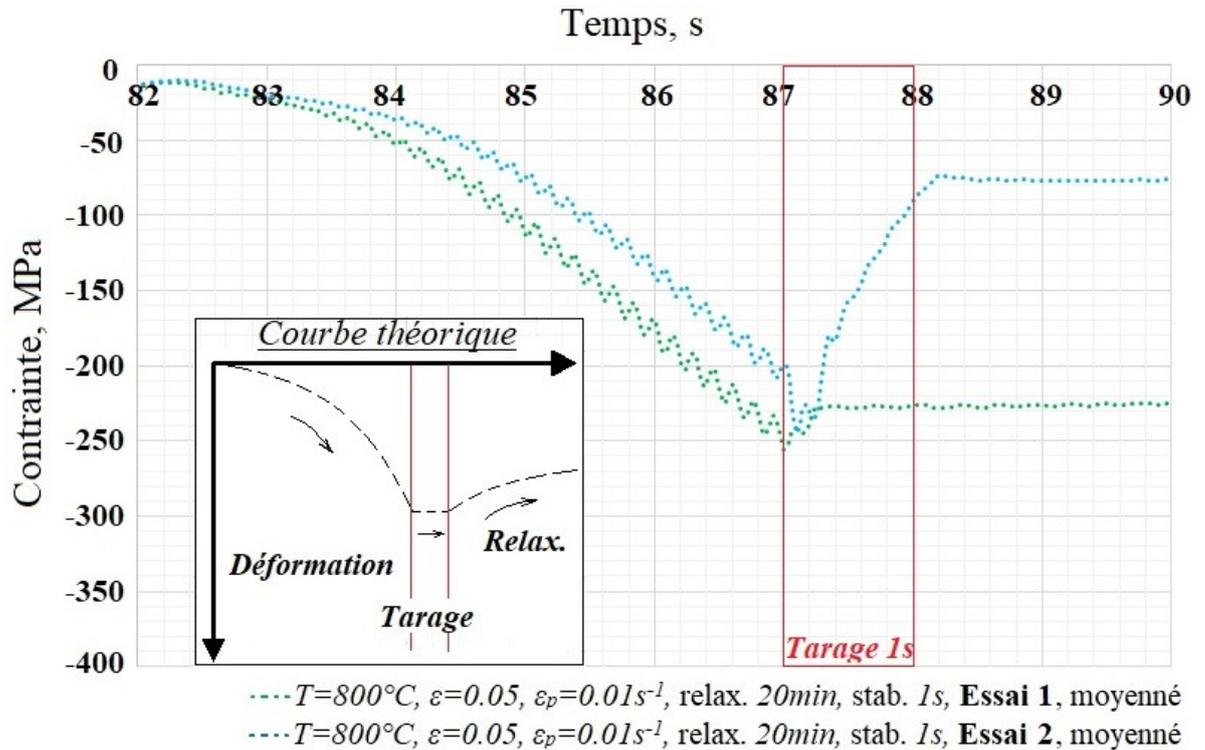


Figure 5.6 – Courbes contraintes-temps lors des essais de fluage à 800°C , résultats moyennés

Par exemple, trois essais de relaxation à 800°C sont présentés sur la Figure 5.7 en utilisant les contraintes en fonction de la déformation. Le graphique dont les valeurs de contraintes ne sont pas moyennées, possède un comportement chaotique au début de relaxation. Ces contraintes non moyennées atteignent les valeurs de -400 MPa à -100 MPa . Néanmoins, parmi les dizaines d'éprouvettes analysées, on ne peut utiliser que deux graphiques avec une transition lisse de la déformation initiale vers la relaxation de contraintes. Puis, ces données ont été utilisées pour l'estimation de paramètres de fluage qui doivent être utilisés dans la modélisation du traitement réel de relaxation par laser et du fluage lui-même.

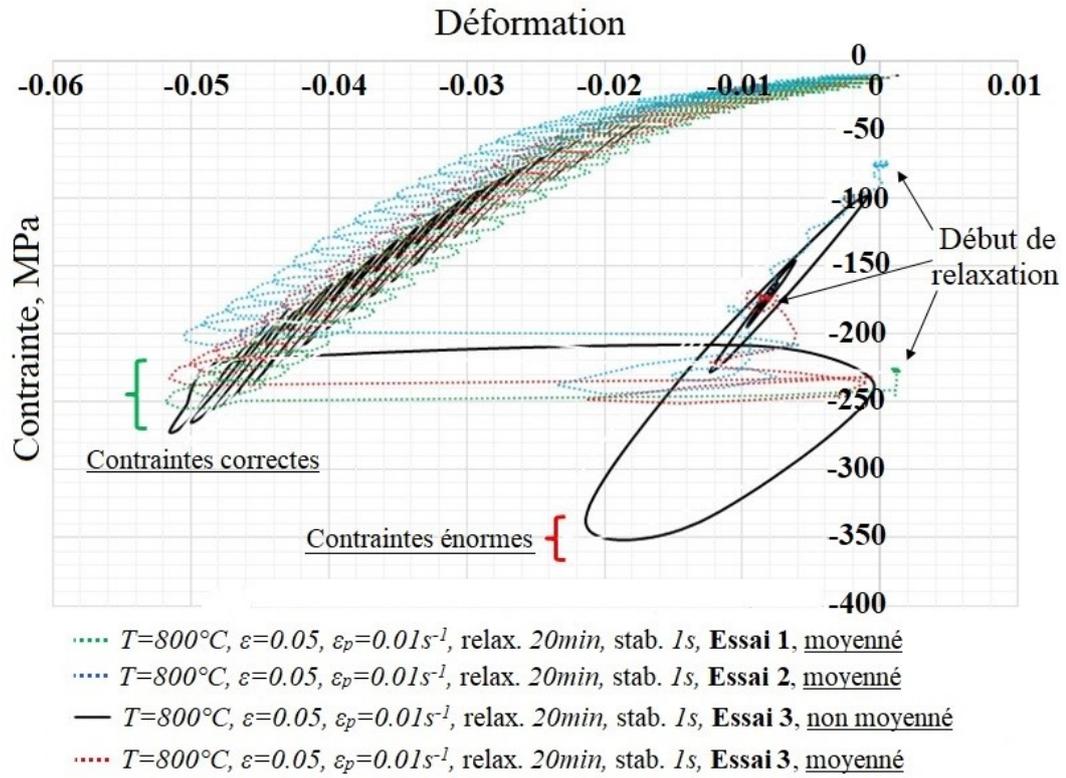


Figure 5.7 – Courbes contraintes-déformations lors des essais de fluage à 800°C

5.1.2 Modélisation du fluage

Pour l'estimation de la relaxation de contraintes, il est tout d'abord nécessaire de considérer la loi de fluage utilisable réellement pour la modélisation. Il existe la loi de fluage stationnaire (ou secondaire) qui se définit par l'équation 5.2 (Eq. 5.10) avec ε_f la vitesse de déformation de fluage, σ_f la contrainte, Q_a l'énergie d'activation, $R_u = 8.314 \text{ J}/(\text{mol} \cdot ^\circ\text{C})$ la constante universelle de gaz, T la température, n et A les constantes d'un matériau. Cette loi est normalement appliquée pour les basses contraintes.

$$\varepsilon_f = A\sigma_f^n \exp(-Q_a/R_u T) \quad (\text{Eq. 5.2})$$

Un autre modèle de fluage est celui de Norton qui peut être exprimé par l'équation 5.11 (Eq. 5.3) avec t le temps et m la constante du matériau.

$$\varepsilon_f = A\sigma_f^n t^m \quad (\text{Eq. 5.3})$$

La loi en sinus hyperbolique (Eq. 5.4) est la forme plus pratique car elle peut être appliquée dans une large gamme des températures et des contraintes [ZHA2019]. Dans cette équation, α est la constante d'un matériau. En plus, cette loi de fluage est plus facile à implémenter dans une

modélisation numérique car elle ne nécessite pas la connaissance de l'évolution des paramètres en fonction de la température.

$$\varepsilon_f = A[\sinh(\alpha\sigma_f)]^n \exp(-Q_a/R_u T) \quad (\text{Eq. 5.4})$$

Pour pouvoir estimer les paramètres de la loi (Eq. 5.4) par rapport aux essais précédemment effectués, un modèle numérique simple a été créé dans ABAQUS. Ce modèle est constitué d'un cylindre de diamètre 12 mm et de longueur 10 mm soumis à la compression à chaud et, puis, à la relaxation de contraintes (Figure 5.8). Il est composé d'éléments de type C3D8R ayant deux types de degrés de liberté (mécanique et thermique). La taille moyenne des éléments est 0.7 mm. La compression d'un échantillon a été réalisée en soumettant tous ses côtés au déplacement incrémentale. Ce déplacement égale à la moitié de la déformation (5 ou 10%) à la vitesse de 0.01s^{-1} . Avant la relaxation de contraintes, ces déplacements ont été arrêtés. L'échantillon lui-même a été bloqué afin d'éliminer les déplacements possibles.

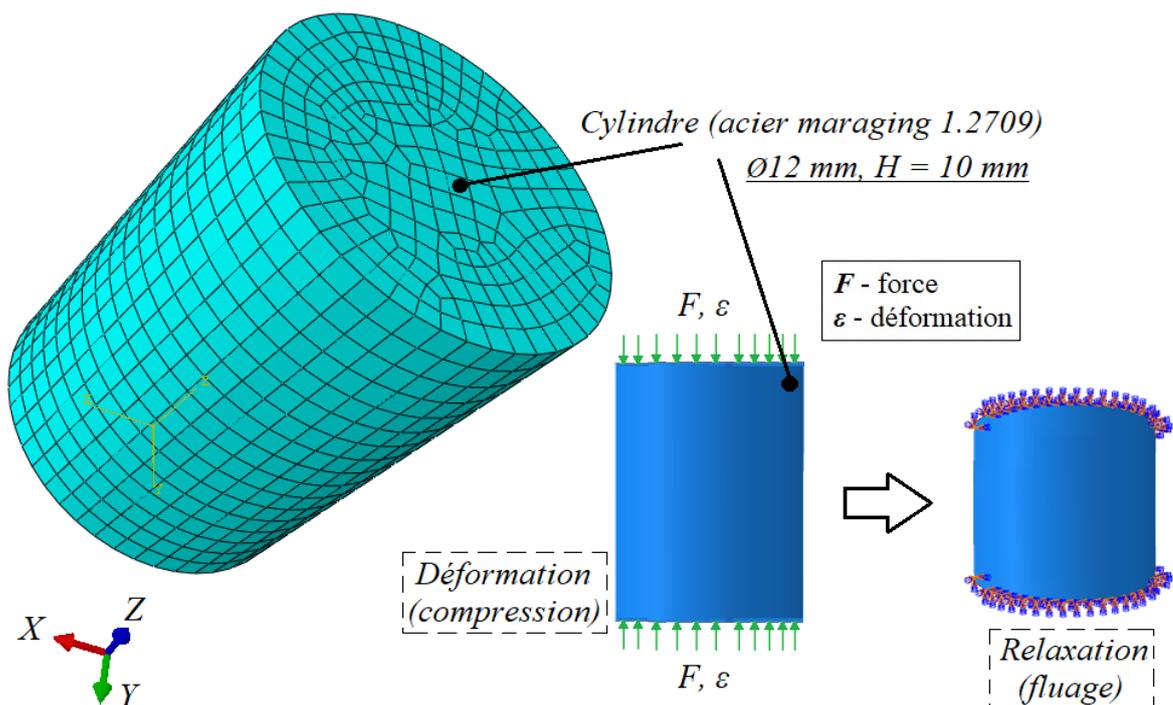


Figure 5.8 – Description de la géométrie du modèle de fluage

Ce calcul utilise les propriétés mécaniques de compression précédemment obtenues et les paramètres de fluage définis dans le travail de Chakravarthi (2018) [CHA2018]. Particulièrement, la loi en sinus hyperbolique est utilisée. Tous les paramètres utilisés dans la modélisation sont listés dans le Tableau 5.1.

Tableau 5.1 – Paramètres pour la modélisation du fluage

Paramètre	Température, T (°C)	Echantillon, acier maraging 1.2709	Déformation plastique, ε_{pl}
Limite d'élasticité, σ_y (MPa)	25	1052	0
	25	1217	0.038
	700	302	0
	700	460	0.2425
	800	283	0
	800	304	0.1457
Module de Young, E (MPa)	25	192818	
	700	60000	
	800	58000	
Conductivité thermique, k (W/(m*°C))	25	15.2	
	480	19.2	
	580	21.0	
	1280	28.6	
Chaleur spécifique, C (J/(kg*°C))	25	460	
	500	550	
	600	590	
Densité, ρ (kg/m ³)		8200	
Ratio de Poisson, μ		0.3	
Coefficient de convection, h_e (W/m ² *°C)		10	
Emissivité, ζ		0.9	
Température ambiante, T_o (°C)		700 et 800	
Coefficient d'expansion, α_e (°C ⁻¹)		1*10 ⁻⁵	
Energie d'activation, Q_a (kJ/mol)		391	
Constante universelle de gaz, R_u (J/(mol*°C))		8.3145	
Coefficient A		2*10 ¹⁴	
Coefficient α		0.0077	
Coefficient n		5.0	

La figure 5.9 présente une comparaison de la courbe expérimentale de relaxation avec celle estimée par Chakravarthi (2018) en utilisant les propriétés « initiales » notées dans le Tableau 5.1. Afin de pouvoir corréler les résultats expérimentaux avec ceux de la modélisation, la variation progressive de l'énergie d'activation est effectuée. Finalement, l'énergie de $Q_a = 415$ kJ/mol a été obtenue qui correspond bien aux résultats des essais. Les autres paramètres optimaux pour la modélisation du fluage (constantes d'un matériau) sont présentés dans le Tableau 5.1. Il faut noter, que la température d'un échantillon doit être homogène est constante dans tout le volume d'un échantillon, sinon, l'effet du fluage ne sera pas stable et cohérent avec les essais précédemment effectués. Les calculs numériques permettent de confirmer cette différence. Par exemple, l'échantillon dont la surface extérieure et le cœur sont soumis à des températures différentes a un comportement en fluage différent de celui d'un échantillon isotherme. En plus, ce modèle numérique ne considère pas la fusion d'un matériau.

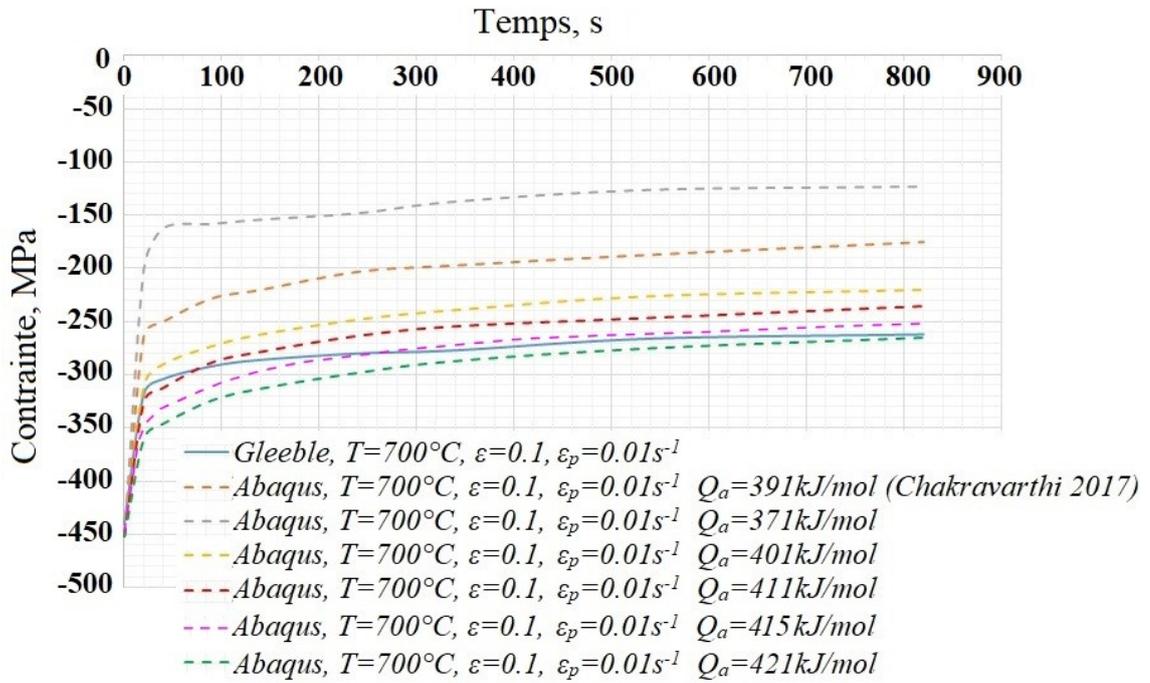


Figure 5.9 – Relaxation de contraintes à 700 °C, estimation de l'énergie d'activation

Afin de confirmer les paramètres de fluage choisis, l'évolution de contraintes à 800 °C est pointée sur la Figure 5.10. Sur ce graphique une bonne corrélation de la courbe expérimentale avec des résultats modélisés est assurée. En plus, on peut souligner que l'effet de la relaxation de contraintes est plus intense à plus haute température, particulièrement, à 800 °C.

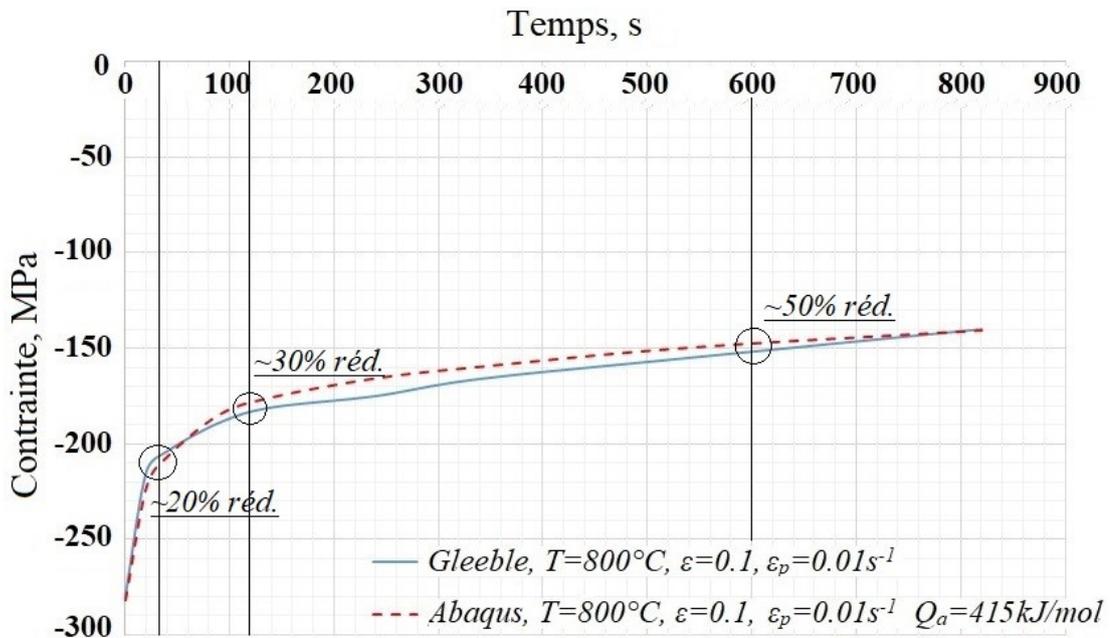


Figure 5.10 – Relaxation de contraintes à 800 °C

Les essais de fluage précédents permettent de prévoir ce qu'il pourrait se passer lors du détentionnement laser.

- La relaxation à la plus haute température est plus efficace que la relaxation à la basse température, ce qui était prévisible;
- Afin de pouvoir relâcher les contraintes, le volume entier d'un matériau rechargé doit être soumis à la température de relaxation (par exemple, à 800 °C) ;
- Pour être cohérent avec les essais de fluage, il faut éviter la fusion d'un matériau pendant le procédé de détentionnement laser. Donc la température en tout point d'une pièce doit être inférieure à 1400°C ;
- Pour mémoire, nous avons choisi de baisser le niveau de contraintes résiduelles de 50%. Pour cela, il est nécessaire que le matériau soit soumis à une température de relaxation de 800 °C pendant 8-9 min.
- A partir des résultats de fluage (Figure 5.10) il est clair, que pour des raisons économiques, le détentionnement laser ne peut être réalisé que pendant des durées de quelques dizaines de seconde, et non quelques minutes. Cela peut garantir la réduction de contraintes que de 20 % environ, ce qui ne permet pas de respecter l'objectif que nous nous étions fixés ;
- Il faut noter que, le détentionnement significatif pendant le temps court peut être théoriquement effectué à la température plus basse. Par exemple, à 700 °C (Figure 5.9). Pendant 10-20 s de détentionnement à cette température, on peut théoriquement réduire les contraintes de 25-30%.

5.1.3 Modélisation du détentionnement laser

Les conclusions faites à la fin du paragraphe précédent permettent de définir une stratégie de modélisation du procédé de détentionnement laser. Il est théoriquement possible d'intégrer le modèle de fluage dans la phase de rechargement en plus de son intégration naturelle dans la phase de détentionnement. Cependant, cela implique un temps de simulation encore plus long, alors que le paragraphe 4.3 a déjà souligné la grande durée des simulations thermiques pures. De plus nous n'avons pas réussi à implémenter un couplage entre la thermique et la mécanique. Une solution possible consiste à réaliser un calcul découplé. Les champs thermiques obtenus lors du

rechargement laser peuvent être utilisés en donnée d'entrée pour le calcul de relaxation en ne simulant que les transferts de chaleur. Au final, nous n'avons fait aucun calcul de mécanique par manque de temps de développement numérique. Nous avons choisi de réaliser deux calculs thermiques découplés afin d'évaluer si les conditions thermiques étaient respectées pour espérer avoir un détentionnement dans la phase de rechargement (par cumul d'énergie apporté par les dépôts successifs), puis dans la phase de détentionnement.

Afin d'avancer vers la modélisation, il est nécessaire de préciser la gamme de fabrication qui articule les phases de rechargement LMD et les phases de détentionnement laser. Au début, un rechargement de N couches est effectué. Puis, le procédé de rechargement s'arrête et il faut ensuite purger la poudre restante dans la tête laser. Cette étape, au cours de laquelle la pièce refroidit, nécessite environ 10 secondes. Puis, le détentionnement laser est opérée sur une surface déjà rechargée avec des paramètres différents (énergie, vitesse, recouvrement, ...) afin de retrouver les conditions visées (maintien à 800°C pendant < 10 min dans un volume important) sans refusionner la matière en surface localement ce qui rendrait les hypothèses du modèle de fluage fausses. Pour les premiers calculs, nous avons simulé deux stratégies : notamment, 5 et 9 passes de détentionnement toutes les 6 et 10 couches. La stratégie de balayage « aller-simple » a été choisie (Figure 5.11 (a)). Nous utilisons une temporisation de 0.1 s sans chauffage entre les passages consécutifs, ce qui correspond au déplacement de la buse entre la fin du cordon K et le début du cordon $K+1$. La taille du spot laser est 1 mm. A la fin du procédé de détentionnement laser, il faut relancer l'alimentation en poudre avant de reprendre le chargement. Pour stabiliser le débit de poudre, il est nécessaire d'attendre ~60 s avant de recommencer le rechargement. Les étapes décrites précédemment se répètent jusqu'au rechargement complet d'une pièce.

Pour les premières approches de modélisation, nous avons utilisé le même modèle géométrique que précédemment présenté (Figure 5.11 (a)). Le substrat massif a les dimensions de 100x100x20 mm³ en acier XC48 et la structure de l'échantillon a une section carrée de 10x10 mm². Les paramètres thermomécaniques ainsi que les autres coefficients sont présentés dans le Tableau 4.5 (Chapitre 4).

Il faut noter aussi les paramètres combinés qui sont utilisés dans cette modélisation. L'énergie de détentionnement E_{sd} est définie par l'équation 5.5 (Eq. 5.5) et la densité d'énergie surfacique Q_{sd} par l'équation 5.6 (Eq. 5.6). Ici, P_d et v_d est la puissance et la vitesse de détentionnement, d le spot laser. Il est à noter que, l'équation 5.6 définit complètement la condition de fusion d'un matériau en surface sans tenir compte la vitesse de déplacement.

$$E_{sd} = P_d / v_d \cdot d \quad (\text{Eq. 5.5})$$

$$Q_{sd} = 4P_d / \pi \cdot d^2 \quad (\text{Eq. 5.6})$$

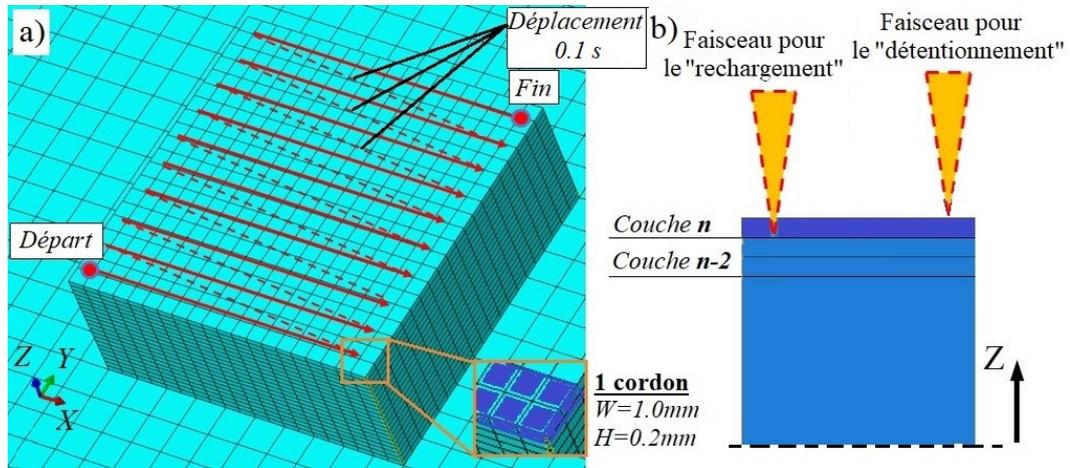


Figure 5.11 – Stratégie de détentionnement pour la modélisation (a), position du point focal du faisceau laser (b)

Le premier calcul de détentionnement laser a été effectué avec une énergie E_{sd} de 80 J/mm² obtenu en combinant une vitesse de 2.5 mm/s et une puissance de 300 W. Pour mémoire, l'énergie de rechargement E_s est égale à 34.7 J/mm². Nous avons étudié l'influence du nombre de passes de chauffage avec comme objectif de maintenir la température au-delà de 700-800°C pendant < 10 minutes pour espérer atteindre une baisse de 50% des contraintes résiduelles dans un volume égale à l'épaisseur rechargée depuis le dernier détentionnement.

La température a été évaluée au point rouge sur la Figure 5.12. Ce point est situé au centre de la section carrée ($X=Y=5$ mm) et se situe sur la partie supérieure de la 5^{ème} couche rechargée ($Z=1.0$ mm). L'évolution de la température est présentée sur la Figure 5.12. Cette évolution inclut la distribution de température lors du rechargement de la 6^{ème} et dernière couche, de la purge de poudre pendant 10 s et du détentionnement laser.

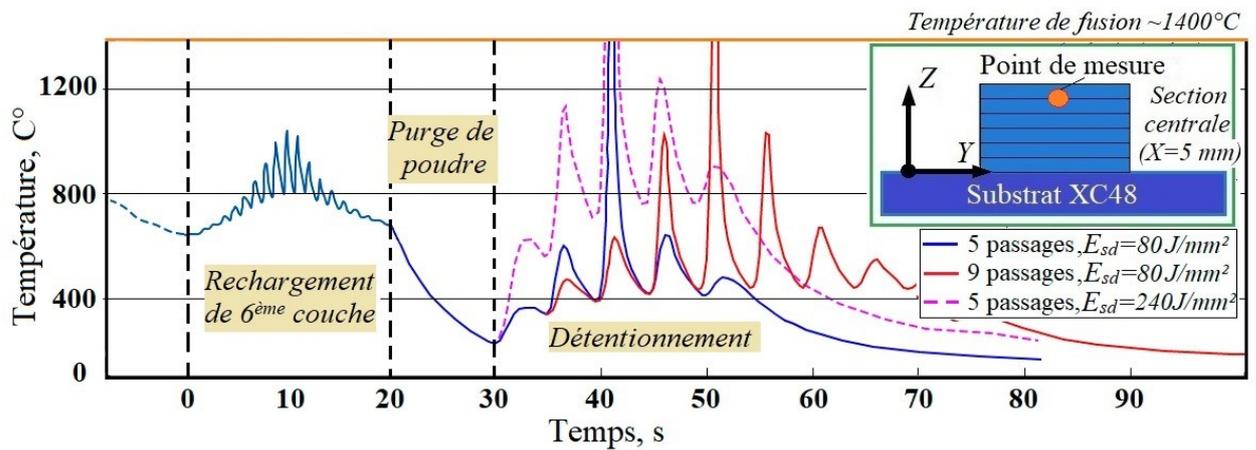


Figure 5.12 – Evolution de la température lors de détentionnement laser avec différentes énergies

Selon les graphiques de l'évolution de températures (Figure 5.12) il est clair, que le détentionnement laser même avec une énergie de 80 J/mm^2 n'est pas suffisant pour obtenir une température de $700\text{-}800 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant une durée de 10 min. En plus, le spot laser de 1 mm ne permet pas d'éviter une refusion du matériau en surface. Dans ce cas, le pompage de chaleur induit par le substrat massif est assez fort. L'acier XC48 a grande conductivité thermique qui facilite l'évacuation de chaleur. Par exemple, à la température ambiante, la conductivité d'acier XC48 est ~ 3 fois plus ($\sim 50 \text{ W/(m}^\circ\text{C)}$) que celle d'acier maraging. Cependant, aux températures élevées ($>600 \text{ }^\circ\text{C}$), la conductivité est proche de celle d'acier maraging ($\sim 20\text{-}30 \text{ W/(m}^\circ\text{C)}$)

Nous avons évalué l'effet d'une augmentation de l'énergie à 240 J/mm^2 ($P_d = 600 \text{ W}$, $v_d = 2.5 \text{ mm/s}$) (Figure 5.12). Il devient possible d'atteindre la température de 800°C mais de façon trop brève pour activer les mécanismes de fluage et permettre ainsi un détentionnement. De plus, le très haut niveau d'énergie risque de provoquer l'évaporation locale du matériau en surface de la 6^{ème} couche. Il avait été observé la formation d'une plume de plasma lors des essais de rechargement des cubes $10 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$ avec de hauts niveaux d'énergies $E_{sd} (> 120 \text{ J/mm}^2)$.

Ainsi, il apparait qu'il est fondamental de bloquer la dissipation d'énergie dans la masse de l'échantillon et dans le substrat massif dessous l'échantillon. De là, il existe 2 solutions technologiques :

- **Préchauffage** du substrat en acier XC48 à des températures de $500\text{-}700 \text{ }^\circ\text{C}$. Cette température doit être maintenue au cours du procédé de rechargement/relaxation. Cette solution implique d'équiper la machine d'une table chauffante puissante. Cette solution n'était pas disponible sur notre machine d'essais ;

- On peut **remplacer le substrat** existant en acier XC48 par un substrat en céramique, par exemple, par un substrat d'Alumine poreuse, d'oxyde de zirconium (ZrO) etc.. Ces substrats céramiques ont normalement une conductivité très basse et une haute capacité thermique.

La deuxième solution a été retenue. Nous avons pris un substrat d'Alumine poreuse avec les dimensions $40 \times 40 \times 10 \text{ mm}^3$. La porosité de l'Alumine est $\sim 60 \%$. Sur ce substrat une fine tôle d'acier XC48 d'épaisseur 1-2 mm est disposée pour assurer l'accroche du maraging lors du dépôt de la 1^{ère} couche. Il s'agit à présent d'adapter le modèle numérique présenté sur la Figure 5.13. Toutes les structures ont des éléments de type DC3D8. La taille moyenne des éléments parallélépipédiques de cube et de tôle est 0.5 mm. Le substrat céramique contient des éléments cubiques de dimensions $1 \times 1 \times 1 \text{ mm}^3$. Le contact de type « tie » est appliqué sur l'interface « cube-tôle » et l'interface « tôle-substrat ». Tous les déplacements possibles de substrat ont été bloqués.

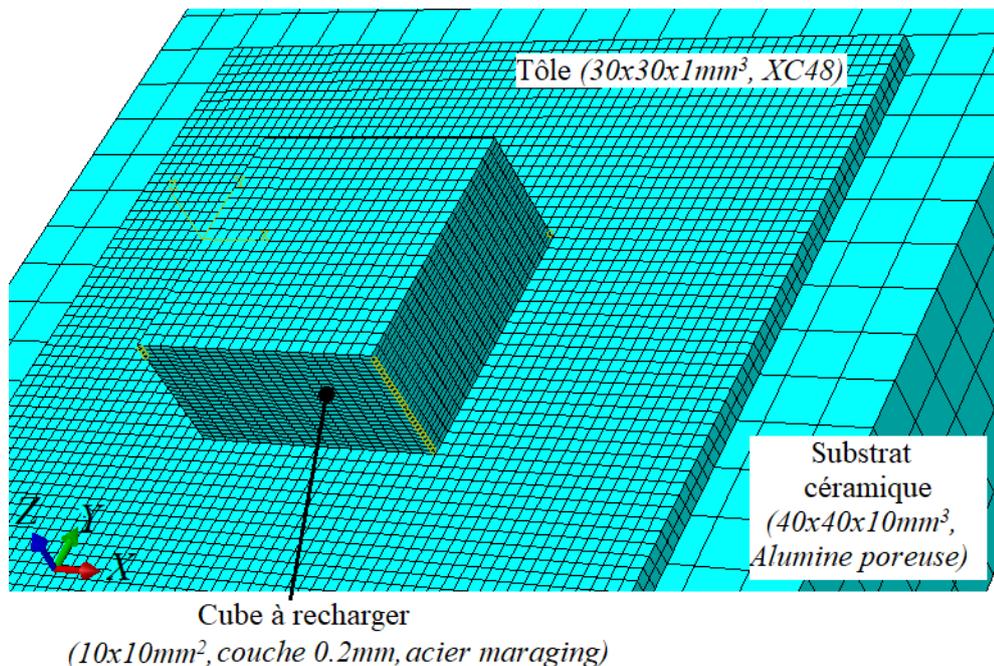


Figure 5.13 – Domaine de calcul pour la modélisation du rechargement et du détentionnement sur un substrat céramique

Les propriétés thermomécaniques et les autres paramètres pour la modélisation sont présentés dans le Tableau 5.2. Pour cette modélisation, les propriétés thermomécaniques du substrat d'alumine poreuse ont été prises dans la littérature en tenant compte de la porosité [ZIV2009].

Tableau 5.2 – Paramètres de la modélisation de rechargement et de détentionnement sur le substrat céramique

Paramètre	Température, °C	Cube, acier maraging 1.2709	Tôle, XC48	Substrat, alumine poreuse (60%)
Conductivité thermique, k (W/(m*°C))	25	15.2	50.0	12.0
	480	19.2	32.2	6.0
	580	21.0	30.0	5.3
	1280	28.6	-	-
Chaleur spécifique, C (J/(kg*°C))	25	460	486	850
	500	550	580	-
	600	590	621	-
Densité, ρ (kg/m ³)	-	8200	8000	2560
Coefficient de convection, h_e (W/m ² *°C)	-	10	100	100
Emissivité, ζ	-	0.9	0.4	0.4
Constante de Stefan-Boltzmann, h_{sb} (J/°C ⁴ *m ² *s)			5.67*10 ⁻⁸	
Température ambiante, (°C)			25	

Les résultats de la modélisation de détentionnement laser suite au rechargement de 6 ou de 8 couches sur le substrat céramique sont présentés sur la Figure 5.14. Pour ce calcul, nous avons pris deux tôles de dimensions 20x20x1 mm³ et de dimensions 30x30x1 mm³. Le procédé de détentionnement a été effectué en utilisant 5 passages de la source laser. Concernant l'énergie de détentionnement, nous avons choisi une énergie de 120 J/mm² qui correspond à une puissance de 300 W et à une vitesse de 2.5 mm/s. La température a été mesurée au centre de la section carrée ($X = Y = 5$ mm) et sur la partie supérieure de la première couche rechargée ($Z = 0.2$ mm). Cette position a été choisie afin de vérifier la température dans tout le volume rechargé.

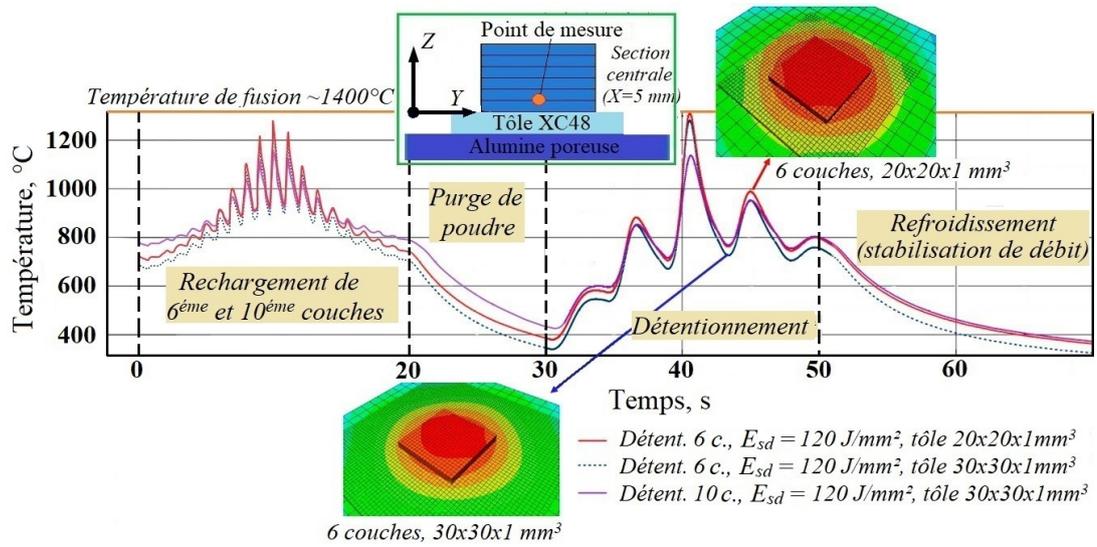


Figure 5.14 – Distribution des températures lors de détentionnement laser sur le substrat céramique à l'énergie de 120 J/mm²

Les résultats présentés sur la figure ci-dessus indiquent que le choix d'un substrat céramique est particulièrement raisonnable. La partie rechargée jusqu'à 1.2 mm (6 couches) d'un échantillon peut être soumise à la relaxation à la température de 700-800 °C. En plus, les dimensions du substrat céramique n'impactent pas la température en-dessous de surface traitée. La température voulue de 700-800 °C se maintient jusqu'à au moins ~2 mm en épaisseur selon la modélisation effectuée précédemment (Figure 5.15). Autrement dit, le détentionnement suite au rechargement de 10 couches est applicable. Cependant, le faisceau laser de 1 mm ne permet pas de réaliser ce traitement thermique sans fusionner le matériau.

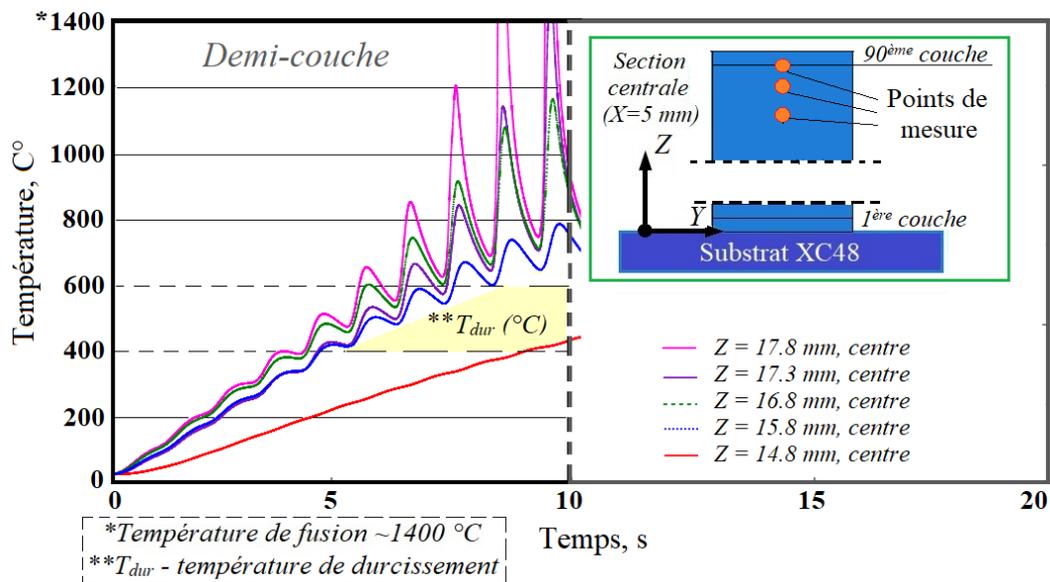


Figure 5.15 – Evolution de la température suite au rechargement de la 90^{ème} couche

L'analyse de variation du nombre de passages de la source laser est présentée sur la Figure 5.15 (la partie du rechargement n'est pas montrée). Dans cette simulation, nous utilisons les champs thermiques après le rechargement de 6 couches et le purge de poudre pendant 10 s. Le procédé du détentionnement a été simulé en utilisant 5 et 9 passages de la source laser. Le point de mesure de la température ainsi que les paramètres du détentionnement sont les mêmes que dans le cas précédent. Le détentionnement avec 9 passages (plus intensif) augmente évidemment le temps de chauffage ainsi que la température de la partie rechargée. Cette augmentation de la température est plus significative par rapport au détentionnement sur le substrat massif en acier XC48. Le matériau peut être donc soumis à la température de 700-800 °C pendant ~30 secondes. Cependant, l'application d'un tel procédé pose une question économique pour la fabrication d'une pièce massive.

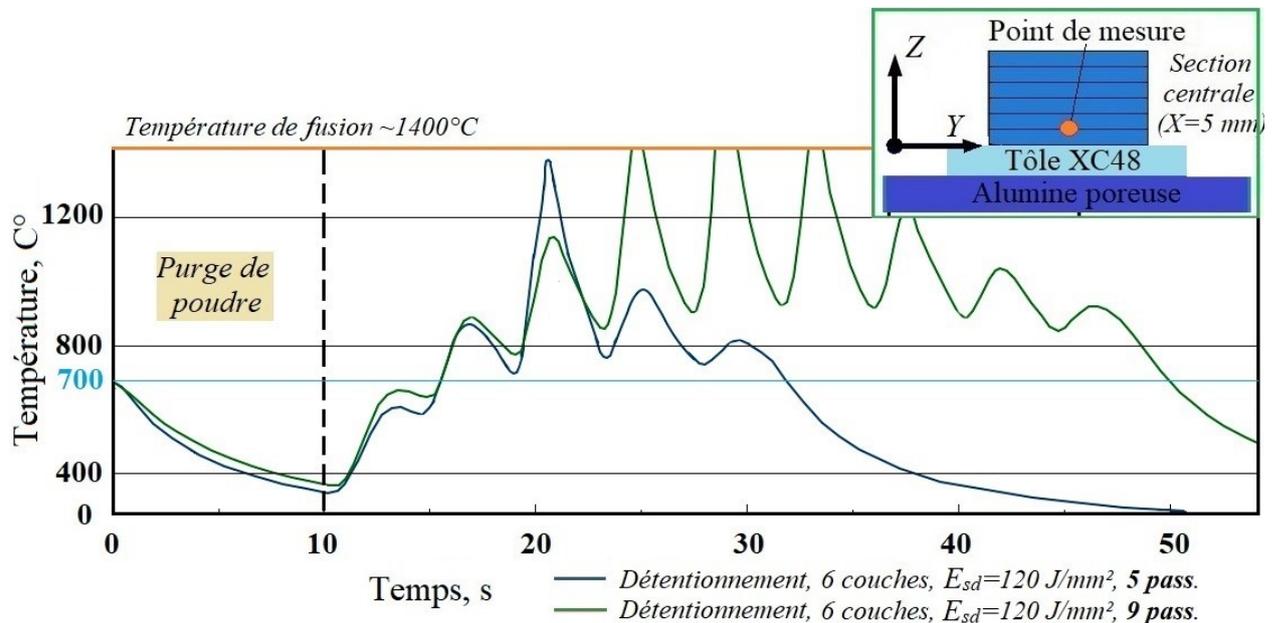


Figure 5.16 – Distribution des températures lors du détentionnement laser sur le substrat céramique à l'énergie de 120 J/mm² à 5 et 9 passes de détentionnement

5.2 Essais de rechargement / détentionnement

5.2.1 Plan expérimental de rechargement

La modélisation des procédés de rechargement et de détentionnement laser ont permis d'avoir une estimation des conditions de fabrication. Les paramètres estimés peuvent

théoriquement garantir le rechargement de structures avec les contraintes minimales à l'issue des deux étapes de rechargement et de détentionnement. Cependant, la machine AMH-350 ne permet pas de défocaliser le faisceau laser afin d'éviter la fusion du matériau en surface. C'est une limite technologique majeure pour notre étude.

Nous avons ainsi montré que le détentionnement laser nécessite un substrat céramique et une tôle au lieu d'un substrat massif en acier précédemment utilisé. Le montage des essais de rechargement couplé avec le détentionnement laser est présenté sur la Figure 5.17. Les brides ont été utilisées pour éviter le déplacement et la déformation de la tôle pendant le rechargement/relaxation

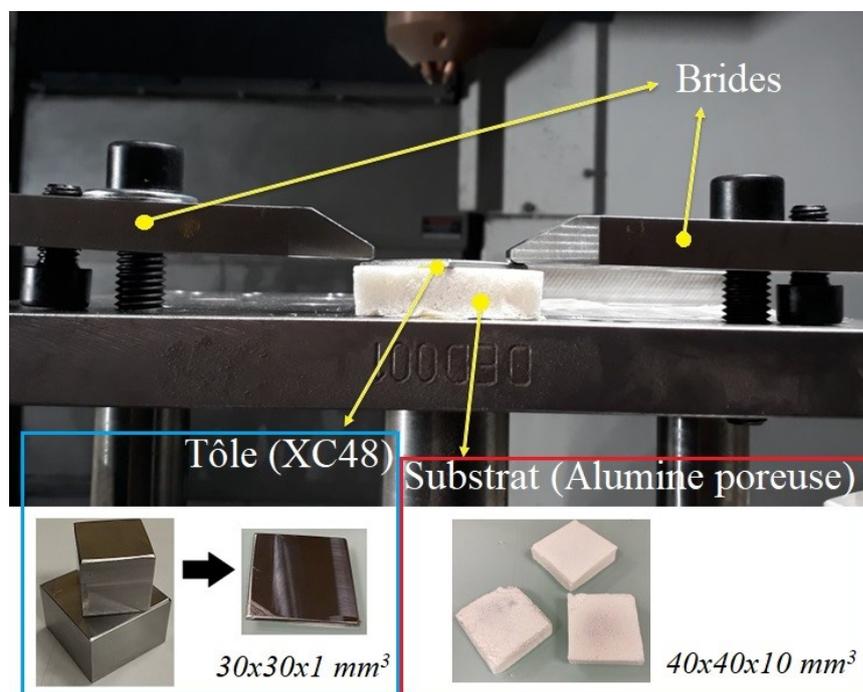


Figure 5.17 – Montage des essais de rechargement + relaxation

Le plan expérimental de rechargement est présenté dans le Tableau 5.3. Au total, il y a 5 échantillons à recharger, particulièrement, 4 cubes avec des dimensions de 10x10x10 mm³ et un échantillon avec une section carré de 10x10 mm² et une hauteur de 40 mm. Il est à noter que, les paramètres de rechargement sont les paramètres optimaux définis précédemment (Chapitres 3 et 4). Notamment, l'énergie est 34.7 J/mm², la densité de poudre est 12.0 g/dm², le taux de recouvrement est 30% et la stratégie est « aller-retour + 90° ».

L'idée de ces essais est de vérifier l'efficacité et d'optimiser le procédé de détentionnement laser sur les structures réelles. La modélisation numérique n'a fourni que les conditions

« initiales » telles que l'énergie de rechargement. Il est donc nécessaire d'étudier le détentionnement laser en évaluant des stratégies différentes. Par exemple, le premier test « relaxé » a été réalisé avec 5 passages de réchauffage après 10 couches de rechargement. Le deuxième et le troisième tests correspondent à 10 passages de réchauffage après 10 et 6 couches respectivement. Autrement dit, cela nous permet d'identifier une différence entre les relaxations moins et plus fréquentes. Le dernier échantillon d'un grand volume, permet de définir le comportement de fabrication et les propriétés finales après 40 mm de rechargement avec un détentionnement après 6 couches. Pour la référence, il y a aussi un échantillon cubique rechargé avec les paramètres optimaux sans le détentionnement laser. Il faut noter, que la stratégie de lasage est « aller-simple » et les passages individuels sont également espacés sur la surface à traiter.

Tableau 5.3 – Plan expérimental de rechargement et de détentionnement laser

Numéro d'échantillon	Puissance de détentionnement, P_d (W)	Vitesse de lasage, v_d (mm/s)	Périodicité (nombre de couches déposées)	Nombre de passages de détentionnement
1 (« ref. »)	-	-	-	-
2	300	2.5	10	5
3	300	2.5	10	10
4	300	2.5	6	10
5 ($H = 40\text{mm}$)	300	2.5	6	10

5.2.2 Analyse des échantillons rechargés

5.2.2.1 Estimations des contraintes résiduelles

Les photos de quelques échantillons rechargés sont présentées sur la Figure 5.18 (a-c). Il est à noter que, du fait de l'épaisseur non constante de la tôle et des contraintes résiduelles fortes, on peut observer la déformation du substrat (Figure 5.18 (b)).

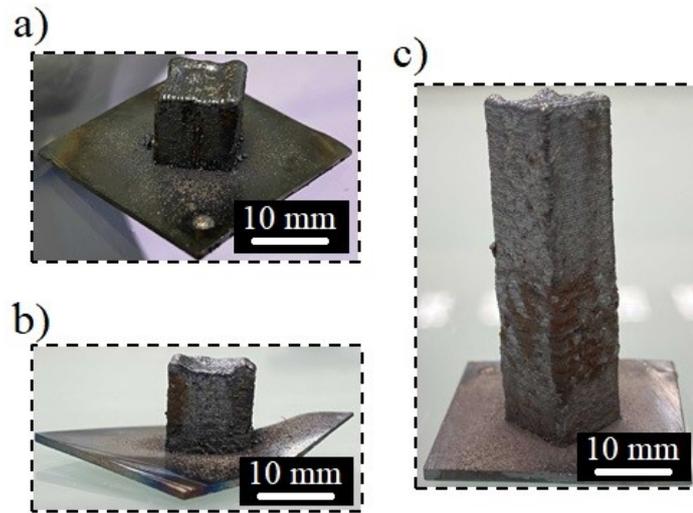


Figure 5.18 – Exemple des échantillons rechargés avec le détentionnement laser : échantillon n°2 (a), échantillon n°4 (b) et échantillon n°5 (c)

Pour l'analyse des contraintes résiduelles, tous les échantillons ont été soumis à la procédure de préparation déjà présentée sur la Figure 3.29 et expliquée dans le Chapitre 3. Particulièrement, la partie supérieure a été enlevée par fraisage afin de pouvoir mesurer les contraintes. Il est à noter, que le fraisage a été effectué sur la même machine de rechargement hybride (AMH-350) sans démonter les tôles afin de ne pas générer de déformation.

Le résumé des mesures de contraintes résiduelles est illustré sur la Figure 5.19. Il faut tout d'abord noter que le niveau de contraintes résiduelles mesuré dans les deux directions est identique. Ainsi, nous avons choisie de rapporter une résultante des contraintes définie par l'équation 5.13 (Eq. 5.13) où σ_1 la contrainte en direction de balayage et σ_2 la contrainte en direction de recouvrement.

$$\sigma = \sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2} \quad (\text{Eq. 5.13})$$

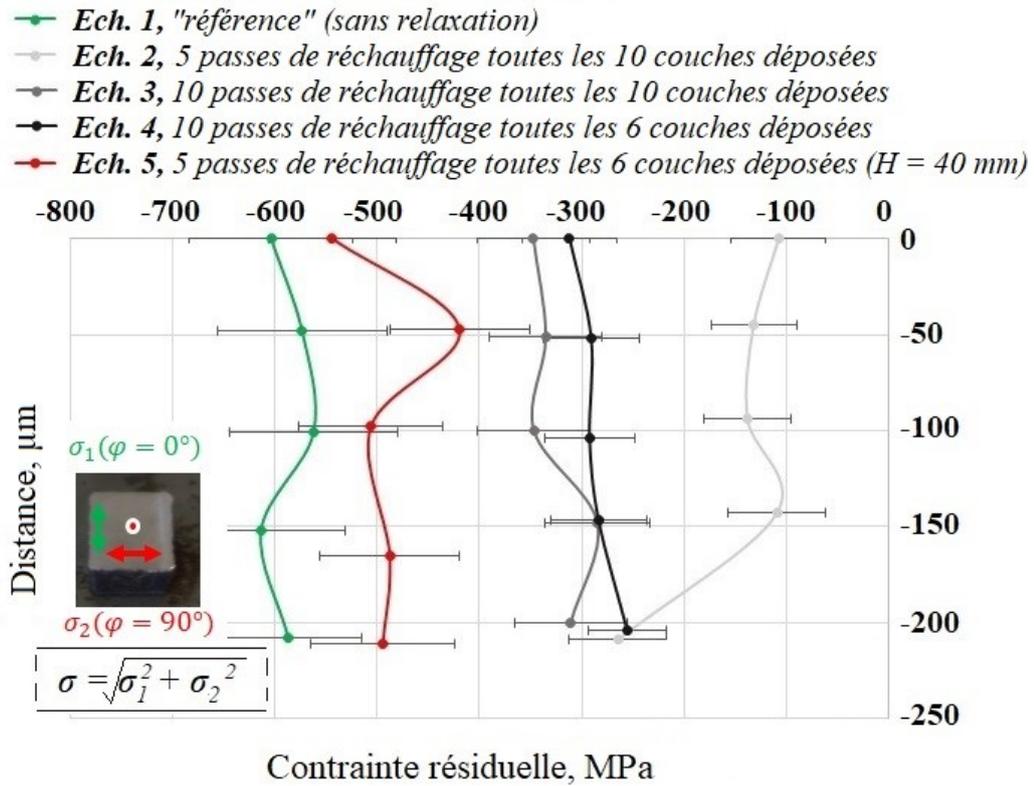


Figure 5.19 – Contraintes résiduelles en fonction de la stratégie de détentionnement

Il est apparu que le procédé de détentionnement laser peut effectivement réduire les contraintes jusqu'à des niveaux assez faibles vers $-100 \dots -150 \text{ MPa}$. La baisse de contraintes varie selon les conditions de détentionnement et selon le nombre de couches déposées entre deux détentionnements. De façon surprenante, ces contraintes minimales sont atteintes avec un détentionnement moins fréquent (toutes les 10 couches) et avec moins de chaleur apportée (5 balayages complets). Il faut noter que, du fait des énergies utilisées, ces contraintes mesurées sont proches de la surface refusionnée. Le fluage est le phénomène majeur dans cette partie. De plus, le rechargement lui-même peut induire la relaxation dans la masse de matériau rechargée (Figure 5.14), car les températures issues du rechargement sont proches de celles estimées par les essais de fluage. En théorie, les mesures de contraintes en fonction de toute la hauteur rechargée sont nécessaires afin de confirmer l'effet de détentionnement.

La relaxation de l'échantillon volumineux ne présente qu'une réduction faible des contraintes par rapport à l'échantillon non traité ($-600 \text{ MPa} \rightarrow -500 \text{ MPa}$ environ). En comparant les mesures présentées avec celles effectuées sur le substrat massif (Chapitre 3), on peut souligner un impact significatif d'un substrat sur les contraintes. Le rechargement sur le substrat fin (tôle) augmente les contraintes résiduelles. Ces conclusions ont été également marquées par Mercelis et Kruth (2007) [MER2007]. Dans notre cas, les contraintes de $\sim -300 \text{ MPa}$ correspondaient au

rechargement sur le substrat massif de XC48 (100x100x20 mm³). Le rechargement sur une tôle en XC48 (30x30x1 mm³) a augmenté les contraintes jusqu'aux ~600 MPa. Il est donc évident, que pour le procédé de détentionnement de pièces fonctionnelles, il est nécessaire de tenir compte du type de substrat. Particulièrement, le procédé de détentionnement non optimisé peut augmenter les contraintes par rapport à un seul rechargement. De plus, l'augmentation de la fréquence de relaxation en maintenant 10 passages peut faiblement réduire les contraintes.

L'analyse précédente permet de conclure que le détentionnement le moins fréquent et le moins intensif peut drastiquement réduire les contraintes résiduelles. Cette conclusion est contraire à celle issue de la modélisation numérique. Le modèle précédemment développé est trop simple pour pouvoir expliquer ce phénomène. Il est cependant probable que des phénomènes métallurgiques viennent s'ajouter au phénomène de fluage pour expliquer l'existence d'un minimum. En plus, le taux de réduction est différent de celui estimé par la modélisation numérique. Pour obtenir une réduction de plus que 50% il n'est pas nécessaire d'effectuer le traitement pendant 8-9 min. Par contre, le lasage fréquent, par exemple, sur toutes les 6 couches, peut atteindre la même réduction en 20-30 s. Cela peut être expliqué par les paramètres de modélisation qui ne tenaient pas compte des transformations microstructurales et de l'histoire thermique complexe lors du rechargement laser.

5.2.2.2 Analyse de la microdureté / microstructure

Pour l'analyse de la microdureté et de la microstructure, les échantillons cubiques (Ech. n°2 – Ech. n°4) ont été séparés de la tôle et, puis, ont été découpées en deux parties. L'échantillon volumineux (Ech. n°5) et l'échantillon sans traitement (Ech. n°1) ont été découpés en plusieurs parties comme présenté sur la Figure 5.20 (a). Les coupes latérales nous permettent de mesurer la distribution de la microdureté le long de l'axe de rechargement (*Z*). Les coupes transversales peuvent révéler la distribution de dureté ainsi que la microstructure le long de l'axe de balayage/recouvrement (*XY*). Le schéma de mesures de la microdureté pour toutes les sections obtenues est présenté sur la Figure 5.20 (b).

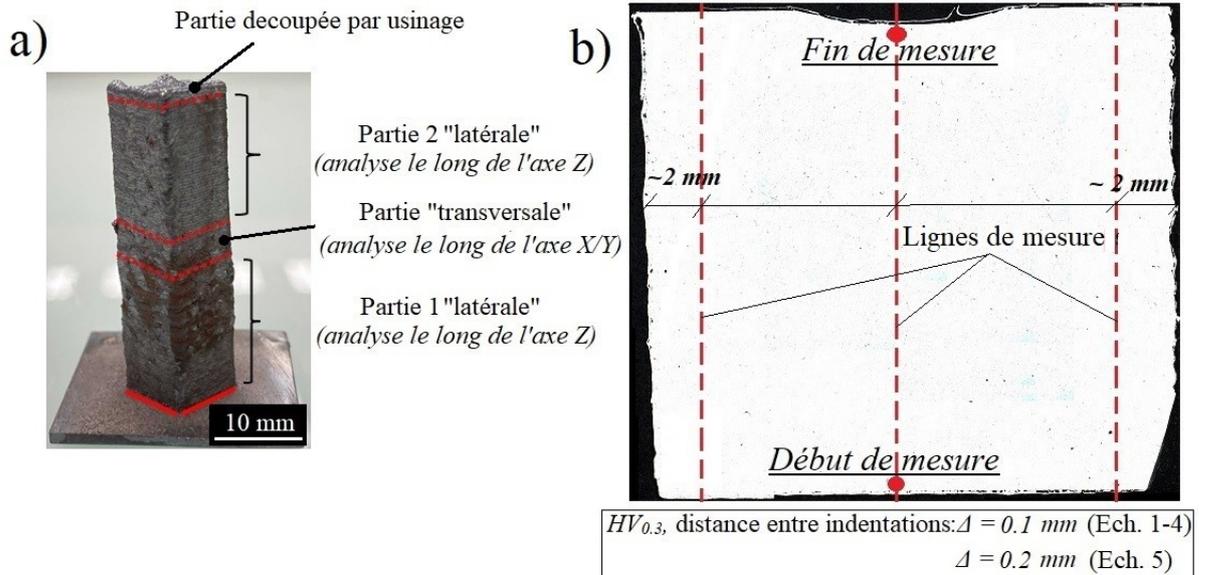


Figure 5.20 – Schéma de découpe de l'échantillon n°1 et de l'échantillon n°5 (a) et plan de mesures de la microdureté

La Figure 5.21 présente les distributions de la dureté dans les échantillons cubiques en fonction des paramètres de détentionnement laser. Malgré les arrêts multiples de la machine qui sont nécessaires pour le détentionnement, la microdureté est plutôt homogène autour de 305...325 $HV_{0.3}$. La microdureté maximale de $\sim 325 HV_{0.3}$ correspond à l'échantillon relaxé en utilisant le régime moins « intensif » (5 passages de détentionnement toutes les 10 couches rechargées). Cette microdureté moyenne est cohérente avec celle mesurée dans les structures non détentionnées (Chapitre 3, 4). Cependant, les autres échantillons ont une microdureté moyenne plus faible que celle mesurée précédemment ($\sim 305 HV_{0.3}$ contre $\sim 322 HV_{0.3}$). On peut supposer que la réduction de la dureté est apparue du fait d'accumulation de chaleur lors du rechargement et du détentionnement plus intensif. Dans ces essais, on peut également noter l'effet de réduction de la dureté au début de rechargement qui est typique pour tous les essais de rechargement.

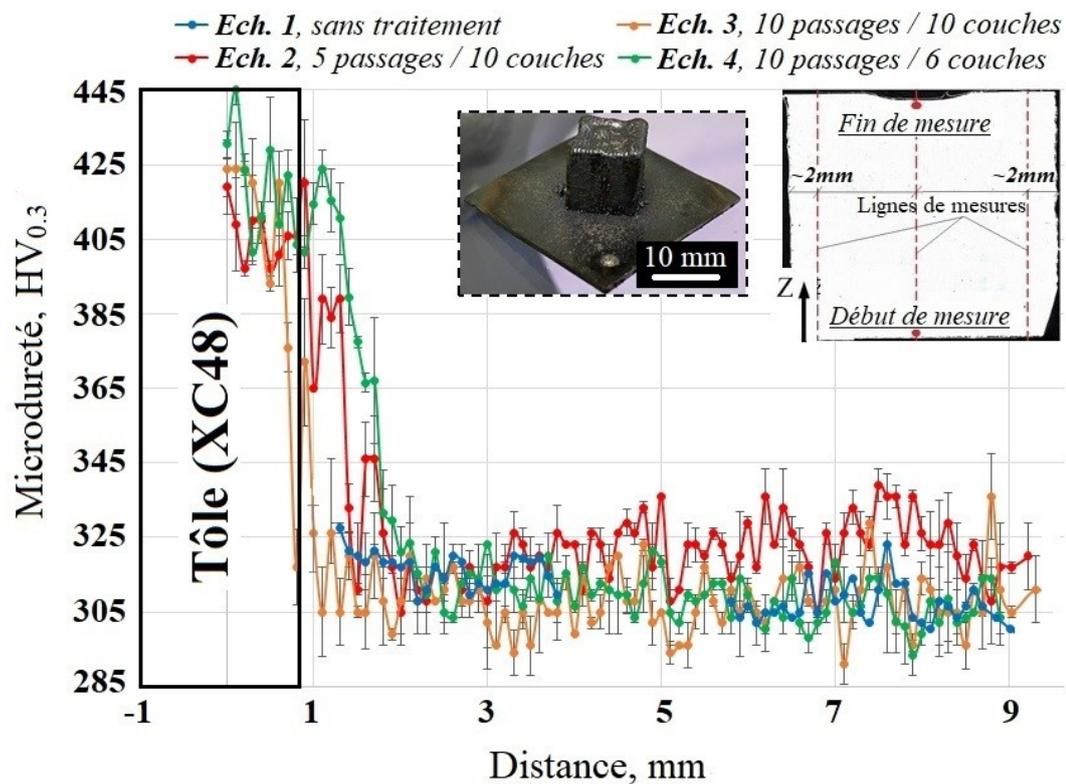


Figure 5.21 – Microdureté des cubes ($10 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$) en fonction des paramètres de détentionnement

L'échantillon volumineux (Ech. n°5) possède une distribution similaire de la microdureté. Suite à la réduction typique au début, la microdureté est assez homogène et s'estime au niveau de $\sim 321 \text{ HV}_{0.3}$ dans la première partie et de $\sim 310 \text{ HV}_{0.3}$ dans la deuxième (Figure 5.22). Il est clair qu'il y a un effet de cumul de chaleur dans la haute partie rechargée. Les mesures de la microdureté le long des axes de balayage/recouvrement (XY) n'ont pas révélé une hétérogénéité sensible de la dureté.

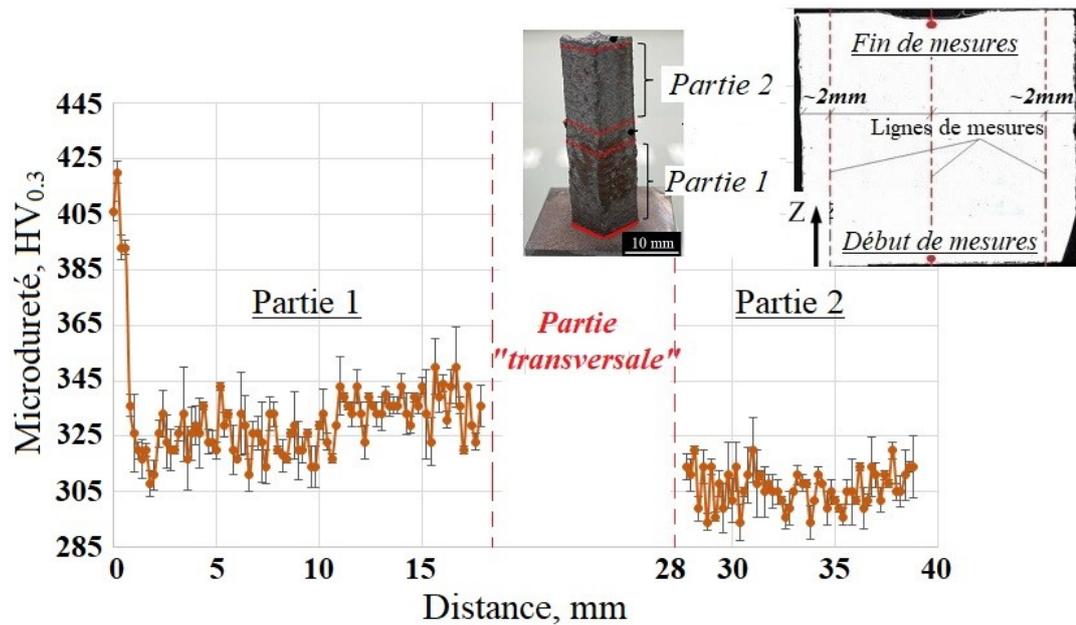


Figure 5.22 – Microdureté de l'échantillon long ($40 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$) en fonction des paramètres de détentionnement

Suite à l'analyse de la macrostructure, on peut conclure que le procédé de détentionnement n'influe pas sur l'homogénéité de la structure qui est assez dense. On peut noter qu'il n'y a pas de zones durcies ou de transitions nettes qui sont typiques du rechargement en plusieurs fois. Par exemple, les macrostructures de la partie « latérale » de l'échantillon n°2 et de la deuxième partie « transversale » (Ech. n°5) sont présentées (Figure 5.23 (a, b)). En plus, la taille moyenne des bains fondus proches des bords de l'échantillon et au centre est différente dans la macrostructure transversale. Ceci peut signifier que l'histoire thermique est différente au centre et proche des bords de l'échantillon. Particulièrement, on peut supposer que lors de rechargement, la chaleur est plus accumulée sur les bords en augmentant les dimensions du bain fondu et la dilution. Ce comportement peut être aussi observé sur la macrostructure latérale (Figure 5.23 (a))

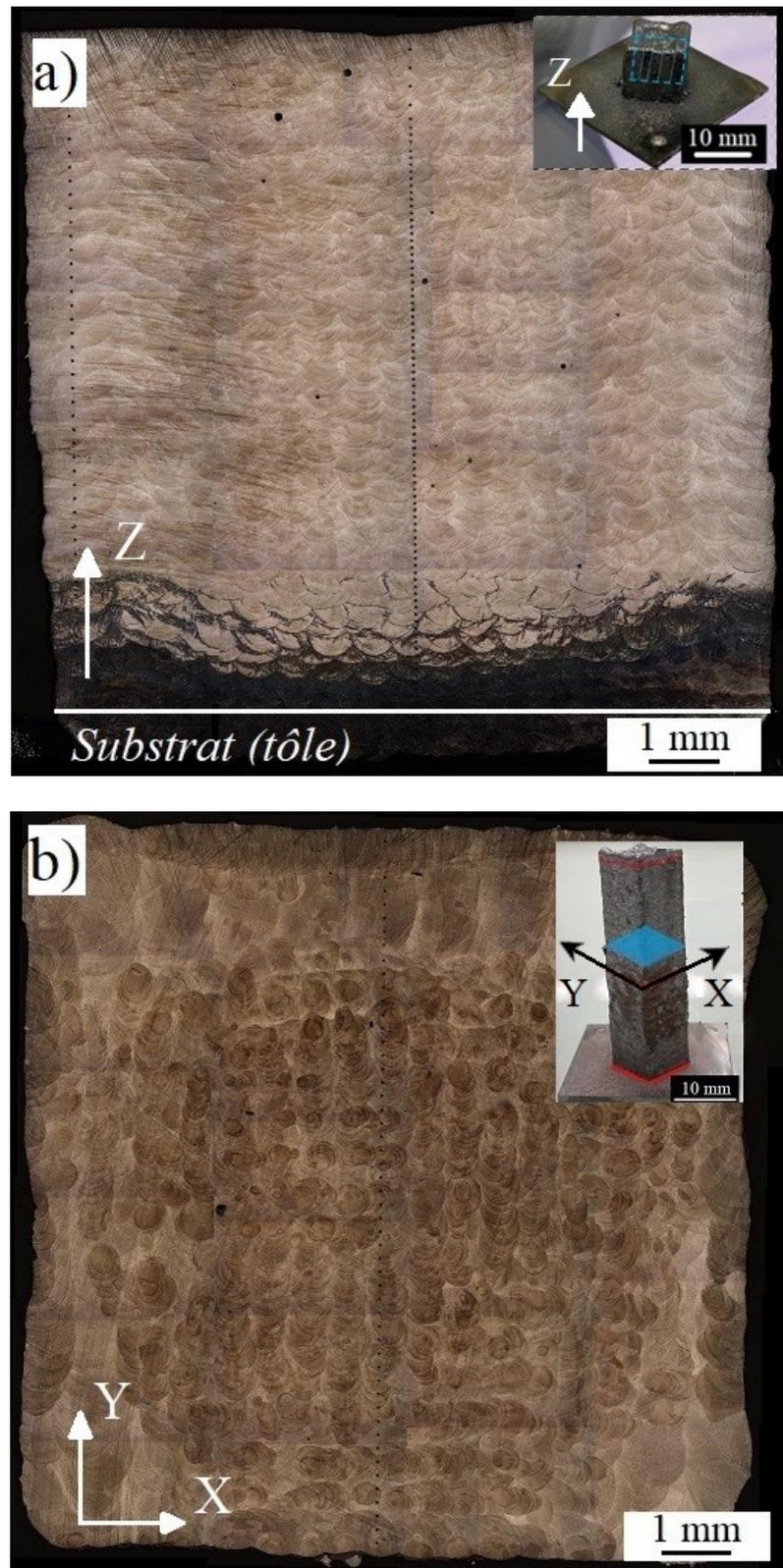


Figure 5.23 – Macrostructure de la partie « latérale » de l'échantillon n°2 (a) et de la partie « transversale » de l'échantillon n°5 (b)

La comparaison de la microstructure de l'échantillon non détentionné (Ech. 1) et de l'échantillon n°2 est présentée sur la Figure 5.24 (a, b). Elle a été analysée sur la partie centrale de

tous les échantillons. La structure principale est la même que celle déjà observée dans les échantillons rechargés en une seule fois ou dans les zones non durcies des échantillons rechargés en plusieurs fois. Elle consiste en des dendrites cellulaires et colonnaires qui peuvent traverser les bords de grains (croissance épitaxiale). La taille moyenne de dendrites semble constante et non impactée par le procédé de détentionnement.

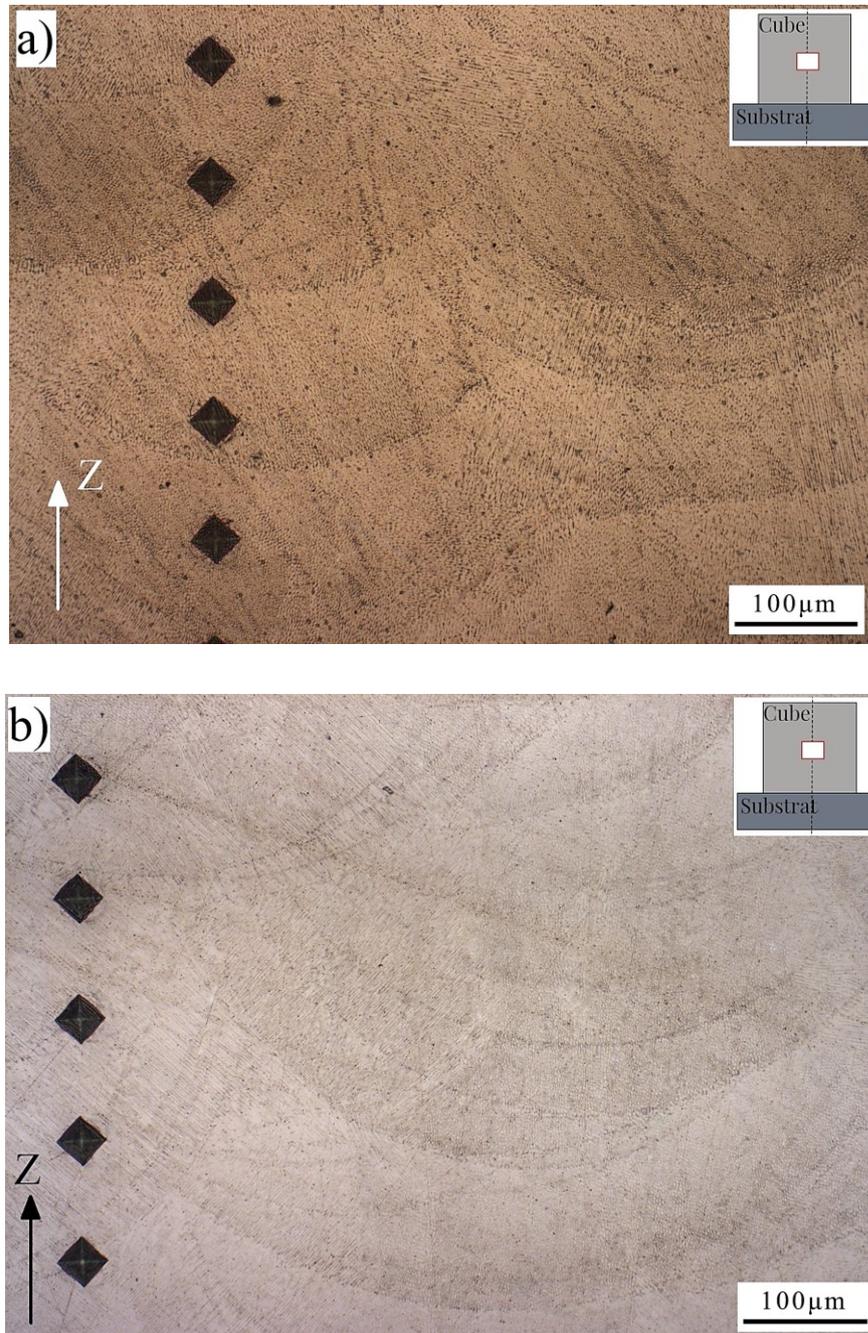


Figure 5.24 – Microstructure de la partie centrale de l'échantillon 1 non-traité (a) et de l'échantillon n°2 (b), grossissement x20

5.3 Modélisation du détentionnement sans refusion

Comme il a été constaté dans les paragraphes précédents, afin d'être cohérent avec les hypothèses posées lors des essais de fluage, le détentionnement laser ne doit pas induire la refusion d'un matériau en surface. Cela peut être assuré par une réduction de l'énergie de détentionnement E_{sd} (Eq. 5.5) et, notamment, de l'énergie surfacique Q_{sd} (Eq. 5.6). Particulièrement, il faut prévoir un diamètre du spot assez grand de quelques millimètres. Afin de conserver l'apport énergétique suffisant, la puissance doit être augmentée ou la vitesse doit être réduite. En théorie, la combinaison d'une haute puissance (ou d'une basse vitesse) avec un diamètre large, permet de chauffer un grand volume d'un matériau sans le fusionner. Il faut noter que, le détentionnement de pièces relativement petites, par exemple, de section carrée $10 \times 10 \text{ mm}^2$, implique le détentionnement avec un certain recouvrement entre deux passes consécutifs. Cela peut aussi assurer un chauffage homogène de tout le volume.

Dans le cadre du présent travail, les conditions de détentionnement sans fusion ont été progressivement trouvées suite à sa modélisation en combinant les paramètres différents. La géométrie pour le calcul numérique est la même que celle utilisée pour la modélisation précédente du détentionnement. Elle consiste en un substrat céramique ($40 \times 40 \times 10 \text{ mm}^3$), en tôle de XC48 ($30 \times 30 \times 1 \text{ mm}^3$) et en une structure à recharger et à détentionner de la section carrée $10 \times 10 \text{ mm}^2$. L'étude du détentionnement laser a été effectuée en utilisant 9 passes de chauffage avec une stratégie de type « aller-simple » suite au rechargement de 6 couches. Les températures résultantes ont été évaluées en surface de la structure rechargée ($Z = 1.0 \text{ mm}$) et sur la partie supérieure de la première couche ($Z = 0.2 \text{ mm}$).

Les résultats de la modélisation de détentionnement laser en utilisant le faisceau laser avec un grand spot, sont présentés sur la Figure 5.25. Pour avoir les conditions optimales du détentionnement, la puissance de 350 W, la vitesse de 2.5 mm/s et le diamètre du spot de 4 mm ont été trouvés. Ces paramètres correspondent à l'énergie de détentionnement E_{sd} de 35.0 J/mm^2 qui est proche de l'énergie de rechargement qui égale à 34.7 J/mm^2 . Par contre, la densité surfacique Q_{sd} du détentionnement est $\sim 28.0 \text{ W/mm}^2$ ce qui est presque 10 fois moins que celle du rechargement ($\sim 382 \text{ W/mm}^2$).

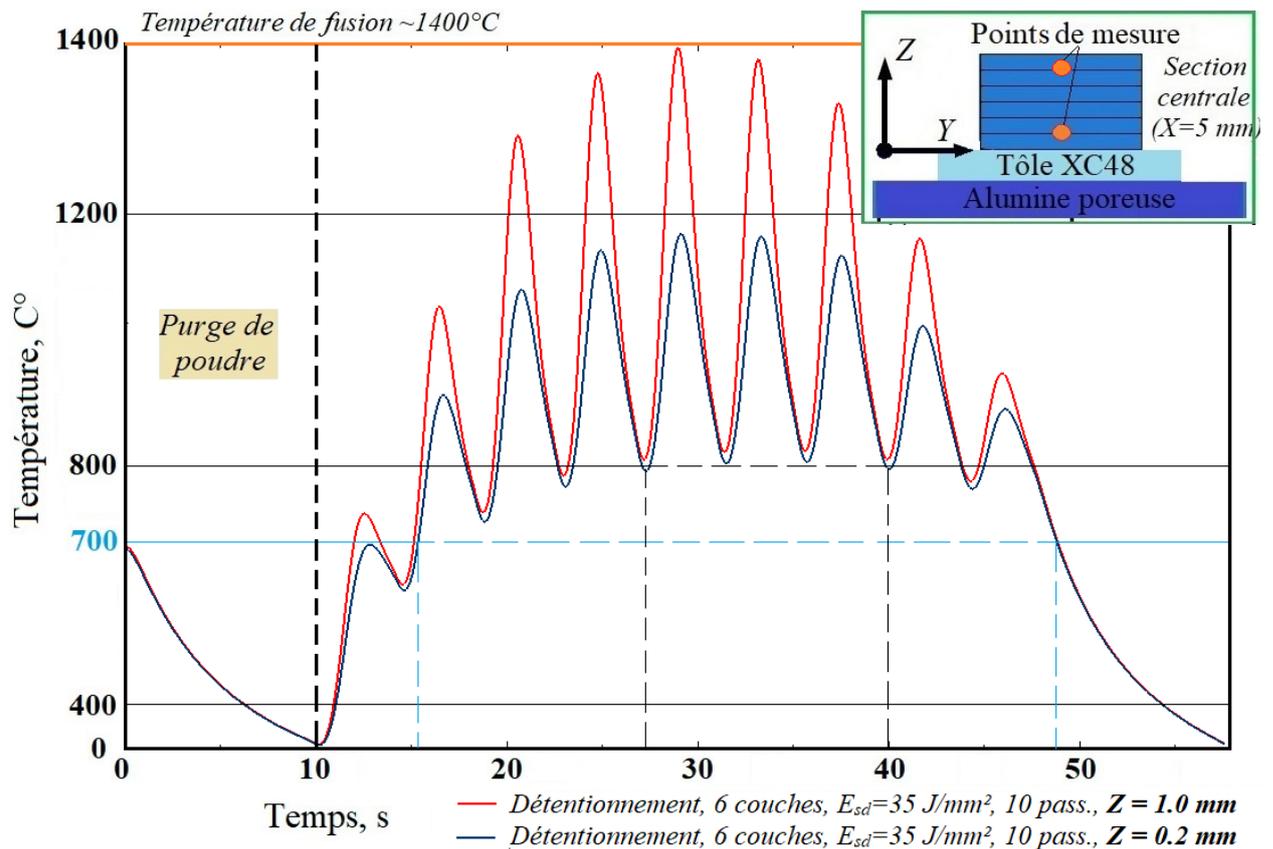


Figure 5.25 – Distribution des températures lors du détentionnement laser avec un spot laser de 4 mm et une énergie de 35 J/mm² à niveau dans l'échantillon

L'utilisation de la source laser avec un grand spot de 4 mm permet effectivement réaliser le détentionnement sans refusion en surface. Cela est possible grâce à l'énergie de détentionnement E_{sd} relativement haute combinée avec la densité surfacique Q_{sd} réduite. Particulièrement, le chauffage à 800 °C permet de détentionner le matériau rechargé (hauteur totale est 1.2 mm) pendant quelques secondes et à 700 °C pendant ~30 s. En plus, ces températures se maintiennent dans tout le volume rechargé. Il est à noter que, ce détentionnement peut être également effectué après toutes les 10 couches rechargées selon les résultats précédents.

5.4 Conclusions

Ce chapitre a été consacré à l'étude de relaxation de contraintes résiduelles qui sont importantes pour la tenue en fatigue de pièces rechargées. Ces contraintes peuvent être minimisées par l'optimisation du procédé de rechargement effectué dans le cadre des Chapitres 3 et 4. En plus, elles peuvent être encore réduites par le traitement de détentionnement laser qui fait le sujet du présent chapitre.

Afin d'avancer vers les essais de relaxation, il était nécessaire de définir le comportement mécanique de l'acier maraging, notamment, les paramètres de fluage. La température nécessaire pour les essais de fluage a été estimée par la modélisation du rechargement dans le Chapitre 4. Suite aux essais mécaniques, le modèle numérique a été créé et validé en utilisant les propriétés obtenues qui sont cohérentes avec celles issues de la littérature. Cependant, une autre modélisation thermique a été réalisée pour estimer les conditions de balayage lors du détentionnement. Cette modélisation rapide et pratique nous a permis d'estimer les champs thermiques pour différentes conditions de rechargement/détentionnement. Puis, les températures modélisées ont été comparées avec celles recommandées par les essais de fluage. Enfin, les conditions optimales ont été proposées pour les essais de rechargement/détentionnement laser en tenant compte du fait que le faisceau est trop focalisé dans notre machine. Quelques échantillons ont été rechargés avec et sans le détentionnement en faisant varier le nombre de passages de réchauffage et la fréquence. Tous les échantillons ont été ensuite analysés via des mesures de contraintes résiduelles, de microdureté et des analyses de microstructure. De plus, la modélisation additionnelle a été réalisée afin de trouver les conditions théoriques de détentionnement pour le cas où on posséderait un faisceau laser défocalisable avec un grand spot. Les travaux réalisés dans le cadre de ce chapitre ont permis de faire les conclusions suivantes :

- Les essais mécaniques ont fourni les propriétés d'un matériau qui ont été validées sur un modèle numérique et comparées avec celles de la littérature. Cependant, la modélisation du procédé de relaxation en utilisant le comportement de fluage est compliquée. La transition d'un modèle thermomécanique vers un modèle purement thermique a été ensuite effectuée. Les objectifs pour le procédé de relaxation étaient donc d'atteindre la température d'un volume du matériau et le temps de relaxation. La température doit être proche de 800 °C pendant un temps suffisant de 10 min pour avoir une réduction de 50 %;
- La modélisation thermique a prédit les conditions nécessaires pour le détentionnement. Notamment, l'utilisation d'un substrat isolant (Alumine poreuse) est nécessaire afin de réaliser la relaxation à la température définie. Concernant les paramètres de relaxation, nous avons obtenu la puissance de 300 W et la vitesse de 2.5 mm/s. La modélisation a également montré que le détentionnement sans fusionner le matériau en surface n'est pas possible sur la machine AMH-350. De plus, pour avoir l'effet du fluage dans un volume d'un matériau, il faut répéter le détentionnement au moins toutes les 10 couches. En comptant le temps ciblé de 10

min, cela peut drastiquement réduire la productivité de fabrication. Cependant, il est possible d'avoir une réduction de 20-30 % pendant le 20-30 s de détentionnement aux températures entre 700 et 800 °C;

- Les autres paramètres de détentionnement ont été vérifiés directement durant des essais de rechargement/relaxation. Il a été découvert, que le détentionnement le moins fréquent et le plus rapide est bénéfique pour réduire les contraintes résiduelles. Particulièrement, le détentionnement avec 5 passages de réchauffage appliquées toutes les 10 couches rechargées permet de réduire les contraintes de -600 MPa à -150 MPa environ sur la couche supérieure des échantillons;
- Les essais de détentionnement ont montré les résultats qui sont contraires à ceux prédits par les essais de fluage et la simulation numérique. Cela est dû au fait de la refusion de matériau pendant le détentionnement (les mesures ont été effectuées dans la partie refusionnée). Cette refusion est inévitable à cause des contraintes technologiques de la machine disponible. Dans notre cas, on suppose que la relaxation de contraintes vient plutôt du rechargement lui-même. Cela peut être vérifié par des mesures le long de la hauteur rechargée ;
- Pour mieux prédire l'effet de relaxation de contraintes par le fluage, les essais en utilisant le grand spot de faisceau laser sont nécessaires. En plus, l'amélioration de la simulation numérique est aussi recommandée. Par exemple, ceci concerne la modélisation de rechargement/détentionnement pendant assez longtemps. De plus, la modélisation peut être théoriquement réalisée en couplant les phénomènes thermiques et mécaniques (fluage, changements microstructuraux) ;
- Les échantillons soumis au détentionnement possèdent une microdureté assez homogène dans toutes les directions de rechargement. Les paramètres de relaxation n'influent sur la distribution de dureté ainsi que la microstructure. La microdureté de la plupart des échantillons est de l'ordre de 310-330 HV_{0.3}. Elle est proche de celle mesurée précédemment dans les échantillons non-traités. Cependant, il y a un effet de cumul de chaleur qui réduit la microdureté plus intensivement dans un échantillon détentionné, ainsi que dans la partie haute d'un grand échantillon ($H = 40$ mm). L'effet d'accumulation de chaleur doit être numériquement prédit dans toutes ces configurations ;

- La modélisation supplémentaire a montré une possibilité de réaliser le détentionnement sans fusion. Particulièrement, le faisceau laser avec un diamètre du spot de 4 mm est nécessaire. Les paramètres « optimaux » sont les suivants : la puissance est 350 W, la vitesse est 2.5 mm/s. Le détentionnement doit être réalisé avec 9 passes de chauffage toutes les 6-10 couches rechargées.

Conclusions et perspectives

Actuellement, les technologies additives de pièces en matériaux métalliques (LMD, SLM, EBM etc.) sont porteuses de perspectives très intéressantes. Elles offrent à l'industrie de nombreux avantages. La fabrication additive permet théoriquement d'obtenir des pièces très complexes en couplant la flexibilité et la précision du procédé, ainsi que des propriétés comparables à celles de pièces conventionnelles. Particulièrement, elles sont recommandées pour la fabrication de moules d'injection plastique du fait de la capacité à obtenir des canaux complexes pour refroidir la pièces plastique plus efficacement, et ainsi augmenter la cadence d'injection. Cependant, les technologies additives possèdent en réalité des inconvénients tels que la formation de contraintes résiduelles et induisent des rugosités qui sont très élevées. D'un autre côté, l'intégrité de surface de ces canaux (les contraintes résiduelles, la microstructure et la rugosité) génère des propriétés mécaniques incertaines ce qui pénalise la tenue en fatigue. Les travaux réalisés dans le cadre du projet OCIM 3D qui sont décrits dans ce manuscrit, visent à optimiser le procédé de fabrication additive en vue maîtriser la tenue fatigue des pièces imprimées par le procédé de rechargement coaxial (LMD). Ce manuscrit a été divisé en 5 chapitres afin de répondre progressivement à plusieurs objectifs.

Tout d'abord, l'étude bibliographique du rechargement de l'acier maraging 1.2709 a été réalisée. Cette étude inclut un aperçu des paramètres utilisables dans les technologies additives, notamment, dans le procédé de rechargement coaxial (LMD). De plus, cette étude s'est concentrée sur les propriétés des pièces rechargées qui définissent la tenue en fatigue. Tout d'abord, c'est la porosité qui doit être minimale possible. Puis, les contraintes résiduelles qui doivent être proches de zéro. Ensuite, la microstructure et la tenue en fatigue ont été analysées.

D'après la littérature, le rechargement LMD d'acier maraging peut être réalisé à basse énergie ($< 64.9 \text{ J/mm}^2$) ainsi qu'à haute énergie ($> 64.9 \text{ J/mm}^2$). Cette étude a montré que la fabrication additive (LMD, SLM) de l'acier maraging permet d'obtenir des pièces de haute densité ($> 99.8 \%$). Cependant, sauf en dehors de la densité de pièces rechargées, la littérature actuelle n'a pas d'informations sur les contraintes résiduelles et la tenue en fatigue de pièces rechargées. Concernant le procédé SLM, les contraintes résiduelles et la tenue en fatigue sont toujours loin d'un niveau acceptable.

Ensuite, nous avons défini les paramètres optimaux de rechargement LMD en travaillant sur des géométries simples de types cordons, puis sur des murs et enfin des cubes. Le critère

d'optimisation choisi a été le ratio d'aspect d'un simple cordon (le rapport de la largeur à la hauteur, $AR > 3$). Pour ces mesures, une approche rapide et pratique a été appliquée. Les profils de structures rechargées ont été scannés à l'aide de microscope confocal. Finalement, le rechargement à basse énergie ($< 64.9 \text{ J/mm}^2$) permet d'obtenir les structures avec une bonne précision et une haute productivité.

L'étude paramétrique visant à optimiser les contraintes résiduelles et la densité a été réalisée. Nous avons observé que, l'énergie et le recouvrement définissent les contraintes résiduelles et la densité. Le rechargement avec une énergie de 34.7 J/mm^2 , une densité de poudre de 12.0 g/dm^2 , un recouvrement de 30 % et une stratégie de remplissage de type « aller-retour + 90° » permettent d'obtenir la meilleure densité ($> 99.8 \%$) et des contraintes résiduelles minimales en surface supérieure ($\sim 300 \text{ MPa}$). Cependant, notre étude paramétrique ne tenait pas compte la dilution entre deux cordons consécutifs et entre cordon et substrat.

L'analyse de la microdureté et de la microstructure a été également effectuée. La distribution de la microdureté est contraire à celle de la littérature. La dureté élevée au début de rechargement ($\sim 380 \text{ HV}_{0.3}$) provient de l'effet de trempe. L'épaisseur durcie dépend de l'apport énergétique local. Elle est maximale pour l'énergie et le recouvrement minimaux. La microstructure est typique des procédés de rechargement et consiste en des dendrites colonnaires et cellulaires. Les paramètres du rechargement n'ont aucun impact visible sur la formation de dendrites et son emplacement dans un volume de matériau. La formation possible de précipités, prédite par certains chercheurs, doit être vérifiée par les moyens de DRX au niveau nanométrique.

La troisième étape du manuscrit a eu pour objectif de vérifier les paramètres optimaux sur les structures de plus grandes dimensions (jusqu'à 60 mm de la hauteur) rechargées sans interruption de la machine. Il a été montré qu'il est possible de maintenir un haut niveau de densité et de maintenir une distribution de dureté identique dès lors que le processus de dépôt reste constant. Cependant, l'arrêt de la machine induit une hétérogénéité de la microstructure et de la microdureté. Particulièrement, chaque arrêt de la machine et reprise du rechargement, induit une croissance de la dureté jusqu'à $410 \text{ HV}_{0.3}$ après 18 mm et jusqu'à $510 \text{ HV}_{0.3}$ après 90 mm de rechargement. De plus, une variation de la stratégie de rechargement impacte la tenue en fatigue. Nous supposons que le rechargement en une seule fois semble plus bénéfique vis-à-vis de la tenue en fatigue. Cependant, la limite d'endurance demeure toujours plus faible que celle de pièces forgées.

La simulation numérique du rechargement LMD a été également développée afin d'évaluer les champs thermiques. Ainsi, la formation de précipités suite à l'arrêt de la machine peut être prédite en tenant compte du diagramme de phases de l'acier maraging. Cependant, cette simulation doit être effectuée pendant plus longtemps. De plus, l'apparition des précipités doit être confirmée par une analyse optique avancée (DRX). Cela concerne également une distribution de phases primaires qui peut être estimée. De plus, il reste l'hypothèse de la formation de davantage de martensite dans les zones à refroidissement rapide.

La dernière étape avait pour objectif d'évaluer et d'optimiser une méthode de relaxation des contraintes résiduelles. Dans notre cas, nous avons choisi une approche de détentionnement par la source laser sur la même machine de fabrication. L'analyse de la relaxation de contraintes a été réalisée à l'aide des essais de fluage / détentionnement et leurs simulations numériques associées. Ils ont permis de souligner les conditions nécessaires pour le détentionnement laser qui doit être économiquement raisonnable. La relaxation de contraintes de 20-30 % est possible à la suite du chauffage de la masse rechargée jusqu'aux 700...800 °C et le maintien pendant 20...30 s. De plus, il faut éviter la fusion de matériau en surface. Pour réaliser ce procédé, le rechargement / détentionnement doit être effectué sur un substrat isolant qui bloque l'évacuation de chaleur et le détentionnement doit être appliqué toutes les 10 couches rechargées. Un faisceau défocalisé de diamètre large (par exemple, 4 mm) est aussi nécessaire afin de ne pas fusionner la surface.

Dans le cadre du présent travail, nous n'avons pas la possibilité de défocaliser le faisceau laser sur notre machine AMH-350. Par conséquent, le procédé de détentionnement laser a été réalisé avec la refusion de matériau en surface. L'effet de relaxation est donc contraire à celui prédit par la simulation et les essais de fluage. Particulièrement, le détentionnement le moins fréquent et le plus rapide est bénéfique pour réduire les contraintes résiduelles. Dans notre cas, il était possible d'estimer la relaxation issue du procédé de rechargement lui-même en mesurant les contraintes tout au long de la hauteur.

Malgré les arrêts de la machine pour la purge de poudre, la microdureté est assez homogène dans toutes les directions de rechargement. Elle est proche de celle mesurée précédemment dans les échantillons non-traités (~310-330 HV_{0.3}). Cependant, il y a un effet de cumul de chaleur qui réduit la microdureté dans un échantillon détentionné plus intensivement, ainsi que dans la partie haute d'un grand échantillon (de ~330 HV_{0.3} à ~310 HV_{0.3}). Cet effet doit être numériquement simulé pendant plus longtemps que ce que nous avons déjà fait. En plus, la tenue en fatigue de pièces rechargées et détentionnées doit être étudiée.

Annexe 1 – Résultats d’ANOVA, groupe « basse-énergie »

Tableau A.1 – Résultats de l’analyse de variance, groupe « basse-énergie », hauteur H

Source	Degrés de liberté, DL	Somme des carrés, SC	Carrés moyens, CM	Valeur F	Valeur P	Valeur R^2
Puissance	2	0.0040	0.0020	29.26	0.001	
Vitesse	2	0.0701	0.0350	527.60	0.000	
Débit de poudre	2	0.1048	0.0524	788.68	0.000	98.38%
Erreur	74	0.0037	0.0001	-	-	
Total	80	0.1826	-	-	-	

Tableau A.2 – Résultats de l’analyse de variance, groupe « basse-énergie », largeur W

Source	Degrés de liberté, DL	Somme des carrés, SC	Carrés moyens, CM	Valeur F	Valeur P	Valeur R^2
Puissance	2	0.0388	0.0194	54.87	0.000	
Vitesse	2	0.0454	0.0227	64.27	0.000	
Débit de poudre	2	0.0123	0.0061	17.38	0.001	88.22%
Erreur	74	0.0198	0.0004	-	-	
Total	80	0.1163	-	-	-	

Tableau A.3 – Résultats de l’analyse de variance, groupe « basse-énergie », ratio d’aspect AR

Source	Degrés de liberté, DL	Somme des carrés, SC	Carrés moyens, CM	Valeur F	Valeur P	Valeur R^2
Puissance	2	2.841	1.421	5.93	0.005	
Vitesse	2	72.247	36.124	150.72	0.000	
Débit de poudre	2	128.835	64.418	268.77	0.000	95.01%
Erreur	74	13.422	0.240	-	-	
Total	80	217.345	-	-	-	

Bibliographie

- [AKB2011] AKBARZADEH I., SATTARI-FAR I., SALEHI M.. Numerical and experimental study of the effect of short-term and long-term creep modeling in stress relaxation of a multi-pass welded austenitic stainless steel pipe. *Materials Science & Engineering A*, 2011, 528, p. 2118-2127, doi.org/10.1016/j.msea.2010.11.043;
- [AMP2019] Additive Manufacturing Market. *AMPOWER Report*, 2019, <https://additive-manufacturing-report.com/additive-manufacturing-market>;
- [ANS2019] ANSARI M., MOHAMADIZADEH A., HUANG Y.. Laser directed energy deposition of water-atomized iron powder: Process optimization and microstructure of single-tracks. *Optics and Laser Technology*, 2019, 112, p. 485-493, doi.org/10.1016/j.optlastec.2018.11.054;
- [BAI2019] BAI Y., WANG D., YANG Y., WANG H.. Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of maraging steel by selective laser melting. *Materials Science & Engineering A*, 2019, 760, p. 105-117, doi.org/10.1016/j.msea.2019.05.115;
- [BAN2017] BANERJEE M. K.. Heat Treatment of Commercial Steels for Engineering Applications, *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*, 2016, p. 180-214, doi.org/10.1016/B978-0-12-803581-8.09190-6;
- [BEC2016] BECKER T. H., DIMITROV D.. The achievable mechanical properties of SLM produced Maraging Steel 300 components. *Rapid Prototyping Journal*, 2016, vol. 22, p. 2-20, doi.org/10.1108/RPJ-08-2014-0096;
- [BEL2012] BELASSEL M.. Residual stress measurement using X-ray diffraction techniques, guidelines and normative standards. *SAE International Journal of Material Manufacturing*, 2012 5(2), p. 352-356, doi.org/10.4271/2012-01-0186;
- [BEL2013] VAN BELLE L., VANSTEENKISTE G., BOYER J.-C.. Comparisons of numerical modelling of the Selective Laser Melting, *Key Engineering Materials, Trans Tech Publications*, 2013, p. 1067-1072, doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.504-506.1067;

- [BER2007] BERTRAND P., BAYLE F., COMBE C.. Ceramic components manufacturing by selective laser sintering. *Applied Surface Science*, 2007, vol. 254 (4), p. 987-992, doi.org/10.1016/j.apsusc.2007.08.085;
- [BER2012] BERMAN B. 3-D printing: The new industrial revolution. *Business Horizons*, 2012, vol. 55, p. 155–162, doi.org/10.1016/j.bushor.2011.11.003;
- [BHA2018] BHARDWAJ T., SHUKLA M.. Effect of laser scanning strategies on texture, physical and mechanical properties of laser sintered maraging steel, *Materials Science & Engineering A*, 2018, 734, p. 102-109, doi.org/10.1016/j.msea.2018.07.089;
- [BLA1892] BLANTHER J.. Manufacture of contour relief-maps. US Patent 473,901. 8, 1892;
- [BOI2012] BOISSELIER D., SANKARE S.. Influence of powder characteristics in laser direct metal deposition of SS316L for metallic parts manufacturing. *Physics Procedia*, 2012, 39, p. 455-463, doi.org/10.1016/j.phpro.2012.10.061;
- [BRA2021] BRANCO R., COSTA J. D., CAPELA C.. Multiaxial fatigue behaviour of maraging steel produced by selective laser melting, *Materials and Design*, 2021, 201, p. 1-17, doi.org/10.1016/j.matdes.2021.109469;
- [BRU2021] BRUZZO F., CATALANO G., PREVITALI B.. Surface finishing by laser re-melting applied to robotized laser metal deposition, *Optics and Lasers in Engineering*, 2021, 137, p. 1-13, doi.org/10.1016/j.optlaseng.2020.106391;
- [BRA2018] BRANCO R., COSTA J. D., BERTO F.. Low-Cycle Fatigue Behaviour of AISI 18Ni300 Maraging Steel Produced by Selective Laser Melting. *Metals*, 2018, 8, 32, p. 1-5, doi.org/10.3390/met8010032;
- [CAM2009] CAMPANELLI S. L., CONTUZZI N., LUDOVICO A. D.. Manufacturing of 18 Ni Maraging 300 steel samples by selective laser melting, *Advanced Materials Research*, 2009, vol. 83-86, p. 850-857, doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.83-86.850;
- [CAM2011] CAMPBELL T., WILLIAMS C., IVANOVA O., GARETT B.. Could 3D Printing Change the World? Technologies, Potential, and Implications of Additive Manufacturing. *Technology & Innovation*, 2011, p. 1-16, Atlantic Council, <https://www.atlanticcouncil.org/>;

- [CAM2012] CAMPBELL I., BOURELL D., GIBSON I.. Additive manufacturing: rapid prototyping comes of age. *Rapid Prototyping Journal*, 2012, vol. 18, iss. 4, p. 255-258, doi.org/10.1108/13552541211231563;
- [CAM2015] CAMPANELLI S. L., SIGNIRILE C. G.. Free-form fabrication of steel parts by multi-layer laser cladding. *Proceedings Lasers in Manufacturing Conference*, 2015, p. 1-9;
- [CAS2015] CASALINO G., CAMPANELLI S. L., CONTUZZI N.. Experimental investigation and statistical optimization of the selective laser melting process of a maraging steel. *Optics & Laser Technology*, 2015, vol. 65, p. 151-158, doi.org/10.1016/j.optlastec.2014.07.021;
- [CAS2016] CASATI R., LEMKE J. N., TUISSI A.. Aging Behaviour and Mechanical Performance of 18-Ni 300 Steel Processed by Selective Laser Melting. *Metals*, 2016, 6, 218, p. 11-20, doi.org/10.3390/met6090218;
- [CHA2018] CHAKRAVARTHI K., KOUNDINYA N.. Microstructure, properties and hot workability of M300 grade maraging steel. *Defence Technology*, 2018, 14, p. 51-58, doi.org/10.1016/j.dt.2017.09.001;
- [CHA2019] CHABOT A., RAUCH M., HASCOËT J.-Y.. Towards a multi-sensor monitoring methodology for AM metallic processes, *Welding In The World*, 2019, p. 759-769, doi.org/10.1007/s40194-019-00705-4;
- [CHA2021] CHAO Q., THOMAS S., BIRBILIS N., CIZEK P.. The effect of post-processing heat treatment on the microstructure, residual stress and mechanical properties of selective laser melted 316L stainless steel, *Materials Science & Engineering A*, 2021, 821, p. 1-13, doi.org/10.1016/j.msea.2021.141611;
- [CHE2005] CHEN Z., TURNG L-S. A Review of Current Developments in Process and Quality Control for Injection Molding. *Advances in Polymer Technology*, 2005, vol. 24, no. 3, p. 165-182, doi.org/10.1002/adv.20046;
- [CHE2018] CHEN B., HUANG Y., GU T., TAN C.. Investigation on the process and microstructure evolution during direct laser metal deposition of 18Ni300. *Rapid Prototyping Journal*, Emerald publishing, 2018, p. 964-972, doi.org/10.1108/RPJ-01-2018-0022;

- [CHE2019] CHEN C., YIN J., ZHU H., XIAO Z.. Effect of overlap rate and pattern on residual stress in selective laser melting. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 2019, 145, p. 1-16, doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2019.103433;
- [CHO2014] CHOMIENNE V.. Etude de l'impact du tournage finition de l'acier 15-5PH sur la tenue en fatigue en flexion rotative, *Thèse Doctorat*, 2014, INSA Lyon, <http://theses.insa-lyon.fr/publication/2014ISAL0105/these.pdf>;
- [CHO2021] CHO S., SHIN G., SHIM D.. Effect of laser remelting on the surface characteristics of 316L stainless steel fabricated via directed energy deposition, *Journal of Materials Research and Technology*, 2021, 15, p. 5814-5832, doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.11.054;
- [CON2019] CONDE F., ESCOBAR J., OLIVIERA J., JARDINI A.. Austenite reversion kinetics and stability during tempering of an additively manufactured maraging 300 steel. *Additive Manufacturing*, 2019, 29, p. 192-201, doi.org/10.1016/j.addma.2019.100804;
- [CRO2018-1] CROCCOLO D., DE AGOSTINIS M., FINI S.. Fatigue Response of as Built DMLS Processed Maraging Steel and Effects of Machining, Heat and Surface Treatments. *Proceedings IRF2018: 6th International Conference Integrity-Reliability-Failure*, 2018, 165, p. 1-20, doi.org/10.3390/met8070505;
- [CRO2018-2] CROCCOLO D., DE AGOSTINIS M., FINI S.. Sensitivity of direct metal laser sintering Maraging steel fatigue strength to build orientation and allowance for machining. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 2018, 42, p. 1-13, doi.org/10.1111/ffe.12917;
- [DAM2019] DAMON J., HANEMANN T., DIETRICH S., GRAF G.. Influence of defects on axial fatigue strength of maraging steel specimens produced by additive manufacturing. *MATEC Web of Conferences*, 2018, 165, p. 395-402, doi.org/10.1051/mateconf/201816502005;
- [DEC1989] DECKARD C. R.. Method and apparatus for producing parts by selective sintering, *US patent 4,863,538*. 8, 1989;
- [DEM2017] DEMIR A. G., PREVITALI B.. Investigation of remelting and preheating in SLM of 18Ni300 maraging steel as corrective and preventive measures for porosity reduction, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2018, 93, p. 2697-2709, doi.org/10.1007/s00170-017-0697-z;

- [DIM2005] DIMLA D. E., CAMILOTTO M., MIANI F. Design and optimisation of conformal cooling channels in injection moulding tools. *Journal of Materials Processing Technology*, 2005, vol. 164-165, p. 1294-1300, doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2005.02.162;
- [DIX1948] DIXON W., MOOD A.. A Method for Obtaining and Analyzing Sensitivity Data. *Journal of the American Statistical Association*, 1948, vol. 43, no. 241, p. 109–126;
- [DRA1986] DRAPER C., MAZZOLDI P.. Laser Surface Treatment of Metals. *NATO ASI Series E: Applied Sciences*, 1986, no. 115;
- [DUL2012] DULEBA B., GRESKOVIC F. Conformal cooling for plastics injection moulding. *Strojar*, 2012, p. 1-5, <http://www.it-strojar.sk/articles/00016.pdf>;
- [DU2018] DU W., BAI Q., ZHANG B.. Machining characteristics of 18Ni-300 steel in additive/subtractive hybrid manufacturing, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2018, 95, p. 2509–2519, doi.org/10.1007/s00170-017-1364-0;
- [ELA2020] ELANGESWARAN C., GURUNG K., KOCH R.. Post-treatment selection for tailored fatigue performance of 18Ni300 maraging steel manufactured by laser powder bed fusion. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 2020, vol. 43, p. 2359-2376, doi.org/10.1111/ffe.13304;
- [ENG2017] ENGSTRÖM S. A review of the MIM process and its optimization, *PhD Thesis*, 2017, Arcada, p. 1-67;
- [FEL2021] FELDHAUSEN T., RAGHAVAN N.. Mechanical properties and microstructure of 316L stainless steel produced by hybrid manufacturing, *Journal of Materials Processing Tech.*, 2021, 290, p. 1-15, doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2020.116970;
- [FEN2021] FENG S., KAMAT A. M., PEI Y.. Design and fabrication of conformal cooling channels in molds: Review and progress updates. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 2021, vol. 171, p. 1-28, doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2021.121082;
- [FER2016] FERREIRA J. A., SANTOS L. M., COSTA J. M.. Assessment of the fatigue life on functional hybrid laser sintering steel components, *Procedia Structural Integrity 1*, 2016, p. 126-133, doi.org/10.1016/j.prostr.2016.02.018;

- [FRA2014] FRAZIER W.. Metal Additive Manufacturing: A Review. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2014, vol. 23 (6), p. 1917-1928, doi.org/10.1007/s11665-014-0958-z;
- [GER2012] GERMAN R. M. Metal powder injection molding (MIM): key trends and markets. Handbook of Metal Injection Molding, *Woodhead Publishing Series in Metals and Surface Engineering*, 2012, p. 1-25, doi.org/10.1533/9780857096234.1;
- [GIB2015] GIBSON I., ROSEN D., STUCKER B.. Additive Manufacturing Technologies. 3D Printing, Rapid Prototyping, and Direct Digital Manufacturing. *Springer-Verlag US 2010*, 2015, p. 1-474, doi.org/10.1007/978-1-4419-1120-9;
- [GOR2022] GORNYAKOV V., DING J., SUN Y., WILLIAMS S.. Understanding and designing post-build rolling for mitigation of residual stress and distortion in wire arc additively manufactured components, *Materials & Design*, 2022, 213, p. 1-17, doi.org/10.1016/j.matdes.2021.110335;
- [GUN2018] GÜNTHER J., LEUDERS S., KOPPA P.. On the effect of internal channels and surface roughness on the high-cycle fatigue performance of Ti-6Al-4V processed by SLM, *Materials and Design*, 2018, 143, p. 1-11, doi.org/10.1016/j.matdes.2018.01.042;
- [GUO2018] GUO W., SUN R., SONG B., ZHU Y., LI F., CHE Z.. Laser shock peening of laser additive manufactured Ti6Al4V titanium alloy, *Surface & Coatings Technology*, 2018, 349, p. 503-510, doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.06.020;
- [HAL2019] HALEEM A., JAVAID M.. Additive Manufacturing Applications in Industry 4.0: A Review. *Journal of Industrial Integration and Management*, 2019, vol. 4, no. 4, p. 1-23, doi.org/10.1142/S2424862219300011;
- [HAN2020] HAN S., SALVATORE F., RECH J., BAJOLET J.. Effect of abrasive flow machining (AFM) finish of selective laser melting (SLM) internal channels on fatigue performance, *Journal of Manufacturing Processes*, 2020, vol. 59, p. 248-257, doi.org/10.1016/j.jmapro.2020.09.065;
- [HON2007] HON K. K.. Digital Additive Manufacturing: From Rapid Prototyping to Rapid Manufacturing. *Proceedings of the 35th International MATADOR Conference*, 2007, Springer, London, p. 337-341, doi.org/10.1007/978-1-84628-988-0_76;

- [HOR2011] HOR A.. Simulation physique des conditions thermomécaniques de forgeage et d'usinage : caractérisation et modélisation de la rhéologie et de l'endommagement, *Thèse Doctorat*, 2011, Arts et Métiers ParisTech, <https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00593068>;
- [JAG2017] JÄGLE E., SHENG Z., KÜRNSTEINER P., OCYLOK S.. Comparison of Maraging Steel Micro- and Nanostructure Produced Conventionally and by Laser Additive Manufacturing. *Materials*, 2017, 10, 8, p. 1-15, doi.org/10.3390/ma10010008;
- [JU2018] JU. J., ZHOU Y., KANG M., WANG J.. Optimization of Process Parameters, Microstructure, and Properties of Laser Cladding Fe-Based Alloy on 42CrMo Steel Roller, *Materials*, 2018, 11, p. 1-15, doi.org/10.3390/ma11102061;
- [JUN2015] JUNKER D., HENTSCHEL O., SCHMIDT M.. Qualification of laser based additive production for manufacturing of forging Tools. *MATEC Web of Conferences*, 2015, 21, p. 1-7, doi.org/10.1051/mateconf/20152108010;
- [KA2015] KASPEROVICH G., HAUSMANN J.. Improvement of fatigue resistance and ductility of TiAl6V4 processed by selective laser melting, *Journal of Materials Processing Technology*, 2015, 220, p. 202-214, doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2015.01.025;
- [KAN2020] KANBUR B. B., SUPING S., DUAN F. Design and optimization of conformal cooling channels for injection molding: a review. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2020, 106, p. 3253-3271, doi.org/10.1007/s00170-019-04697-9;
- [KAR2016] KARG M., HENTSCHEL O., AHUJA B., JUNKER D.. Comparison of process characteristics and resulting microstructures of maraging steel 1.2709 in Additive Manufacturing via Laser Metal Deposition and Laser Beam Melting in Powder Bed. *6th International Conference on Additive Technologies*, 2016, p. 39-51;
- [KAS2015] KASHYAP S., DATTA D. Process parameter optimization of plastic injection molding: a review. *International Journal of Plastics Technology*, 2015, 19, p. 1-18, doi.org/10.1007/s12588-015-9115-2;
- [KEM2011] KEMPEN K., YASA E., KRUTH J.-P.. Microstructure and mechanical properties of Selective Laser Melted 18Ni-300 steel, *Physics Procedia*, 2011, vol. 12, p. 255-263, doi.org/10.1016/j.phpro.2011.03.033;

- [KLU2018] KLUCZYNSKI J., SNIEZEK L., GRZELAK K.. The influence of exposure energy density on porosity and microhardness of the SLM additive manufactured elements, *Materials*, 2018, 44, p. 1-10, doi.org/10.3390/ma11112304;
- [KOB2001] KOBRYN P., SEMIATIN S.. Mechanical Properties of Laser-Deposited Ti-6Al-4V, *International Solid Freeform Fabrication Symposium*, 2001, p. 179-187, doi.org/10.26153/tsw/3261;
- [KOD1981] KODAMA H.. Automatic method for fabricating a threedimensional plastic model with photo hardening polymer. *Review of Scientific Instruments*, 1981, vol. 52, p. 1770-1774, doi.org/10.1063/1.1136492;
- [KOE2021] KOENIS T., VAN DEN BRINK W., BOSMAN M.. Full process chain simulation of the (wire-based) laser metal deposition process towards fatigue life prediction. *Procedia Structural Integrity*, 2021, 34, p. 235-246, doi.org/10.1016/j.prostr.2021.12.034;
- [KOU2018] KOUTIRI I., PESSARD E., PEYRE P., AMLOU O.. Influence of SLM process parameters on the surface finish, porosity rate and fatigue behavior of as-built Inconel 625 parts, *Journal of Materials Processing Tech.*, 2018, 255, p. 536-546, doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2017.12.043;
- [KRU2005] KRUTH J. P., MERCELIS P., VAN VAERENBERGH J.. Binding mechanisms in selective laser sintering and selective laser melting. *Rapid Prototyping Journal*, 2005, 11/1, p. 26-36, doi.org/10.1108/13552540510573365;
- [KUC2019] KUCEROVA L., ZETKOVA I, JANDOVA A.. Microstructural characterisation and in-situ straining of additive manufactured X3NiCoMoTi 18-9-5 maraging steel. *Materials Science & Engineering A*, 2019, 750, p. 70-80, doi.org/10.1016/j.msea.2019.02.041;
- [KUR2017] KÜRNSTEINER P., WILMS M. B., WEISHEIT A.. Massive nanoprecipitation in an Fe-19Ni-xAl maraging steel triggered by the intrinsic heat treatment during laser metal deposition. *Acta Materialia*, 2017, 129, p. 52-60, doi.org/10.1016/j.actamat.2017.02.069;
- [LAZ2010] LAZOV L., ANGELOV N.. Physical Model About Laser Impact on Metals and Alloys. *Contemporary Materials*, 2010, I-2, p. 124-128, doi.org/10.5767/anurs.cmat.100102.en.114L;

- [LEE2017] LEE H., LIM C., LOW M., THAM N.. Lasers in Additive Manufacturing: A Review. *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing-Green Technology*, 2017, vol. 4, no. 3, p. 307-322, doi.org/10.1007/s40684-017-0037-7;
- [LEE2020] LEE H., JEONG H., SEO S., YUN D.. Influence of Segregation on Microstructure and Hot Workability of Grade 250 Maraging Steel. *Metals and Materials International*, 2020, p. 691-704, doi.org/10.1007/s12540-020-00771-0;
- [LES2004] LESPRIER T., MOGNOL P., FURET B., HASCOET J.-Y.. A new method of prototypes and dies manufacturing, *Journal of Engineering Manufacture*, 2004, 218, p. 1423-1428, doi.org/10.1243/0954405042323478;
- [LEU2014] LEUDERS S., LIENEKE T., LAMMERS S.. On the fatigue properties of metals manufactured by selective laser melting – the role of ductility, *Journal of Material Resistance*, 2014, 29, p. 1911–1919, doi.org/10.1557/jmr.2014.157;
- [LEU2019] LEUNG C. L., MARUSSI S., TOWRIE M.. The effect of powder oxidation on defect formation in laser additive manufacturing, *Acta Materialia*, 2019, 166, p. 294-305, doi.org/10.1016/j.actamat.2018.12.027;
- [LI2018] LI C., LIU Z., FANG X., GUO Y.. Residual Stress in Metal Additive Manufacturing. *Procedia CIRP*, 2018, vol. 71, p. 348-353, doi.org/10.1016/j.procir.2018.05.039;
- [LIU2019] LIU Y., LIU C., LIU W., MA Y., TANG S.. Optimization of parameters in laser powder deposition AlSi10Mg alloy using Taguchi method. *Optics and Laser Technology*, 2019, 111, p. 470-480, doi.org/10.1016/j.optlastec.2018.10.030;
- [LU2021] LU X., CHIUMENTI M., CERVERA M., LI J.. Substrate design to minimize residual stresses in Directed Energy Deposition AM processes, *Materials and Design*, 2021, 202, p. 1-14, doi.org/10.1016/j.matdes.2021.109525;
- [MAJ2017] MAJUMDAR J., MANNA I.. Laser-Assisted Fabrication of Materials. *Springer*, 2017, p. 513, doi.org/10.1007/978-3-642-28359-8;
- [MAR2014] MARQUES S., FAGALI DE SOUZA A., ROBERTO DE MIRANDA J.. Evaluating the conformal cooling system in moulds for plastic injection by CAE simulation. *ICIT & MPT Proceedings*, 2014, p. 1-8;

[MAR2020] Injection Molded Plastics Market Size – Market Research Report. *Fortune Business Insights*, 2020, <https://www.fortunebusinessinsights.com/injection-molded-plastics-market-101970>;

[MAR2021] Injection Molded Plastics Market Size, Share & Trends Analysis Report By Raw Material, By Application, By Region, And Segment Forecasts, 2021 – 2028 – Market Research Report. *Grand View Research*, 2021, <https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/injection-molded-plastics-market>;

[MAY2005] MAYER S. Optimized mould temperature control procedure using DMLS. *EOS Whitepaper*, 2005, <https://www.3dimpuls.com>;

[MEN2017] MENEGHETTI G., RIGON D., COZZI D.. Influence of build orientation on static and axial fatigue properties of maraging steel specimens produced by additive manufacturing. *Procedia Structural Integrity*, 2017, vol. 7, p. 149-157, doi.org/10.1016/j.prostr.2017.11.072;

[MEN2019] MENEGHETTI G., RIGON D., GENNARI C.. An analysis of defects influence on axial fatigue strength of maraging steel specimens produced by additive manufacturing. *Procedia Structural Integrity*, 2019, 118, p. 54-64, doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.08.034;

[MER2006] MERCELIS P., KRUTH J. P.. Residual stresses in selective laser sintering and selective laser melting. *Rapid Prototyping Journal*, 2006, 12/5, p. 254-266, doi.org/10.1108/13552540610707013;

[MOO2018] MOONEY B., KOUROUSIS K., AGIUS D.. Process Phenomena Influencing the Tensile and Anisotropic Characteristics of Additively Manufactured Maraging Steel, *Materials Science & Engineering A*, 2018, p. 115-125, doi.org/10.1016/j.msea.2018.12.070;

[MOO2019] MOONEY B., KOUROUSIS K., RAGVAVENDRA R.. Plastic anisotropy of additively manufactured maraging steel: Influence of the build orientation and heat treatments. *Additive Manufacturing*, 2019, 25, p. 19-31, doi.org/10.1016/j.addma.2018.10.032;

[MOO2020] MOONEY B., KOUROUSIS K.. A Review of Factors Affecting the Mechanical Properties of Maraging Steel 300 Fabricated via Laser Powder Bed Fusion, *Metals*, 2018, 10, 1273, p. 1-18, doi.org/10.3390/met10091273;

- [MUG2019-1] MUGWAGWA L., YADROITSEV I., MATOPE S.. Effect of Process Parameters on Residual Stresses, Distortions, and Porosity in Selective Laser Melting of Maraging Steel 300. *Metals*, p. 1-16, 2019, 9, doi.org/10.3390/met9101042;
- [MUG2019-2] MUGWAGWA L.. Investigation and management of residual stresses in selective laser melting of maraging steel. *Thèse Doctorat*, 2019, Stellenbosch University, <https://scholar.sun.ac.za>;
- [MUL2013] MULLER P., MOGNOL P., HASCOËT J.-Y.. Modeling and control of a direct laser powder deposition process for Functionally Graded Materials (FGM) parts manufacturing, *Journal of Materials Processing Technology*, 2013, vol. 213, issue 5, p. 685-692, doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2012.11.020;
- [MUT2017] MUTUA J., NAKATA S., ONDA T., CHEN Z.. Optimization of selective laser melting parameters and influence of post heat treatment on microstructure and mechanical properties of maraging steel. *Materials & Design*, 2017, p. 486-497, doi.org/10.1016/j.matdes.2017.11.042;
- [NGO2018] NGO T., KASHANI A., IMBALZANO G., HUI D.. Additive manufacturing (3D printing): A review of materials, methods, applications and challenges. *Composites Part B*, 2018, 143, p. 172-196, doi.org/10.1016/j.compositesb.2018.02.012;
- [NIC2009] NICKELS L.. Channelling quality for moulded parts using fast manufacturing. *Metal Powder Report*, 2009, 64(8), p. 8–12, doi.org/10.1016/S0026-0657(09)70201-2;
- [PAE2022] PAES L., PEREIRA M., XAVIER F.. Lack of fusion mitigation in directed energy deposition with laser (DED-L) additive manufacturing through laser remelting, *Journal of Manufacturing Processes*, 2022, 73, p. 67-77, doi.org/10.1016/j.jmapro.2021.10.052;
- [PAR2009] PARK H. S., PHAM N. H.. Design of conformal cooling channels for an automotive part. *International Journal of Automotive Technology volume*, 2009, 10, p. 97-93, doi.org/10.1007/s12239-009-0011-7;
- [PER1970] PERKAS M.. The structure and properties of high-strength maraging steels, *Metalloved Term Obrab Met*, 1970, no. 7, p. 12-25;

- [PET2016] PETRAT T., GRAF B., GUMENYUK A., RETHMEIER M.. Laser Metal Deposition as Repair Technology for a Gas Turbine Burner Made of Inconel 718. *Physics Procedia*, 2016, 83, p. 761-768, doi.org/10.1016/j.phpro.2016.08.078;
- [PIM2016] Powder Injection Molding: A Revolution in Manufacturing. *Powder Injection Molding International*, 2016, <https://www.pim-international.com/>;
- [PIN2015] PINTO J. M., ARRIETA C., ANDIA M., URIBE S.. Sensitivity analysis of geometric errors in additive manufacturing medical models, *Medical Engineering and Physics*, 2015, 37, p. 328-334, doi.org/10.1016/j.medengphy.2015.01.009;
- [REC2008] RECH J., HAMDI H., VALETTE S.. Workpiece Surface Integrity, *Key Machining*, 2008, p. 55-96, doi.org/10.1007/978-1-84800-213-5_3;
- [REI2015] REIS A., REIS D., ABDALLA A.. A dilatometric study of the continuous heating transformations in maraging 300 steel, *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*, 2015, p. 1-5, doi.org/10.1088/1757-899X/97/1/012006;
- [REN2021] RenAM 500 metal additive manufacturing (3D printing) systems. *Renishaw*, 2021, [https://www.renishaw.com/en/renam-500-metal-additive-manufacturing-3d-printing-systems](https://www.renishaw.com/en/renam-500-metal-additive-manufacturing-3d-printing-systems;);
- [RIB2020] RIBEIRO K., MARIANI F., COELHO R.. A study of different deposition strategies in direct energy deposition (DED) processes. *Process Manufacturing*, 2020, 48, p. 663–670, doi.org/10.1016/j.promfg.2020.05.158;
- [RIG2018] RIGON D., MENEGHETTI G., GÖRTLER M., COZZI M.. Influence of defects on axial fatigue strength of maraging steel specimens produced by additive manufacturing. *MATEC Web of Conferences*, 2018, 165, p. 1-7, doi.org/10.1051/mateconf/201816502005;
- [RIV2014] RIVETTE M., MOGNOL P., HASCOET J.-Y .. Design of hybrid rapid prototypes with geometrical, manufacturing and assembly points of view, *Virtual and Physical Prototyping*, 2014, 6:4, p. 241-255, doi.org/10.1080/17452759.2011.631107;
- [ROE2019] ROEHLING J., SMITH W., ROEHLING T.. Reducing residual stress by selective large-area diode surface heating during laser powder bed fusion additive manufacturing. *Additive Manufacturing*, 2019, 28, p. 228-235, doi.org/10.1016/j.addma.2019.05.009;

- [ROM2013] ROMBOUTS M., MAES G., HENDRIX W.. Surface finish after laser metal deposition, *Physics Procedia*, 2013, 41, p. 810-814, doi.org/10.1016/j.phpro.2013.03.152;
- [RPP2018] PASCHOTTA R.. Beam Parameter Product. *RP-Photonics*, 2018, https://www.rp-photonics.com/beam_parameter_product.html;
- [SAB2020] SABOORI A., PISCOPO G., LAI M., SALMI A.. An investigation on the effect of deposition pattern on the microstructure, mechanical properties and residual stress of 316L produced by Directed Energy Deposition, *Materials Science & Engineering A*, 2020, 780, p. 1-13, doi.org/10.1016/j.msea.2020.139179;
- [SAN2013] SANZ C. NAVAS GARCIA V.. Structural integrity of direct metal laser sintered parts subjected to thermal and finishing treatments, *Journal of Materials Processing Technology*, 2013, 213, p. 2126-2136, doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2013.06.013;
- [SAN2016] SANTOS L., FERREIRA J., JESUS J.. Fatigue behaviour of selective laser melting steel components. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 2016, vol. 85, p. 1-7, doi.org/10.1016/j.tafmec.2016.08.011;
- [SAT2016] SATO Y., TSUKAMOTO M., MASUNO S., YAMASHITA Y.. Investigation of the microstructure and surface morphology of a Ti6Al4V plate fabricated by vacuum selective laser melting. *Applied Physics*, 2016, 122, p. 438-443, doi.org/10.1007/s00339-016-9996-8;
- [SIN2016] SINGH G., VERMA A. A Brief Review on injection moulding manufacturing process. *Materials Today Proceedings*, 2016, vol. 4, no. 2, p. 1423-1433, doi.org/10.1016/j.matpr.2017.01.164;
- [SOS2017] SOSHI M., RING J., YOUNG C., ODA Y., MORI M. Innovative grid molding and cooling using an additive and subtractive hybrid CNC machine tool. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 2017, doi.org/10.1016/j.cirp.2017.04.093;
- [SPI2011] SPIERINGS A., SCHNEIDER M.. Comparison of density measurement techniques for additive manufactured metallic parts. *Rapid Prototyping Journal*, 2011, 17/5, p. 401-404, doi.org/10.1108/13552541111156504;
- [SPI2022] SPIGARELLI S., PAOLETTI C., CABIBBO M.. On the creep performance of the Ti-6Al-4V alloy processed by additive manufacturing. *Additive Manufacturing*, 2022, 49, p. 1-15, doi.org/10.1016/j.addma.2021.102520;

- [STA2008] STANFORD M., KIBBLE K. A., LINDOP M., MYNORS D.. An investigation into fully melting a maraging steel using direct laser sintering, p. 847-852, *Steel Research International*, 2008, 79(2);
- [STA2011] STANEK M., MANAS M., SUBA O. Optimization of Injection Molding Process. *International Journal of Mathematics and Computers in Simulation*, 2011, vol. 5, no. 5, p. 413-422, doi.org/10.1.1.1089.488;
- [SUZ2019] SUZUKI A., NISHIDA R., TAKATA N., KOBASHI M.. Design of laser parameters for selectively laser melted maraging steel based on deposited energy density. *Additive Manufacturing*, 2019, 28, p. 160-168, doi.org/10.1016/j.addma.2019.04.018;
- [SVE2021] SVETLIZKY D., DAS M., ZHENG B., BOSE S.. Directed energy deposition (DED) additive manufacturing: Physical characteristics, defects, challenges and applications, *Materials Today*, 2021, vol. 49, p. 271-296, doi.org/10.1016/j.mattod.2021.03.020;
- [TAB2014] TABERNERO I., CALLEJA A., FERNANDEZ A.. Improvement of strategies and parameters for multi-axis laser cladding operations. *Optics and Lasers in Engineering*, 2014, vol. 56, p. 113-120, doi.org/10.1016/j.optlaseng.2013.12.017;
- [TAN2017] TAN C., ZHOU K., MA W., ZHANG P.. Microstructural evolution, nanoprecipitation behavior and mechanical properties of selective laser melted high-performance grade 300 maraging steel. *Materials & Design*, 2017, p. 1-27, doi.org/10.1016/j.matdes.2017.08.026;
- [TAN2018] TAN C., ZHOU K., KUANG M., MA W.. Microstructural characterization and properties of selective laser melted maraging steel with different build directions. *Science and Technology of Advanced Materials*, 2018, p. 746-758, doi.org/10.1080/14686996.2018.1527645;
- [TOY2004] TOYSERKANI E., KHAJEPOUR A., CORBIN S. F.. *Laser Cladding*, 2014, CRC Press, p. 263, doi.org/10.1201/9781420039177;
- [VAN1975] VAN SWAM L., PELLOUX R., GRANT N.. Fatigue Behavior of Maraging Steel 300. *Metallurgical Transactions A*, 1975, vol. 6A, p. 45-54;
- [VAN2012] VANSTEENKISTE G.. Training: Laser Melting and Conformal Cooling. *PEP, Centre Technique de la Plasturgie*, 2012, <https://dokumen.tips/documents/training-laser-melting-and-conformal-cooling-school-presentationstraining.html>;

- [VAN2013] VAN BELLE L.. Analyse, modélisation et simulation de l'apparition de contraintes en fusion laser métallique, *Thèse Doctorat*, 2013, INSA Lyon, <http://theses.insa-lyon.fr/publication/2013ISAL0116/these.pdf>;
- [WAQ2022] WAQAR S., GUO K., SUN J.. Evolution of residual stress behavior in selective laser melting (SLM) of 316L stainless steel through preheating and in-situ re-scanning techniques, *Optics and Laser Technology*, 2022, 149, p. 1-19, doi.org/10.1016/j.optlastec.2021.107806;
- [WAN2014] WANG G., ZHAO G., WANG X.. Heating/cooling channels design for an automotive interior part and its evaluation in rapid heat cycle molding. *Materials and Design*, 2014, vol. 59, p. 310-322, doi.org/10.1016/j.matdes.2014.02.047;
- [WAN2017] WANG B., ZHANG P., DUAN Q., ZHANG Z.. Optimizing the fatigue strength of 18Ni maraging steel through ageing treatment. *Materials Science & Engineering A*, 2017, p. 674-688, doi.org/10.1016/j.msea.2017.09.107;
- [WAN2018] WANG Z., STOICA A., MA D., BEESE A.. Stress relaxation in a nickel-base superalloy at elevated temperatures with in situ neutron diffraction characterization: Application to additive manufacturing. *Materials Science & Engineering A*, 2018, 714, p. 75-83, doi.org/10.1016/j.msea.2017.12.058;
- [WAN2020] WANG H., LIU W., TANG Z., WANG Y., MEI X.. Review on adaptive control of laser-directed energy deposition, *Optical Engineering*, 2020, 59(7), p. 1-16, doi.org/10.1117/1.OE.59.7.070901;
- [WEI2018] WEI S., WANG G., WANG L., RONG Y.. Characteristics of microstructure and stresses and their effects on interfacial fracture behavior for laser-deposited maraging steel, *Materials and Design*, 2018, 127, p. 56-67, doi.org/10.1016/j.matdes.2017.10.020;
- [WIL2016] WILLIAMS S. W., MARTINA F., ADDISON A., DING J.. Wire + Arc Additive Manufacturing. *Materials Science and Technology*, 2016, 32:7, p. 641-647, doi.org/10.1179/1743284715Y.0000000073;
- [WIT2001] WITHERS P. J., BHADESHIA H. K.. Residual stress. Part 1 – Measurement techniques, *Materials Science and Technology*, 2001, vol. 17;
- [WOH2014] WOHLERS T.. Wohlers report 2014: additive manufacturing and 3D printing state of the industry, annual worldwide progress report. *Fort Collins*, 2014, USA;

- [WOH2016] WOHLERS T., GOMET T.. History of additive manufacturing. Wohlers Report 2016, *Wohlers Associates*, 2016, USA, p. 1-34;
- [WYS2017] WYSOCKI B., MAJ P., SITEK R., BUHAGIAR J.. Laser and Electron Beam Additive Manufacturing Methods of Fabricating Titanium Bone Implants. *Applied Sciences*, 2017, 7, 657, p. 1-11, doi.org/10.3390/app7070657;
- [XU2001] XU X., SACHS E., ALLEN S. The Design of Conformal Cooling Channels in Injection Molding Tooling. *Polymer Engineering and Science*, 2001, vol. 41, no. 7, p. 1265-1280, doi.org/10.1002/pen.10827;
- [YAK2019] YAKOUT M., ELBESTAWI M., VELDHUIS S.. Density and mechanical properties in selective laser melting of Invar 36 and stainless steel 316L. *Journal of Materials Processing Technology*, 2019, 266, p. 397-420, doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2018.11.006;
- [YAM2017] YAMAGUCHI H., FERGANI O., WU P.-Y.. Modification using magnetic field-assisted finishing of the surface roughness and residual stress of additively manufactured components, *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 2017, 66, p. 305-308, doi.org/10.1016/j.cirp.2017.04.084;
- [YAN2018] YAN L., ZHANG Y., LIOU F.. A conceptual design of residual stress reduction with multiple shape laser beams in direct laser deposition, *Finite Elements in Analysis and Design*, 2018, 144, p. 30-37, doi.org/10.1016/j.finel.2018.02.004;
- [YAO2018] YAO Y., HUANG Y., CHEN B.. Influence of processing parameters and heat treatment on the mechanical properties of 18Ni300 manufactured by laser based directed energy deposition. *Optics and Laser Technology*, 2018, 105, p. 171-179, doi.org/10.1016/j.optlastec.2018.03.011;
- [YAS2020] YASBEK J. Top 10 Advanced Tips for Designing Plastic Injection Molding Parts. *Simplexity Product Development*, 2020, <https://www.simplexitypd.com/blog/tips-designing-injection-molded-plastic-parts>;
- [YIN2018] YIN S., CHEN C., YAN X., FENG X., JENKINS R.. The influence of aging temperature and aging time on the mechanical and tribological properties of selective laser melted maraging 18Ni-300 steel. *Additive Manufacturing*, 2018, 22, p. 592-600, doi.org/10.1016/j.addma.2018.06.005;

- [YU2020] YU Z., ZHENG Y., CHEN J., WU C., XU J.. Effect of laser remelting processing on microstructure and mechanical properties of 17-4 PH stainless steel during laser direct metal deposition, *Journal of Materials Processing Tech.*, 2020, 284, p. 1-13, doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2020.116738;
- [ZHU2015] ZHU Y, TIAN Y., LI J.. The Anisotropy of Laser Melting Deposition Additive Manufacturing Ti-6.5Al-3.5Mo-1.5Zr-0.3Si titanium alloy, *Material and Design*, 2015, vol. 67, p. 538-542, doi.org/10.1016/j.matdes.2014.11.001;
- [ZHA2014] ZHANG K., WANG S., LIU W., LONG R.. Effects of substrate preheating on the thin-wall part built by laser metal deposition shaping, *Applied Surface Science*, 2014, 317, p. 839-855, doi.org/10.1016/j.apsusc.2014.08.113;
- [ZH2019] ZHANG J., SHI S., FU G., SHI J., ZHU G.. Analysis on surface finish of thin-wall parts by laser metal deposition with annular beam, *Optics and Laser Technology*, 2019, 119, p. 1-7, doi.org/10.1016/j.optlastec.2019.105605;
- [ZHE2019] ZHENG B., HALEY J., YANG N., YEE J., TERRASSA K.. On the evolution of microstructure and defect control in 316L SS components fabricated via directed energy deposition. *Materials Science and Engineering: A*, 2019, 764, p. 1-11, doi.org/10.1016/j.msea.2019.138243;
- [ZHA2019] ZHANG L., WANG W., BABAR SHAHZAD M.. Hot Deformation Behavior of an Ultra-High-Strength Fe–Ni–Co-Based Maraging Steel. *Acta Metallurgica Sinica*, 2019, 32, p. 1161-1172, doi.org/10.1007/s40195-019-00913-3;
- [ZIV2009] ZIVCOVA Z., GREGOROVA E., PABST W., SMITH D.. Thermal conductivity of porous alumina ceramics prepared using starch as a pore-forming agent. *Journal of the European Ceramic Society*, 2009, 29, p. 347-353, doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2008.06.018;

Ecole Centrale de Lyon

N° d'ordre : 2022LYSEE001

Aleksandr KULISH

Parametric study of a 3D printing process (LMD) for the purpose of material's integrity optimization.

Application to the maraging steel 1.2709 alloy.

Speciality : Engineering and Mechanics

Keywords : Laser hybrid deposition, parametric study, integrity of material, fatigue resistance, numerical modelling, stress relaxation

Abstract :

The PhD thesis presented in this work is dedicated to the innovative method of plastic injection mould production. This method combines laser additive technology, namely, the Laser Metal Deposition (LMD) and technique of laser treatment aiming to reduce the residual stresses. Therefore, the main objective of the present work is to optimize and analyze the proposed fabrication method regarding the final properties of deposited parts. The parametrical study of "single-bead", multi-bead "wall" and multi-bead "cube" LMD has been carried out. The LMD of cubic specimens has been analyzed with respect to the density, residual stresses and microstructure in order to find the optimal deposition parameters. The optimal LMD parameters have been verified during the longtime deposition of cubic and cylindrical specimens in a single operating session and after multiple pauses. The fatigue resistance as well as the density, microhardness and microstructure were then evaluated. The numerical simulation has been also performed to predict the thermal fields generated during LMD. Finally, this thesis includes the numerical and experimental study of laser treatment process aiming to reduce the residual stresses and avoid the possible long-lasting post-treatment such as aging.

Ecole Centrale de Lyon

N° d'ordre : 2022LYSEE001

Aleksandr KULISH

Etude paramétrique d'un procédé d'impression 3D (LMD) en vue d'optimiser l'intégrité matière.

Application à l'alliage maraging 1.2709

Spécialité : Mécanique et ingénierie

Mots clefs : rechargement laser hybride, étude paramétrique, intégrité matière, tenue en fatigue, simulation numérique, détentionnement laser

Résumé :

La thèse de doctorat présentée dans ce travail est consacrée à une méthode innovante de production de moules d'injection plastique. Cette méthode combine la technologie additive laser, notamment le rechargement par injection coaxiale de poudre (LMD) et la technique de traitement laser visant à réduire les contraintes résiduelles. Par conséquent, l'objectif principal du présent travail est d'optimiser et d'analyser la méthode de fabrication proposée en ce qui concerne les propriétés finales des pièces déposées. L'étude paramétrique de LMD des "simples cordons", des structures de type "mur" et des "cubes" a été réalisée. La LMD d'échantillons cubiques a été analysée en fonction de la densité, des contraintes résiduelles et de la microstructure afin d'obtenir les paramètres optimaux de LMD. Les paramètres optimaux de LMD ont été vérifiés lors du dépôt à long terme d'échantillons cubiques et cylindriques en une seule et plusieurs fois. La tenue en fatigue ainsi que la densité, la microdureté et la microstructure ont ensuite été évaluées. La simulation numérique a également été réalisée pour prédire les champs thermiques générés pendant le procédé LMD. Enfin, cette thèse comprend l'étude numérique et expérimentale du processus de traitement laser (de détentionnement) visant à réduire les contraintes résiduelles et à éviter les post-traitements durables tels que le vieillissement.