



**HAL**  
open science

# Fabrication additive de matériaux magnétiques doux par voie indirecte

Vincent Martin

► **To cite this version:**

Vincent Martin. Fabrication additive de matériaux magnétiques doux par voie indirecte. Autre. Centrale Lille Institut, 2023. Français. NNT : 2023CLIL0003 . tel-04282729

**HAL Id: tel-04282729**

**<https://theses.hal.science/tel-04282729v1>**

Submitted on 13 Nov 2023

**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 LILLE**

THESE

Présentée en vue  
d'obtenir le grade de

**DOCTEUR**

En

**Spécialité : Génie Électrique**

Par

**Vincent MARTIN**

**DOCTORAT DELIVRE PAR CENTRALE LILLE**

Titre de la thèse :  
Fabrication additive de matériaux magnétiques doux par voie indirecte

Soutenue le 28 février 2023 devant le jury d'examen :

<b>Présidente de jury</b>	<i>Afef LEBOUIC, Directrice de recherche CNRS, G2Elab</i>
<b>Rapporteur</b>	<i>Sami HLIOUI, Professeur des universités, SATIE, CY Cergy, Paris Université</i>
<b>Rapporteur</b>	<i>Stéphane PANIER, Professeur des universités, LTI-EA - Université de Picardie Jules Verne</i>
<b>Examineur</b>	<i>Alain BERNARD, Professeur émérite, LS2N - Centrale Nantes</i>
<b>Examinatrice</b>	<i>Maya HAGE HASSAN, Maitresse de conférences, GeePs - Centrale Supélec</i>
<b>Examineur</b>	<i>Ulrich SOUPREMANIEN, Docteur, CEA Grenoble</i>
<b>Invité</b>	<i>Abdelkader BENABOU, Maître de conférences HDR, L2EP - Université de Lille</i>
<b>Invité</b>	<i>Christophe COISNE</i>
<b>Invité</b>	<i>Michel HECQUET, Professeur des universités, L2EP - Centrale Lille Institut</i>
<b>Invité</b>	<i>Jean-François WITZ, Ingénieur de recherche CNRS, LaMcube</i>
<b>Directeur de thèse</b>	<i>Frédéric GILLON, Maître de conférences HDR, L2EP - Centrale Lille Institut</i>
<b>Directeur de thèse</b>	<i>Denis NAJJAR, Professeur des universités, LaMcube - Centrale Lille Institut</i>

## Remerciements

L'établissement Centrale Lille Institut, le laboratoire L2EP, le laboratoire LaMcube, les encadrants de la thèse et moi-même remercions sincèrement la région Hauts-de-France pour le support financier apporté à ces travaux de recherche. Nous remercions également l'état français sans lequel ces travaux de recherche n'auraient pu être réalisés.



Les trois années de thèse qui sont présentées dans ce manuscrit m'ont avant tout fait aimer le monde de la recherche. J'ai eu l'occasion de découvrir un état d'esprit et une motivation que j'espère pouvoir conserver tout au long de ma vie. Je dois cette expérience unique aux nombreuses personnes qui m'ont entouré dans mon travail. J'ai été guidé, motivé et soutenu par mes collègues, par mes amis et par mes proches. Chacun d'entre eux m'a aidé à mener ce projet à bien et je souhaite par ces quelques lignes les remercier tous chaleureusement.

Je veux tout d'abord remercier les chercheurs qui m'ont encadré dans ce travail. Un immense merci à mon directeur de thèse, Monsieur Frédéric Gillon, pour sa confiance, pour son investissement et son aide précieuse, ainsi que pour son soutien sans faille tout au long de ce projet. Un immense merci également à mon second directeur de thèse, Monsieur Denis Najjar, pour l'autonomie qu'il m'a offerte, pour sa perspicacité, son efficacité et pour sa patience malgré mes habitudes du génie électrique. Travailler avec Frédéric et Denis a été extrêmement enrichissant et j'espère pouvoir continuer à collaborer avec eux dans le futur. Je tiens également à remercier Monsieur Jean-François Witz pour l'attention qu'il a portée à mon travail et l'énergie qu'il communique à tout ce qu'il entreprend. Jean-François m'a permis de découvrir de nombreux aspects de la recherche et m'a communiqué son goût pour l'innovation et le partage. Merci à Monsieur Abdelkader Benabou, pour son aide et son expertise scientifique ; mais surtout pour sa grande pédagogie, son calme et sa sympathie. Je veux aussi remercier Monsieur Michel Hecquet pour son soutien, pour avoir lancé ce sujet de thèse et pour avoir permis qu'il se déroule dans de si bonnes conditions. Enfin, merci à Monsieur Philippe Quaegebeur pour son accompagnement, sa bienveillance et les conseils qu'il m'a prodigués.

Merci à vous six pour ces trois années passionnantes.

Ce projet de thèse a été grandement soutenu par Messieurs Christophe Coisne et Yann Foucault. L'équipe encadrante et moi-même tenions à les remercier chaleureusement pour leur aide précieuse et leur confiance. Travailler avec eux nous a donné une meilleure compréhension des enjeux du milieu industriel et a offert des conditions de travail remarquables à ce sujet de recherche.

Je veux également remercier les personnes qui ont accepté de relire et d'examiner mes travaux de thèse. Merci tout d'abord à Madame Afef Lebouc pour avoir accepté de présider ma soutenance de thèse et pour ses remarques précieuses concernant mon manuscrit. Merci à Messieurs Sami Hlioui et Stéphane Panier qui m'ont fait l'honneur d'être rapporteurs de ma thèse. Merci pour nos échanges et pour vos remarques qui m'ont permis de pousser et d'améliorer mon travail. Je tiens ensuite à remercier les membres de mon jury de thèse, Monsieur Alain Bernard et Madame Maya Hage Hassan, pour leurs questions pertinentes et pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail. Merci tout particulièrement à Monsieur Ulrich Soupremanien pour sa participation scientifique et pour l'aide qu'il a apportée à nos travaux.

J'ai eu la chance de préparer cette thèse dans deux laboratoires : le L2EP et le LaMcube. J'ai été accueilli par deux familles dans lesquelles j'ai rencontré de nombreuses personnes dont la motivation et la rigueur m'ont inspirée. La vie de laboratoire est une chose indispensable à la recherche et je tiens à remercier tous ceux que j'ai croisés pour les échanges enrichissants qu'ils m'ont offerts et pour la convivialité quotidienne que j'ai trouvée.

J'ai reçu beaucoup d'aide des membres de mes laboratoires. Je veux tout d'abord remercier Xavier Cimetière et Kongseng Bounvilay pour leur patience et leur aide avec les nombreuses commandes que nous avons dû faire. Un très grand merci également à Matthieu Meersdam, François Lesaffre et Bruno Haubrex qui ont toujours su trouver solutions à mes problèmes et pour les bons moments passés avec eux autour des machines. Merci à Arnaud Beaurain, Dimitri Croquet, Jérôme Hosdez, Alexandre Mege Revil et Ahmed El Bartali pour leur aide et pour m'avoir formé sur les fantastiques moyens de caractérisation des laboratoires. Merci à Xavier Margueron pour m'avoir motivé à poursuivre une thèse quand je pensais que ce n'était pas possible.

Enfin, je tiens à remercier Madame Nouria Fatah de l'UCCS pour la précieuse collaboration qu'elle nous a offerte sur le sujet complexe des poudres. Merci également à Madame Fanny Bonnet et Monsieur Serge Bourbigot de l'UMET pour leur grande aide lors de la création de feedstock pour l'impression.

Comment rédiger des remerciements sans mentionner ceux qui partagent mon quotidien de jeune chercheur ? Beaucoup sont devenus des amis qui me sont chers et que j'espère garder proches. Je tiens à remercier Florentin, dont j'admire la rigueur et avec qui j'ai partagé le stress de la rédaction ainsi que de nombreuses discussions aussi passionnantes que farfelues. Merci à Sophie pour m'avoir épaulé sur ce sujet difficile de l'impression métal et pour tous les bons moments et les sorties course à pied qui nous aident à persévérer. Je tiens à remercier chaleureusement Arthur et Roxane, mes stagiaires préférés, pour leur aide précieuse et pour beaucoup de franches rigolades devant une imprimante capricieuse. Merci à Hugo pour nous avoir rassemblé entre doctorants plus d'une fois et pour la vie de labo que tu as créée.

Merci à Luis de m'avoir montré que tout est fabricable si on le veut bien. Merci à Reda pour ton aide indispensable pour mes travaux d'optimisation. Je veux également remercier les très nombreuses personnes avec qui j'ai échangé, travaillé ou ri : Wissem, Marwane, Laura, David, Elliott, Pierre, Angellica, Jérôme, Loris, Antoine, Emmanuel, Ayoub, Ghali, Houssein, Caio, Rayan, Lauro, Anthony, Salma et Sophie. Merci pour votre aide et votre soutien précieux ainsi que pour nos nombreux moments conviviaux. Merci également à Amine, Mathis, Lucas, Edouard, Sylvain et Eddy ainsi qu'à tous ceux que j'aurai pu malencontreusement oublier. Merci à toutes et à tous.

Pour finir, je veux remercier mes parents et ma famille pour leur amour, leur soutien et le goût qu'ils m'ont donné pour les sciences. Cette thèse vient clôturer les études que j'ai pu entamer et poursuivre grâce à vous. Je vous aime fort.

Enfin, je ne pourrai jamais suffisamment remercier Marie, qui partage ma vie et que j'aime plus que tout. Malgré le fait que mon travail m'ait fait rentrer tard et que mon stress ait pesé sur nous deux, tu m'as soutenu pendant ces trois ans. Merci pour ta patience, merci pour ton amour, merci pour tout.

## Introduction générale

La fabrication additive constitue un domaine en très forte évolution. Apparue à la fin des années 80, elle s'est grandement diversifiée et offre aujourd'hui un large choix de procédés et de matériaux imprimables. De nombreuses améliorations apportées en font un moyen de production complémentaire pour de très nombreux secteurs et applications. En effet, l'impression 3D ouvre la voie à de nouveaux développements, principalement grâce à ses capacités géométriques et à sa flexibilité d'utilisation. La réalisation de pièces complexes ou la mise en forme de matériaux difficiles à usiner sont ainsi simplifiées, ce qui permet la création de composants plus performants. Il est également possible d'envisager la production de pièces spécifiques en petites séries pour des besoins ponctuels ou des dimensionnements personnalisés et dédiés à une application particulière.

Actuellement, la fabrication additive des pièces métalliques est principalement utilisée pour des applications mécaniques. Par exemple, l'intégration de structures internes lacunaires permet d'obtenir un gain de poids ou d'encombrement tout en conservant une résistance mécanique suffisante, améliorant ainsi les performances de certaines pièces dans les secteurs de l'automobile ou de l'aéronautique. De même, l'impression de matériaux céramiques permet de créer des composants chimiquement inertes très utilisés pour de nombreuses applications médicales telles que la réalisation d'implants dentaires.

Le secteur de l'énergie électrique, quant à lui, compte encore peu d'exemples d'applications qui tirent profit des procédés d'impression 3D. Ce domaine est pourtant en pleine mutation. L'électrification toujours croissante de nos modes de vie, avec les défis de la mobilité électrique, réclame une évolution de l'ensemble des éléments qui interviennent dans la chaîne de transfert de l'énergie. Des moyens de production aux convertisseurs électromécaniques, en passant par les infrastructures et les systèmes d'alimentation et de contrôle, de nombreux dispositifs peuvent bénéficier des capacités de la fabrication additive.

Le principal frein au développement des procédés de fabrication additive au sein du génie électrique réside tout d'abord dans la difficulté d'adaptation aux matériaux qui sont classiquement utilisés par le domaine. En effet, les dispositifs électromagnétiques font souvent intervenir différentes classes de matériaux (métaux, céramiques, polymères). En plus de la résistance mécanique, les pièces produites doivent présenter d'autres propriétés physiques indispensables telles qu'une perméabilité magnétique élevée, une bonne résistivité électrique ou conductivité thermique. Bien que des aciers magnétiques imprimables sous forme de poudre pour les imprimantes à fusion laser soient déjà disponibles, il existe encore très peu de procédés de fabrication additive pour imprimer des ferrites magnétiques doux pour les applications de moyennes et hautes fréquences. Les ferrites magnétiques jouent pourtant un rôle crucial dans l'ensemble des applications d'électronique et d'électronique de puissance. Un autre point délicat concerne le type de procédé utilisé. Les procédés à lit de poudres, qui ont suscité un intérêt tout particulier dans l'industrie, atteignent aujourd'hui un niveau de maturité élevé. Ils sont cependant difficiles à intégrer dans une démarche de recherche à cause de leur coût de fonctionnement élevé et de leur architecture peu ouverte aux développements. Dans ces travaux de thèse, une autre voie est proposée en utilisant un procédé de fabrication additive dit indirect.

On distingue ces derniers des procédés directs par le fait que la pièce obtenue à la fin du processus d'impression est une pièce intermédiaire qui n'est pas métallique (ou céramique). Celle-ci est constituée de poudres du matériau d'intérêt maintenues par un liant polymère. Par la suite, des traitements supplémentaires de déliantage permettent de retirer la partie polymère. Enfin, les

poudres sont solidifiées en une pièce dense par frittage lors d'un traitement thermique final à haute température.

Les ferrites doux sont utilisés pour former des composants inductifs de filtrage et des transformateurs haute fréquence habituellement rencontrés sur des cartes de contrôle ou d'alimentation de puissance. Ils sont mis en forme de manière industrielle via les procédés céramiques conventionnels de moulage sous pression et de solidification par frittage. Cependant, ces procédés sont peu adaptés à la création de formes complexes et restent tournés vers la production de grandes séries. De plus, le développement de nouvelles formes ou de dimensions hors catalogue constitue une activité complexe et chronophage. Par exemple, la préparation de moules fonctionnels peut s'étendre sur plusieurs dizaines de semaines et la géométrie de certains composants requiert la création d'assemblages qui sont bien souvent néfastes pour les performances magnétiques. Ces quelques éléments mettent en lumière la nécessité d'employer des procédés plus souples pour être en mesure de répondre à des besoins spécifiques tout en respectant des délais de réalisation compatibles avec un contexte industriel. La fabrication additive peut constituer une réponse à ces problématiques.

Ces travaux de thèse sont donc consacrés à la mise en place de la fabrication additive pour les matériaux magnétiques doux. Cette thématique s'inscrit dans un contexte fortement transverse et pluridisciplinaire. Ainsi, les différents travaux de recherche qui vont être présentés ont pu être menés grâce à la collaboration de deux laboratoires : le Laboratoire d'Électrotechnique et d'Électronique de puissance de Lille (L2Ep) et le Laboratoire de Mécanique, Multiphysique, Multiéchelle (LaMcube). Le L2ep accompagne les points qui relèvent de la caractérisation des matériaux magnétiques d'une part et la mise en place d'outils de conception d'autre part. En effet, ce laboratoire bénéficie de moyens de caractérisation des matériaux magnétiques importants ainsi que d'une forte expérience sur les problématiques de modélisation et de conception des dispositifs électromagnétiques par optimisation. Le LaMcube, quant à lui, guide tout d'abord les recherches autour des aspects qui concernent la mise en place et la validation des procédés d'impression 3D. Il permet notamment l'accès aux différents équipements de fabrication additive ainsi qu'aux ressources nécessaires à leur fonctionnement et aux développements en interne. Le LaMcube encadre également l'étude des matériaux et leur caractérisation d'un point de vue microstructural et mécanique. Enfin, l'ensemble des recherches a été effectué au sein de l'École Centrale de Lille et sur le campus de la Faculté des Sciences et Technologies de l'Université de Lille, permettant l'accès à de nombreuses ressources. En particulier, une partie des travaux a grandement bénéficié du soutien des laboratoires UMET (Unité Matériaux et Transformations) et UCCS (Unité de Catalyse et Chimie du Solide).

Pour les laboratoires encadrants, la fabrication additive des métaux et céramiques constituait une activité relativement nouvelle, même si divers procédés d'impression 3D pour les matériaux polymères étaient déjà en place. De plus, ces travaux de thèses ont coïncidé avec le déroulement du projet Interreg France-Wallonie-Vlaanderen Fabricar3v. Le financement de ce projet transfrontalier et son déroulement en parallèle des travaux de thèse ont permis la mise en place conjointe des procédés de fabrication additive indirects qui ont été utilisés pour l'impression de matériaux magnétiques, tant au niveau des équipements que des compétences et savoir-faire techniques. C'est notamment au travers de cette coopération qu'une partie des traitements thermiques a pu être réalisée au CRITT Matériaux Innovation de Charleville-Mézières.

Ce manuscrit présente les travaux qui ont été menés sur la mise en place de la fabrication additive pour les matériaux magnétiques doux grâce à des procédés indirects. Comme le schématise la **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**, il adopte une structure en quatre chapitres. Le premier chapitre est un état de l'art général sur la fabrication additive. Le second chapitre présente le développement des procédés et leur validation sur des matériaux existants et disponibles commercialement. Le troisième

chapitre détaille les actions de recherches menées afin d'imprimer un ferrite magnétique doux. Enfin, l'utilisation des capacités géométriques de l'impression 3D est explorée dans le quatrième et dernier chapitre, au travers d'un travail de conception par optimisation topologique qui permettra de conclure sur la nécessité de prendre en compte l'impact spécifique du procédé de dépôt de matière dans les modélisations.

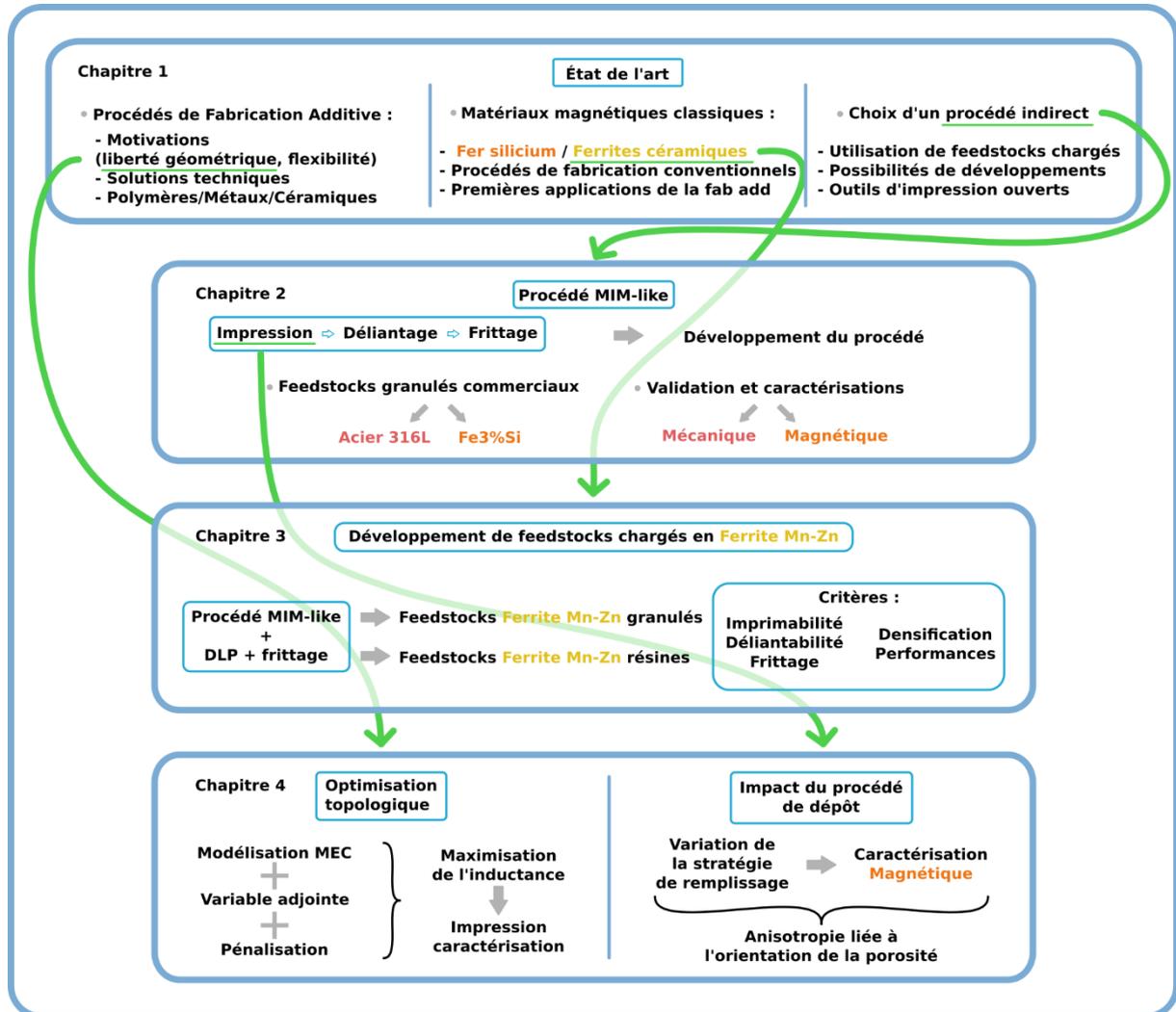


Figure 1 : Structure du manuscrit

# Nomenclature

## Procédés conventionnels :

MIM : Metal Injection Molding

MIG : Metal Inert Gas

HIP : High Isostatic Pressure

## Procédés de fabrication additive :

FFF : Fused Filament Fabrication

FGF : Fused Granulate Fabrication

FPF : Fused Pellet Fabrication

PAM : Pellet Additive Manufacturing

DLP : Digital Light Processing

DED : Direct Energy Deposition

WAAM : Wire Arc Additive Manufacturing

LPB-F : Laser Powder Bed Fusion

SLS/SLM : Selective Laser Sintering/Melting

EBS/EBM : Electron Beam Sintering/Melting

## Vocabulaire spécifique :

Feedstock : Matière première conditionnée spécifiquement pour être utilisée dans un procédé de fabrication additive.

Pièce verte : Dans les procédés MIM et MIM-like, pièce intermédiaire composite (liant + poudre), obtenue en sortie du procédé d'injection ou d'impression et qui sera amenée à subir des traitements de déliantage et frittage.

Slicer : Logiciel qui permet de découper un fichier géométrique numérique pour obtenir la succession de couches et leur description pour un procédé de fabrication additive donné.

Firmware : Logiciel interne à une machine. Dans le cas d'une imprimante 3D, celui-ci permet de contrôler les différents actionneurs et d'exécuter les ordres d'impression.

Gcode : Langage informatique qui permet de communiquer les instructions qu'une machine d'usinage ou une imprimante 3D devra réaliser pour créer une pièce. Par extension, les fichiers « .gcode »

contiennent la liste de ces instructions. Ils sont produits par le logiciel slicer et lu par le firmware de l'imprimante.

Couture : Dans le cadre d'une impression FFF, zone où la fin et le début d'une ligne d'impression se rencontrent.

Jonc : Dans le cadre des applications de formulation de feedstocks polymère, désigne le cylindre long extrudé en sortie d'une buse.

Warping : Phénomène de déformation typique de la fabrication couche par couche qui est dû aux contraintes thermiques connues par le matériau lors du refroidissement.

Stringing : Résidus de polymères extrudés non désirés qui apparaissent lorsque le feedstock coule de manière incontrôlée de la buse lors d'un déplacement de la tête d'impression.

OSH : Open Source Hardware

#### Polymères :

PLA : Acide polylactique

ABS : Acrylonitrile butadiène styrène

PET-G : Polytéraphthalate d'éthylène-Glycol

PEEK : Polyether ether ketone

PA12 :

Polyamide 12

# Table des matières

Introduction générale.....	2
Nomenclature.....	5
Table des matières .....	7
Liste des figures.....	10
Liste des tableaux.....	16
1 État de l'art général sur la fabrication additive.....	17
1.1 Fabriquer en ajoutant de la matière : Solutions techniques et intérêts.....	20
1.1.1 Limites des procédés de fabrication classiques et réponse de la fabrication additive .	20
1.1.2 Procédé de fabrication additive pour les matériaux polymères : Premières technologies et brevets.....	22
1.1.3 Procédé de fabrication additive pour les matériaux métalliques et céramiques : procédés directs .....	24
1.2 Vers la fabrication additive des matériaux magnétiques doux.....	28
1.2.1 Procédés de fabrication conventionnels .....	29
1.2.2 La fabrication additive pour le domaine du génie électrique .....	32
1.3 Choix d'une technologie d'impression 3D.....	35
1.3.1 Procédés de fabrication additive indirects.....	35
1.3.2 OpenSource hardware.....	36
1.4 Conclusion et présentation du plan .....	38
1.5 Références bibliographiques .....	40
2 Procédé de Fabrication additive indirecte : MIM-like.....	47
2.1 État de l'art : Voie indirecte pour les matériaux métalliques et céramiques.....	49
2.1.1 Principe général : Réutilisation des techniques de densification et des feedstocks MIM	49
2.1.2 Avantages et limites du procédé MIM-like .....	52
2.2 Fabrication de la pièce verte par impression 3D.....	57
2.2.1 Technologie Granulés.....	57
2.2.2 Problématiques liées aux granulés.....	61
2.3 Validation du procédé sur des matériaux MIM granulés.....	67
2.3.1 Acier inoxydable 316L.....	68
2.3.2 Fe3%Si.....	86
2.4 Conclusion et résultats obtenus.....	95
2.5 Références bibliographiques .....	96

3	Développement d'un feedstock ferrite Manganèse Zinc.....	99
3.1	État de l'art.....	100
3.1.1	Ferrites magnétiques.....	101
3.1.2	Matériaux et ferrimagnétisme .....	105
3.2	Formulation pour granulés.....	110
3.2.1	Travail de formulation .....	110
3.2.2	Matière première .....	113
3.2.3	Validation du feedstock.....	114
3.2.4	Essais d'impression et déliantage chimique.....	115
3.2.5	Conclusion sur les travaux de formulation CIM-like .....	117
3.3	Formulation DLP .....	119
3.3.1	Procédé DLP : Principe résine liquide chargée .....	119
3.3.2	Prérequis au fonctionnement du feedstock.....	122
3.3.3	Granulométrie et sélection des poudres.....	124
3.3.4	Mélange et paramétrage de l'impression .....	127
3.3.5	Conclusion sur les travaux de formulation DLP.....	129
3.4	Détermination du cycle thermique .....	131
3.4.1	Détermination des paliers de températures.....	131
3.4.2	Caractérisations.....	137
3.5	Perspective : contrôle de la pression partielle en oxygène lors du frittage.....	146
3.6	Synthèse et Conclusion .....	148
3.7	Références .....	149
4	Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive .....	153
4.1	Introduction et positionnement.....	154
4.1.1	Conception par optimisation topologique .....	154
4.1.2	Choix d'un modèle magnétique .....	156
4.1.3	Impact du procédé .....	157
4.2	Problème d'optimisation topologique .....	160
4.2.1	Modèle à réluctances maillées.....	160
4.2.2	Mise en place de l'optimisation .....	168
4.2.3	Calculs du gradient .....	172
4.2.4	Résultat.....	179
4.2.5	Conclusion intermédiaire .....	186

4.3	Impression et caractérisation des formes obtenues.....	188
4.3.1	Passage en STL.....	188
4.3.2	Mesures expérimentales.....	191
4.4	Étude de l'impact du procédé sur les performances.....	193
4.4.1	Éprouvettes de traction en acier inoxydable 316L.....	193
4.4.2	Tores magnétiques en fer silicium 3%.....	200
4.5	Conclusion.....	203
4.6	Références bibliographiques.....	205
	Conclusion générale.....	209
	Annexes.....	213
	Annexe 1 : Documentation Feedstock PolyMIM.....	214
	Annexe 2 : Masse volumique par double pesée.....	218
	Annexe 3 : Induction dans un Tore.....	219
	Annexe 4 : Calcul de $\partial L \partial \rho$ pour l'adjoint appliqué au modèle MEC.....	221
	Cas général :.....	224
	Cas particuliers.....	225
	Annexe 5 : Stratégie de frittage ferrite en escalier.....	229
	Annexe 6 : Liste des publications et valorisations scientifiques.....	230
	Conférences :.....	230
	Articles :.....	230
	Autre :.....	230

# Liste des figures

## Introduction :

Figure 1 : Structure du manuscrit.....	4
--	---

## Chapitre 1 :

Figure 1 : Exemples de pièces exploitant les capacités propres à l'impression 3D.....	20
Figure 2 : Exemple de pièce dont la géométrie a été obtenue par optimisation topologique.....	21
Figure 3 : Schéma d'une tête d'impression pour un feedstock sous forme de filament .....	22
Figure 4 : Schéma des principaux éléments des imprimantes SLA (à gauche) et DLP (à droite) .....	24
Figure 5 : Schéma du fonctionnement d'une imprimante de type SLM [35].....	25
Figure 6 : Schéma du procédé d'impression DED à partir d'un feedstock poudre fondu par un laser [35] .....	26
Figure 7 : Schéma d'une courbe BH pour un matériau magnétique doux à gauche et un matériau dur à droite .....	28
Figure 8 : Procédé de laminage et noyau d'inductance enroulé puis maintenu à l'aide d'une résine .	30
Figure 9 : Carte d'alimentation sur laquelle figure plusieurs composants magnétiques doux en ferrite .....	31
Figure 10 : Moule utilisé pour le pressage de poudre de ferrite .....	32
Figure 11 : Exemples de formes classiques pour les noyaux magnétiques en ferrite .....	32
Figure 12 : Exemples de travaux de fabrication additive de la bibliographie destinées à des applications du génie électrique.....	33
Figure 13 : Procédés d'impression indirects et format du feedstock chargé correspondant.....	36

## Chapitre 2 :

Figure 1: Cycle de fabrication MIM .....	49
Figure 2 : Schéma d'un feedstock granulé de polymère chargé pour le MIM .....	50
Figure 3 : Mécanisme de diffusion à l'origine du frittage au niveau de l'interface entre deux grains ...	51
Figure 4 : Schématisation du passage d'un agglomérat à un objet solide dense par frittage [3] .....	51
Figure 5 : Différents types de granulés .....	54
Figure 6 : Pièce imprimée à partir d'un feedstock sous forme de filament. Ce dodécaèdre évidé présente différentes parties inclinées et en surplomb. ....	55
Figure 7 : Comparaison des éléments d'une tête d'extrusion granulé avec une tête d'impression pour feedstock filament.....	57
Figure 8: a) Schéma du profil classique d'une vis d'extrusion [16] .....	58
Figure 9: Mahor V3 Extruder parts + E3D fixing plate.....	59
Figure 10 : a) Imprimante E3D Tool Changer .....	60
Figure 11 : Pièces d'adaptation Mahor XYZ V3 pour E3D Tool changer.....	61
Figure 12 : Passage du fichier numérique à l'imprimante.....	61
Figure 13 : Volume à extruder pour l'impression d'une ligne .....	62
Figure 14 : Impression d'un cylindre en mode vase.....	63
Figure 15 : Pièces de calibration du débit d'extrusion .....	64

Figure 16 : Défaut de d'impression au niveau du début d'une ligne .....	64
Figure 17 : Pièces de calibration visant à supprimer les coulures entre les éléments ou l'effet de stringing.....	65
Figure 18 : Pièce de calibration : L'objectif est de trouver les paramètres du procédé d'impression qui permettent de réaliser des éléments en surplomb (20°, 30°, 40°,50°) sans support. ....	68
Figure 19 : Pièces vertes réalisées à partir du feedstock PolyMIM 316L .....	69
Figure 20 : Cycle de déliantage/frittage thermique pour les granulés PolyMIM® 316L .....	70
Figure 21 : Four de frittage haut de gamme du CRITT Matériaux Innovation de Charleville Mézières	70
Figure 22 : Four de frittage Pyrox (≈50k€ ; température maxi 1600°C) .....	71
Figure 23 : Dispositif de double pesée .....	72
Figure 24 : Porosités et double pesée .....	73
Figure 25 : Gabarit d'une éprouvette de traction (à gauche) .....	74
Figure 26 : Déposition d'une ligne. L'épaisseur est contrôlée par la hauteur de la buse. ....	75
Figure 27 : Défaut de sur-extrusion sur la dernière face d'une impression.....	75
Figure 28 : Observation au Microscope Électronique à Balayage en électrons rétrodiffusés .....	77
Figure 29 : Mesure des surfaces des grains dans le logiciel ImageJ.....	78
Figure 30 : Distribution granulométrique et cumulé obtenus à partir d'une observation MEB sur pièce verte PolyMIM 316L .....	78
Figure 31 : Observation au Microscope Électronique à Balayage en électrons secondaires : Face supérieure de la pièce verte imprimée à partir de granulés PolyMIM® 316L (Image : Sophie Badin) .	79
Figure 32 : Observation au Microscope Électronique à Balayage en électrons secondaires : Tranche de la pièce verte imprimée à partir de granulés PolyMIM® 316L (Image : Sophie Badin).....	79
Figure 33 : Observation au Microscope Électronique à Balayage en électrons secondaires et électrons rétrodiffusés : Face supérieure non polie d'une pièce frittée imprimée à partir de granulés PolyMIM® 316L .....	80
Figure 34 : Observation au Microscope Électronique à Balayage : Face supérieure polie d'une pièce frittée imprimée à partir de granulés PolyMIM® 316L .....	80
Figure 35 : Schéma de l'allure d'une courbe de traction classique pour un acier .....	81
Figure 36 : Schéma du dispositif expérimental d'essais de traction monotone .....	82
Figure 37 : Courbe de traction d'une éprouvette en acier inoxydable 316L imprimée et frittée.....	83
Figure 38 : Éprouvettes épaisses, verte (à gauche) et frittée sans polissage (à droite).....	84
Figure 39 : Éprouvettes fines, verte (à gauche) et frittée après polissage (à droite).....	84
Figure 40 : Chemin de dépose des lignes de matière.....	86
Figure 41 : Impression d'un tore à partir de granulés PolyMIM Fe3%Si en vue d'une caractérisation magnétique .....	87
Figure 42 : Cycle de déliantage/frittage pour les granulés PolyMIM Fe3%Si .....	87
Figure 43 : Tore Fe3%Si imprimé et fritté .....	88
Figure 44 : Cycle d'hystérésis d'un tore Fe3%Si à 5Hz.....	89
Figure 45 : Tore isolé et bobiné pour la caractérisation magnétique du matériau qui compose son noyau.....	89
Figure 46 : Caractérisation magnétique à 5 Hz d'un tore (42/26/13) imprimé en Fe3%Si et fritté sous RH5 .....	90
Figure 47 : Caractérisation magnétique à 5 Hz d'un tore (42/26/2) imprimé en Fe3%Si et fritté sous H2 .....	91

Figure 48 : Caractérisation magnétique à 5 Hz d'un tore (42/26/2) imprimé en Fe <sub>3</sub> Si et fritté sous RH5 .....	91
Figure 49 : Caractérisation magnétique à 5 Hz des tores (42/26/2) en Fe <sub>3</sub> Si imprimé .....	92
Figure 50 : Extrapolation de l'énergie spécifique P/f à fréquence nulle .....	93
Figure 51 : Comparaison des pertes totales mesurées avec les pertes quasi-statiques extrapolées à 50Hz.....	94
Figure 52 : Impact de la fréquence d'excitation sur le cycle d'hystérésis.....	94

### Chapitre 3 :

Figure 1 : Réseau spinelle caractéristique des ferrites Mn Zn .....	103
Figure 2 : Procédé de fabrication conventionnelle d'une pièce en ferrite magnétique à partir de poudre, par pressage et frittage. ....	104
Figure 3 : Moment magnétique.....	105
Figure 4 : Configurations électroniques de la couche externe des cations du ferrite Mn-Zn.....	106
Figure 5 : Domaine magnétique de Weiss [30] .....	106
Figure 6 : Arrangement des moments magnétiques atomiques dans un matériau ferromagnétique et aimantation résultante.....	107
Figure 7 : Parois de Bloch [30].....	107
Figure 8 : Arrangement des moments magnétiques atomiques dans un matériau antiferromagnétique (a) et ferrimagnétique (b).....	108
Figure 9 : (a) Extrudeuse bi-vis Process 11 .....	111
Figure 10 : Granuleuse .....	112
Figure 11 : Profil de températures de la ligne d'extrusion.....	113
Figure 12 : Poudre de ferrite .....	114
Figure 13 : Analyse granulométrique de la poudre de ferrite Ferroxcube.....	114
Figure 14 : Échantillons utilisés pour calibrer l'impression et le déliantage chimique .....	115
Figure 15 : Résidus de matière après déliantage, visiblement constitués de ferrite .....	116
Figure 16 : Essais de déliantage successifs en vue d'obtenir les conditions les plus efficaces .....	117
Figure 17 : Pièce verte imprimée avec une formulation granulée chargé à 40% en ferrite (mélange simple).....	118
Figure 18 : Éléments constitutifs de l'imprimante DLP Admaflex 130 .....	121
Figure 19 : Procédé d'impression DLP .....	121
Figure 20 : Épaisseur de polymérisation .....	122
Figure 21 : Poudre de ferrite dans une pièce verte, image obtenue au microscope électronique à balayage .....	123
Figure 22 : Pénétration de la lumière dans le feedstock résine.....	123
Figure 23 : Répartition granulométrique de la poudre initiale et gamme visée.....	124
Figure 24 : Schéma d'un séparateur à air.....	125
Figure 25 : Processus de sélection des poudres en deux coupures .....	126
Figure 26 : Répartition granulométrique de la poudre après sélection dans le séparateur à air .....	126
Figure 27 : Tamis sur une plateforme vibrante .....	127
Figure 28 : Répartition granulométrique de poudre déchets et gamme visée par tamisage .....	127
Figure 29 : Pattern en damier pour réaliser un test de polymérisation.....	128

Figure 30 : Tore vert en ferrite imprimée par DLP sur plaque support (à gauche) et après déliantage chimique (à droite) .....	130
Figure 31 : ATG et DSC sur la poudre de ferrite Mn-Zn seule .....	132
Figure 32 : Analyse Thermogravimétrique (ATG) sur une pièce imprimée par procédé CIM-like avec des granulés de polymères chargés 40%vol de ferrite .....	133
Figure 33 : Calorimétrie Différentielle à balayage (DSC) sur une pièce imprimée par procédé CIM-like avec des granulés de polymères chargés 40%vol de ferrite .....	133
Figure 34 : Analyse Thermogravimétrique (ATG) sur une pièce imprimée par procédé DLP avec une résine chargée 30% vol de ferrite.....	134
Figure 35 : Calorimétrie Différentielle à balayage (DSC) sur une pièce imprimée par procédé DLP avec une résine chargée 30% vol de ferrite .....	134
Figure 36 : Cycle de déliantage/frittage .....	135
Figure 37 : Cycle de déliantage/frittage .....	135
Figure 38 : Pièce avant et après impression : tore PLA/PVOH ferrite, parallélépipède PLA/PVOH/ferrite et tore résine/ferrite .....	138
Figure 39 : Apparition de défauts lors du traitement thermique PLA/PVOH/ferrite en haut et résine/ferrite en bas.....	139
Figure 40 : Images MEB SE et BSE d'un échantillon CIM-like chargé à 30% et fritté de manière satisfaisante à 1450°C sous air .....	140
Figure 41 : Images MEB SE et BSE d'un échantillon DLP chargé à 20% et fritté de manière satisfaisante à 1300°C sous N2.....	141
Figure 42 : Images MEB SE et BSE de la poudre seule frittée à 1300°C sous N2 .....	141
Figure 43 : Images MEB SE et BSE d'un échantillon CIM-like chargé à 30% et fritté de manière insatisfaisante à 1300°C sous N2.....	142
Figure 44 : Images MEB SE d'un échantillon DLP chargé à 30% et fritté de manière insatisfaisante à 1350°C sous N2.....	142
Figure 45 : Spectre EDS de la poudre de ferrite Mn-Zn vierge (encapsulée dans une pièce verte CIM-like) .....	143
Figure 46 : Spectre EDS d'un tore fritté à 1450°C sous air .....	143
Figure 47 : Tore en ferrite produit par le procédé CIM-like et préparé pour la caractérisation magnétique .....	144
Figure 48 : Caractérisation magnétique d'un tore CIM-like fritté à 1400°C sous air .....	144
Figure 49 : Diagramme de phases du ferrite MnZn.....	146

#### Chapitre 4 :

Figure 1 : Processus d'optimisation itératif.....	155
Figure 2 : Géométrie parallélépipédique utilisée pour le calcul de la réluctance.....	160
Figure 3 : Discrétisation régulière du noyau magnétique pour la mise en place du MEC .....	161
Figure 4 : Numérotation dans le repère (Oij) des éléments du circuit magnétique présents dans chaque case du réseau.....	161
Figure 5 : Construction du modèle 2D. Seuls les éléments du circuit magnétique compris dans le plan sont considérés car la composante verticale est négligée.....	162
Figure 6 : Schéma des neuf premiers éléments d'un réseau de réluctance et flux de mailles associés (en rouge) .....	162

Figure 7 : Représentation de la structure du vecteur des flux de mailles.....	164
Figure 8 : Représentation du système matriciel L correspondant aux équations des différentes mailles .....	165
Figure 9 : Structure du modèle MEC .....	166
Figure 10 : Géométrie du noyau simple utilisée pour valider le modèle MEC avec un modèle EF ....	166
Figure 11 : Affectation de la force magnéto motrice .....	167
Figure 12 : Validation du MEC sur un cas simple : module de l'induction magnétique Bmod et inductance L .....	167
Figure 13 : Temps d'exécution du MEC en fonction du nombre de variables .....	168
Figure 14 : Dimensions du noyau magnétique commercial E30/15/7 pris comme référence et schéma du composant complet composé de deux E l'un sur l'autre .....	169
Figure 15 : Moitié de noyau prise comme référence et espace de design .....	170
Figure 16 : Fonction de mapping.....	170
Figure 17 : Évolution de la fonction de pénalisation des valeurs intermédiaires .....	171
Figure 18 : Différentes discrétisation d'un modèle simple utilisé pour la comparaison des gradients .....	173
Figure 19 : Temps de calcul du gradient par différence finie.....	174
Figure 20 : Temps de calcul du gradient par la méthode de la variable adjointe .....	179
Figure 21 : Matrices initiales aléatoires binaires pour différentes discrétisations .....	180
Figure 22 : Noyaux optimisés avec une forte présence de valeurs intermédiaires (contraintes de 80%) .....	180
Figure 23 : Valeurs intermédiaires des noyaux optimisés. Seuil de 0.05 .....	181
Figure 24 : Noyaux optimisés sans pénalisation et valeurs intermédiaires pour une valeur du paramètre « First Order Optimality » de $10^{-6}$ pour les deux discrétisations les plus élevées.....	181
Figure 25 : Noyaux optimisés avec l'utilisation d'une pénalisation des valeurs intermédiaires. $\alpha = 0.8$ .....	182
Figure 26 : Valeurs intermédiaires des noyaux optimisés avec pénalisation. Seuil de 0.05 .....	182
Figure 27 : Exemples de noyaux sous optimaux faisant apparaître des structures résiduelles.....	183
Figure 28 : Front de Pareto du problème d'optimisation résolu avec deux optimisations consécutives .....	184
Figure 29 : Noyaux optimaux obtenus pour différentes contraintes.....	184
Figure 30 : Superposition de noyaux optimaux obtenus pour différents points initiaux .....	185
Figure 31 : Convergence de la fonction objectif pour la même optimisation sans pénalisation commencée à partir de points initiaux aléatoires différents.....	185
Figure 32 : Différence entre les noyaux optimisés sans pénalisation .....	186
Figure 33 : Convergence de la fonction objectif pour la seconde optimisation commencée à partir des noyaux optimisés sans pénalisation.....	186
Figure 34 : Reconstruction d'un noyau à partir d'un profil optimisé .....	187
Figure 35 : Passage du noyau optimisé à un composant imprimé.....	190
Figure 36 : Noyau optimisé et bobinage .....	191
Figure 37 : Inductances des noyaux optimisés normalisées par rapport au noyau originale E30 - Mesures expérimentales à 20Hz et optimisations .....	192
Figure 38 : Stratégies de remplissage utilisées pour comparer l'impact du procédé sur les performances en traction. ....	193

Figure 39 : Étapes d'un scan tomographique RX avec une coupe reconstruite d'un alliage d'aluminium. Source : isis4d.univ-lille1.fr .....	194
Figure 40 : Radiographie Rayons X d'éprouvettes L verte et frittée .....	195
Figure 41 : Radiographie d'une éprouvette L frittée (emplacement du mord) .....	196
Figure 42 : Radiographies des éprouvettes P et 45° frittées.....	196
Figure 43 : Performances mécaniques en traction des différents types d'éprouvettes : E et Re.....	198
Figure 44 : Performances mécaniques en traction des différents types d'éprouvettes : Rm et A% ..	198
Figure 45 : Comparaison des courbes de traction de deux éprouvettes en acier inoxydable 316L frittées sous RH5 et sous H2 .....	199
Figure 46 : Modèles équivalents faisant apparaître les réluctances liées aux porosités réparties en fonction du motif de dépôt .....	200
Figure 47 : Stratégies d'impression. ....	201
Figure 48 : Courbes B-H à 5Hz des tores RAD et OR imprimées en Fe3%Si et frittés sous RH5 .....	202
Figure 49 : Perméabilités relatives à 5Hz des tores RAD et OR imprimées en Fe3%Si et frittés sous RH5 .....	202

#### Annexes :

Figure 1 : Schéma du tore.....	219
Figure 2 : Contour considéré .....	219
Figure 3 : Enroulement autour du noyau magnétique.....	220
Figure 4 : Induction dans la section de tore en fonction du rayon r et de la hauteur z.....	220
Figure 5 : Quatre éléments d'un réseaux de réluctance et les flux de mailles associés .....	221
Figure 6 : Représentation du système matriciel correspondant aux équations des différentes mailles .....	222
Figure 7 : Lignes considérées pour la case $\rho_{i,j}$ du MEC .....	222
Figure 8 : Cases considérées pour la case $\rho_{i,j}$ du MEC .....	223
Figure 9 : Numérotation des éléments non nul dans la matrice dérivée.....	224
Figure 10 : Stratégie de frittage pour conserver la phase spinelle .....	229

# Liste des tableaux

## Chapitre 1 :

Tableau 1 : Propriétés magnétique de ferrites commerciaux.....	31
--	----

## Chapitre 2 :

Tableau 1 : Avantages et inconvénients du procédé MIM-like.....	52
Tableau 2 : Exemple de paramètres d'impression utilisés.....	68
Tableau 3 : Dimensions des éprouvettes de traction en acier 316L avant puis après frittage sous H2 et taux de rétraction.....	74
Tableau 4 : Propriétés mécaniques moyennes en traction de l'acier inoxydable 316L pour différents procédés.....	84
Tableau 5 : Masses volumiques d'alliages Fer Silicium pour différents procédés.....	88
Tableau 6 : Valeurs moyennes et écarts-types de $B_{1000A/m}$ et $\mu_{r\_max}$ à 5 Hz pour les frittages H2 et RH5.....	92
Tableau 7 : Pertes totales et pertes par hystérésis à 50Hz.....	94
Tableau 8 : Performances obtenues après frittage.....	95

## Chapitre 3 :

Tableau 1 : Aimantation à saturation à 0 K en magnéton de Bohr ( $\mu_B$ ) par unité de formule pour les principaux ferrites simples à structure spinelle [29].....	109
Tableau 2 : Composition de la poudre de ferrite.....	114
Tableau 3 : Composition des formulations réalisées pour un feedstock de granulés chargés en ferrite (% volumique).....	116
Tableau 4 : Résumé des principaux essais d'impression.....	129
Tableau 5 : Comparatif des différents essais de frittage.....	136

## Chapitre 4 :

Tableau 1 : Temps d'exécution pour du modèle MEC en fonction du nombre de variables.....	168
Tableau 2 : Principaux paramètres utilisés.....	172
Tableau 3 : Comparaison des temps de calcul pour compléter un processus d'optimisation.....	179
Tableau 4 : Valeurs d'inductance optimisées pour une contrainte $\alpha = 0.6$ .....	185
Tableau 5 : Inductances des noyaux optimisés sur le modèle MEC avec ceux optimisé sur le modèle éléments finis.....	188
Tableau 6 : Masse des échantillons optimisés imprimés et frittés.....	189
Tableau 7 : Inductances des noyaux optimisés.....	192
Tableau 8 : Rétraction moyenne des différents types d'éprouvettes.....	197

# 1 État de l'art général sur la fabrication additive

1	État de l'art général sur la fabrication additive.....	17
1.1	Fabriquer en ajoutant de la matière : Solutions techniques et intérêts .....	20
1.1.1	Limites des procédés de fabrication classiques et réponse de la fabrication additive .	20
1.1.2	Procédé de fabrication additive pour les matériaux polymères : Premières technologies et brevets.....	22
1.1.3	Procédé de fabrication additive pour les matériaux métalliques et céramiques : procédés directs .....	24
1.2	Vers la fabrication additive des matériaux magnétiques doux.....	28
1.2.1	Procédés de fabrication conventionnels .....	29
1.2.2	La fabrication additive pour le domaine du génie électrique .....	32
1.3	Choix d'une technologie d'impression 3D.....	35
1.3.1	Procédés de fabrication additive indirects.....	35
1.3.2	OpenSource hardware.....	36
1.4	Conclusion et présentation du plan .....	38
1.5	Références bibliographiques .....	40

La fabrication additive désigne une multitude de solutions techniques qui permettent la création d'une pièce par ajout de matière. Il s'agit de processus séquentiels, contrôlés numériquement et qui procèdent le plus souvent par empilements successifs de couches horizontales. Ces technologies connaissent actuellement un essor considérable, tant du point de vue commercial que de leurs applications dans des domaines très variés. En effet, l'ouverture des brevets posés sur les premières technologies apparues à la fin des années 80 a mené à une augmentation conséquente de leur utilisation, ainsi qu'à de nombreuses améliorations en termes de stabilité, d'accessibilité, de performances et de précision.

Souvent présentée comme une méthode de prototypage rapide destinée à des pièces faites en polymères, l'impression 3D dépasse désormais cette définition et s'inscrit comme un véritable outil de production. Elle constitue une réponse pertinente aux problématiques des divers secteurs de la recherche scientifique et de l'industrie, notamment grâce à sa grande polyvalence et en offrant plus de flexibilité que les procédés conventionnels. Cependant, la fabrication additive n'a pas vocation à remplacer les procédés classiques et son utilisation n'est adéquate que si elle leur est complémentaire. Ainsi, l'impression 3D est tout indiquée pour la création de géométries lacunaires, de profils élancés et non linéaires, ou d'éléments difficilement réalisables voire inaccessibles une fois la pièce finie. Elle peut être mise en place pour un usage ponctuel dans le cadre d'une application nécessitant un dimensionnement personnalisé, ou bien pour la production en petite quantité de certaines pièces spécifiques, pour des éléments de réparation par exemple.

Parmi les différents procédés de fabrication additive existants, certains atteignent aujourd'hui un niveau de maturité très élevé qui permet la mise en forme de géométries complexes pour une large gamme de polymères, de métaux et de céramiques. Les polymères sont les matériaux les plus communément rencontrés et ils bénéficient d'une forte expérience. Ils sont utilisés pour leur facilité de mise en œuvre et leur prix bas. De plus, leur résistance mécanique, bien que plutôt faible, convient à de nombreuses applications pour la production de pièces supports ou de petits équipements [1], [2]. Les polymères permettent également l'ajout d'additifs de différentes natures afin de modifier certaines de leurs propriétés ou pour produire des matériaux composites [3]. Pour des cas d'usages qui nécessitent de plus grandes performances mécaniques, il est possible d'imprimer des métaux. Les domaines de l'aéronautique [4], [5] et de l'automobile de pointe [6] ont par exemple souvent recours aux aciers [7] ou aux alliages de titane [8]. Ainsi, ces domaines peuvent disposer d'une flexibilité accrue, tant au niveau de la conception des pièces [9] que de leur production [10]. Par exemple, imprimer ces matériaux peut permettre d'alléger certains composants, de mieux adapter certaines pièces à des systèmes complexes ou encore de faire une utilisation plus économe de la matière première. Enfin, les matériaux céramiques peuvent également être fabriqués additivement pour des applications qui nécessitent des pièces inertes chimiquement, telles que celles faites en alumine ou en zircone. En particulier, ces matériaux trouvent de nombreux usages dans le domaine médical pour la réalisation d'implants dentaires [11], [12] ou de prothèses faites dans des matériaux biocompatibles [13], [14].

Pour de nombreux secteurs, ces procédés permettent de répondre à un grand nombre de nouvelles problématiques. C'est le cas du génie électrique, dont les applications font souvent intervenir diverses classes de matériaux ainsi que des contraintes de dimensionnement fortes. Plusieurs systèmes d'électrotechnique et d'électronique de puissance sont aujourd'hui limités par les capacités des procédés de fabrication conventionnels. En effet, ces domaines rencontrent de nombreuses difficultés

liées à des limitations géométriques et à des temps de développement longs. Il s'agit précisément d'obstacles que la fabrication additive peut aider à surmonter.

Cependant, l'utilisation de l'impression 3D présente également de nombreuses spécificités et défis qui dépendent principalement du type de technologie utilisé. Par exemple, la plupart des procédés fonctionnent à des températures élevées, en particulier pour la fabrication de pièces métalliques par fusion. De fortes contraintes thermiques apparaissent pendant l'impression et provoquent souvent des déformations importantes des pièces [15] ou une modification de la microstructure du matériau. Le phénomène de « warping », souvent présent lors de l'impression des polymères qui présentent un taux de rétraction thermique important, illustre également cette difficulté. Aussi appelé gauchissement, il se traduit par le décollement des éléments en périphérie de la pièce. Une partie de la pièce n'adhère plus au plateau et celle-ci se trouve fortement déformée. De manière similaire, le fait de construire une pièce par empilement de couches les unes à la suite des autres peut générer une anisotropie qui impacte certaines propriétés physiques mais peut également provoquer la présence de porosités dans le volume. Enfin, ces procédés présentent également des freins à leur utilisation. Qu'il s'agisse de leur prix ou de la capacité à paramétrer et modifier certains aspects matériels peu accessibles dans une machine commerciale, la mise en place de développements nouveaux dans le cadre de travaux de recherche peut se révéler difficile. Elle dépendra grandement de l'ouverture des équipements utilisés, notamment au niveau logiciel.

Ce premier chapitre a pour objectif de présenter certains des procédés d'impression 3D les plus utilisés ainsi que leurs principes de fonctionnement, afin de définir le contexte technologique actuel et d'aider le lecteur à situer les travaux développés par la suite. Dans un premier temps, les principaux procédés de fabrication additive seront abordés ainsi que les applications au travers desquelles ceux-ci sont exploités dans la bibliographie. Les limites et difficultés qui sont rencontrées seront également évoquées ainsi que les récentes ouvertures qui permettent l'amélioration de leur accès et de leur utilisation. Par la suite, le point sera fait sur l'état actuel de ces procédés au sein de la communauté du génie électrique et plus précisément de leur application aux matériaux magnétiques. Cela nous permettra pour finir de présenter la direction de recherche qui a été adoptée ainsi que les objectifs envisagés pour l'application de la fabrication additive au domaine du génie électrique.

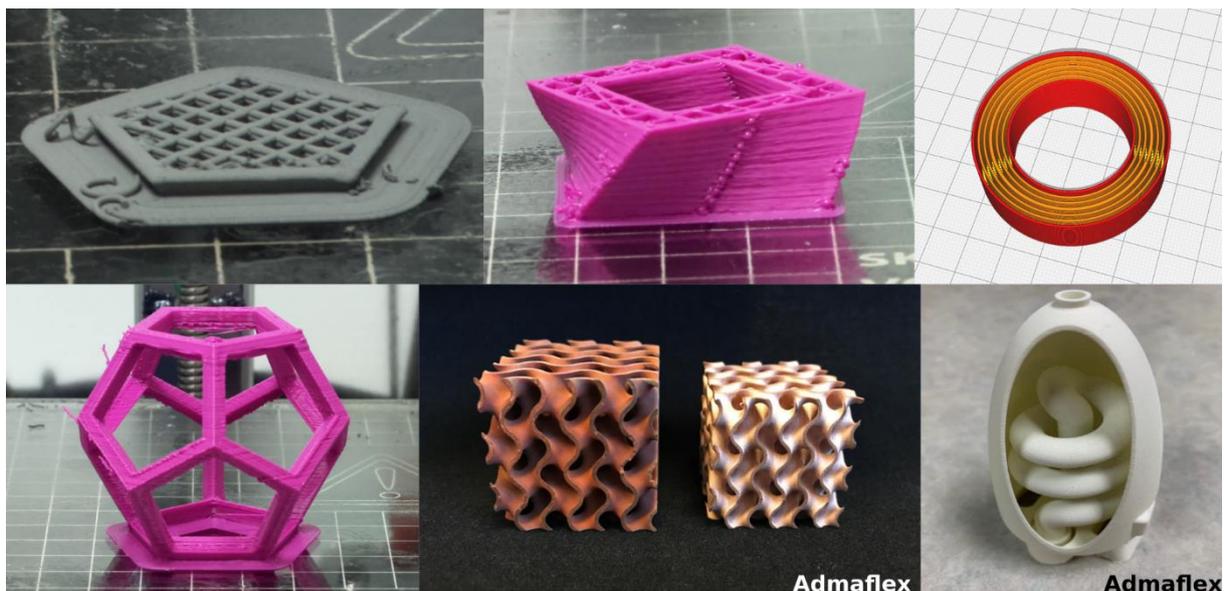
## 1.1 Fabriquer en ajoutant de la matière : Solutions techniques et intérêts

### 1.1.1 Limites des procédés de fabrication classiques et réponse de la fabrication additive

Pour introduire la fabrication additive, il est possible de considérer les limites rencontrées par les procédés de fabrication conventionnels. En particulier, on considère ici les méthodes qui procèdent par soustraction de matière telles que l'usinage ou les procédés de découpe, ainsi que celles qui ont recours à la préparation de moules pour l'injection et la fonderie, ou encore la création d'assemblages. La fabrication additive constitue une réponse à certaines des difficultés que ces procédés peuvent rencontrer classiquement.

#### 1.1.1.1 Réalisation de géométries complexes

L'impression 3D est souvent mise en avant pour la grande liberté de formes qu'elle propose. Ce premier avantage rend possible la réalisation de pièces composées de poutres, d'éléments internes ou de structures « lattices » utilisées comme remplissage telles que celles visibles sur la Figure 1. Ces dernières permettent généralement d'alléger une pièce en y insérant de nombreux vides tout en conservant une résistance mécanique suffisante. Elles sont typiquement inaccessibles pour des procédés de moulage par injection ou pour l'usinage conventionnel car elles se situent à l'intérieur de la pièce.



*Figure 1 : Exemples de pièces exploitant les capacités propres à l'impression 3D  
L'intérieur des pièces du haut est rempli avec un motif lacunaire.  
Les pièces du bas sont constituées d'éléments élancés ou de structures internes.*

Un autre exemple des capacités géométriques offertes par la fabrication additive est celui de la réalisation de pièces dont la forme est issue d'un processus d'optimisation topologique [16]. Celles-ci présentent souvent des géométries très élancées et complexes. Une possible application consiste à utiliser un algorithme pour déterminer le positionnement de la matière qui minimise le poids d'une pièce tout en assurant sa tenue mécanique [17]. Une pièce optimisée dans ce but et dont la géométrie est fortement lacunaire est visible sur la Figure 2. Il est vrai que recourir à des procédés d'usinage pilotés informatiquement peut permettre de réaliser de telles pièces, mais cela se traduirait dans la plupart des cas par la perte d'une grande partie de la matière de départ pouvant atteindre jusqu'à 90% [18], en particulier pour les pièces qui présentent un nombre important de cavités [19].

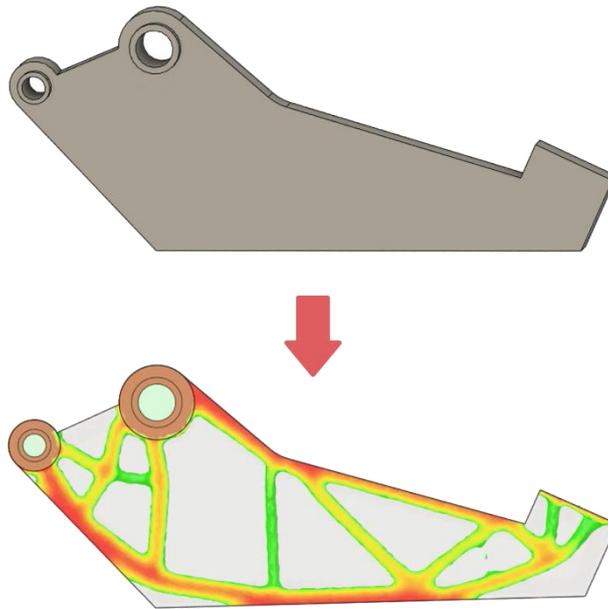


Figure 2 : Exemple de pièce dont la géométrie a été obtenue par optimisation topologique.  
Source : Fusion 360 ([help.autodesk.com/view/fusion360/ENU/?guid=SIM-SHAPE-OP](https://help.autodesk.com/view/fusion360/ENU/?guid=SIM-SHAPE-OP))

### 1.1.1.2 Mise en forme de matériaux difficiles à usiner et économie de moyen

L'utilisation de la fabrication additive peut également être intéressante pour des matériaux durs. En effet, le comportement fragile des céramiques ou de certains alliages métalliques (comme le fer silicium Fe6.5%Si) rend très délicat leur usinage. Il est alors nécessaire d'utiliser des outils de coupe spécialisés ou de recourir à d'autres procédés de fabrication, tels que le forgeage ou le moulage des métaux à l'état liquide. Pour les céramiques, la mise en forme se fait le plus souvent à partir de poudres qui sont pressées et maintenues en place à l'aide de liants pour ensuite subir un traitement de frittage qui permet leur densification. Cependant, ces méthodes limitent fortement l'accès à des géométries complexes pour les pièces produites.

Un autre intérêt réside dans une possible économie de moyen par rapport aux procédés classiques qui nécessitent la préparation d'outils spécifiques en amont de la création de la pièce. Dans le cas de la fabrication par moulage, la conception et la fabrication d'un moule et de noyaux pour générer les formes internes par méthode de type essais-erreurs peuvent nécessiter plusieurs itérations et faire intervenir différentes parties mobiles complexes qui devront être ajustées avec une grande précision. Ces contraintes rallongent de manière conséquente les temps de préparation et obligent, dans la majorité des cas, à ne considérer ces procédés que pour la production de pièces en moyennes et grandes séries. De même, l'impression 3D permet de simplifier la production de pièces complexes en réduisant le nombre d'étapes nécessaires. Par exemple, la fabrication de certains composants fait souvent intervenir différentes opérations d'assemblage (soudure, rivetage, collage, vissage) pour lier plusieurs pièces entre elles. Ces pièces peuvent également être issues de procédés de fabrication conventionnels différents, pour des raisons de faisabilité ou d'économie de matière. La réalisation du composant complet peut alors se révéler complexe puisqu'elle fait intervenir de nombreux équipements et techniques. À l'inverse, la fabrication additive permet d'imprimer la pièce finale en une seule impression dans bien des cas.

Comme nous y reviendrons plus loin, l'impression 3D peut également faciliter l'accès des collectivités et des structures à des moyens de fabrication. Par exemple, les procédés d'impression polymère sont

aujourd'hui facilement utilisables et adaptés à de nombreux projets. De plus, l'évolution de leur prix (300€ – 1500€) les rend abordables pour les particuliers, les établissements d'enseignement ou encore pour les entreprises de petite taille qui ne pourraient pas aisément acquérir des équipements de fabrication classiques. Le déploiement de ces procédés peut donc permettre de traiter en interne une partie de la production ou des développements, accélérant ainsi les temps de réalisation.

### 1.1.2 Procédé de fabrication additive pour les matériaux polymères : Premières technologies et brevets

Les procédés de fabrication additive les plus répandus sont présentés dans cette section, nous considérons tout d'abord ceux qui permettent de produire des pièces faites en polymère. Ces procédés sont les premiers à être utilisés à l'échelle industrielle et restent très pertinents dans le cadre du présent travail de thèse. En effet, nous verrons par la suite qu'il est possible d'adapter ces procédés pour l'impression des matériaux métalliques et céramiques.

#### 1.1.2.1 Dépôt de fil fondu : FFF

Le procédé d'impression 3D le plus répandu est la fabrication par dépôt de fils fondus, ou FFF pour Fused Filament Fabrication. Il s'agit de l'une des premières méthodes de fabrication additive, mise au point par la société Stratasys en 1992. Par ailleurs, le nom commercial FDM (Fused Deposition Modeling), qui résulte du dépôt de brevet correspondant, est également souvent employé pour désigner ce procédé [20]. La forme de la solution technique alors proposée a peu évolué jusqu'aux imprimantes FFF actuelles. Les différents éléments qui la composent sont schématisés sur la Figure 3.

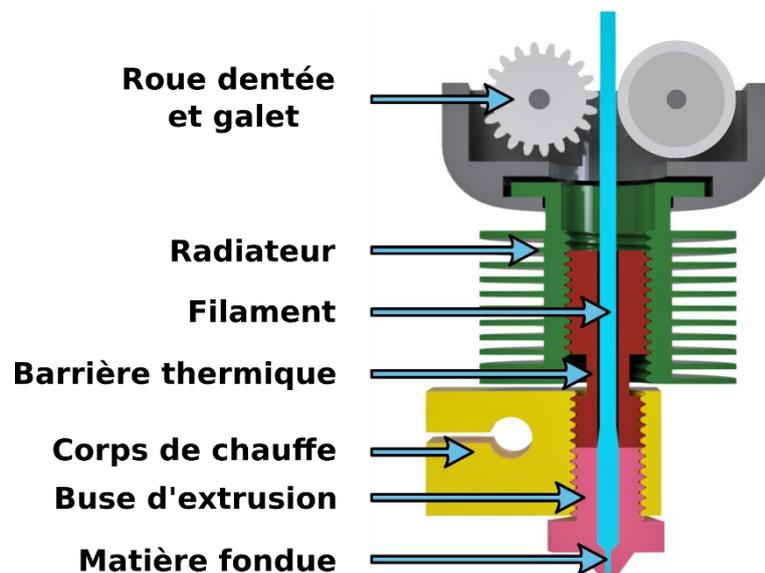


Figure 3 : Schéma d'une tête d'impression pour un feedstock sous forme de filament

Le feedstock polymère est stocké sous forme de filament en bobine de plusieurs centaines de mètres. Un système de pincement entre un galet et une roue dentée contrôlée par un moteur pas à pas entraîne le fil jusqu'au corps de chauffe de la tête d'impression. À son contact, le matériau fond et peut alors être extrudé au travers d'une buse d'extrusion dont le diamètre est connu. Il est ensuite déposé sous forme de lignes de matière molle sur la surface d'impression. Le débit de matière est déterminé par la vitesse à laquelle le fil est inséré et son contrôle précis, synchronisé avec les

mouvements de la tête, permet de construire les différentes couches horizontales qui forment la pièce finale.

Ce procédé est adapté à l'utilisation de différents polymères qui présentent un comportement thermoplastique et qui fondent ou se ramollissent à des températures relativement basses. Les plus courants pour la fabrication de pièces non techniques sont par exemple le PLA (Acide Polylactique), l'ABS (Acrylonitrile Butadiène Styrène) ou le PET (Polyethylene Terephthalate). Ceux-ci s'impriment à des températures comprises entre 200 et 250°C. De plus, à température ambiante, ils présentent un comportement suffisamment peu fragile pour permettre de les manipuler sous cette forme, c'est-à-dire de les bobiner pour les stocker, puis de dérouler cette bobine sans endommager le fil. On trouve également des polymères plus performants tels que le PEEK (Polyether Ether Ketone), le PP (Polypropylène) ou le PA12 (Polyamide), mais leur utilisation nécessite un contrôle de l'environnement d'impression plus important. L'ancienneté de ce procédé et la forte démocratisation qu'ont connues les machines associées ont permis d'en faire la principale solution d'impression pour les polymères. Il est aujourd'hui possible d'obtenir des pièces dont les dimensions vont de quelques millimètres à plusieurs dizaines de centimètres pour une impression dont la durée varie de quelques minutes à quelques dizaines d'heures.

Il s'agit cependant de pièces relativement grossières en comparaison avec les technologies concurrentes, les détails imprimables sont habituellement de l'ordre de 200 à 300  $\mu\text{m}$  [21]. Enfin, l'utilisation de polymères à bas point de fusion limite une partie des applications pour lesquelles le dépôt de fil fondu peut être envisagée. En particulier, les pièces produites présentent une résistance mécanique limitée [22] et ne peuvent pas être placées à proximité d'une source de chaleur en raison de la nature thermoplastique des polymères utilisés et de leur faible température de transition vitreuse (60°C pour le PLA par exemple), température au-dessus de laquelle les pièces se déformeront par fluage.

### 1.1.2.2 Photopolymérisation de résines liquides : DLP/SLA

Une deuxième famille de procédés pour les pièces polymères repose sur la réticulation d'une résine liquide à l'aide d'un rayonnement ultraviolet (UV). Le premier d'entre eux, la stéréolithographie ou SLA [23], constitue la toute première solution d'impression à avoir vu le jour en 1986 [24]. Ce procédé fait intervenir un réservoir rempli d'une résine liquide photosensible. La matière est réticulée localement par photopolymérisation lors du passage d'un laser UV qui dessine la forme des différentes couches dont l'objet est formé. Les différents éléments d'une imprimante SLA sont schématisés sur la Figure 4. Puisque le parcours du laser est projeté sur le fond transparent du réservoir, la pièce est fabriquée à l'envers pour pouvoir la remonter entre chaque couche et amener de la résine fraîche qui permettra la création de l'épaisseur suivante. Une variante de ce procédé consiste à utiliser un projecteur au lieu d'un laser. Dans ce cas, une matrice de LED projette directement une image UV de la couche à imprimer sur la résine. Le procédé employé est alors qualifié de DLP [25] pour Digital Light Processing.

Ces procédés ont pour principal avantage de pouvoir réaliser des pièces dont le niveau de détail est bien supérieur aux technologies FFF, avec une résolution qui peut descendre en dessous des 50  $\mu\text{m}$ . De plus, les matériaux produits sont des polymères thermodurcissables, ils ne présentent donc pas de point de fusion et restent solides jusqu'à ce qu'une augmentation de chaleur ne dégrade les liaisons covalentes fortes intermoléculaires. Ceci permet d'envisager l'utilisation des pièces pour des applications à plus hautes températures. Enfin, le DLP se différencie sur le fait que chaque couche nécessite le même temps de polymérisation puisque tous les pixels peuvent être allumés en même

temps ; là où le laser d'une imprimante SLA devra parcourir un chemin plus ou moins long en fonction de la taille de la pièce.

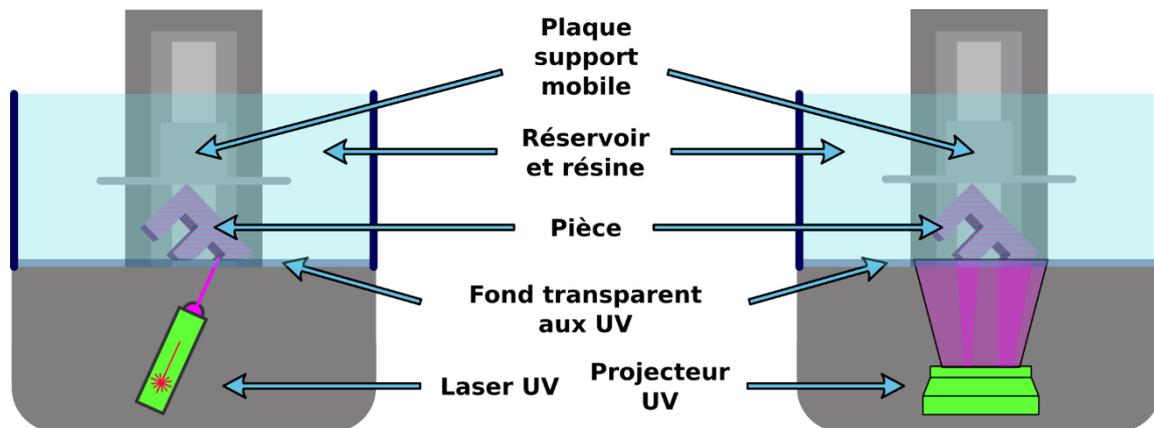


Figure 4 : Schéma des principaux éléments des imprimantes SLA (à gauche) et DLP (à droite)

En contrepartie de leur facilité d'utilisation et de leur accessibilité, les deux procédés présentés précédemment restent limités par les matériaux qu'ils permettent de mettre en forme : des polymères. Ceux-ci sont peu résistants mécaniquement, sensibles à la chaleur et peu durables. Pour accéder à de meilleures performances mécaniques ou à d'autres propriétés physiques (conductivité électrique, thermique ou encore perméabilité magnétique), il est indispensable d'utiliser des métaux ou des céramiques. Les principaux procédés de fabrication additive qui permettent cela sont présentés par la suite.

### 1.1.3 Procédés de fabrication additive pour les matériaux métalliques et céramiques : procédés directs

La mise en forme des matériaux à haut point de fusion peut être réalisée à l'aide de procédés de fabrication additive directs. Ceux-ci permettent d'obtenir une pièce métallique ou céramique directement en sortie d'impression et ont pour point commun de solidifier la matière en apportant une quantité d'énergie thermique importante et de manière ponctuelle. Les procédés directs sont ceux qui ont suscité le plus d'intérêt pour la mise en forme des matériaux métalliques, en particulier pour les procédés de solidification laser sur lit de poudre [26]–[28].

On peut distinguer ces procédés en fonction de la manière par laquelle la matière est ajoutée à la pièce. Soit en solidifiant la géométrie dans une réserve de matière homogène liquide ou pulvérulente, comme le fait le DLP en réticulant une partie de la résine dans le réservoir transparent ; soit en déposant la matière sur la pièce à l'aide d'une tête d'impression, comme le fait l'extrudeur du procédé FFF. Bien que ces procédés ne soient pas utilisés par la suite dans cette thèse, ils représentent les solutions les plus répandues dans l'industrie. Ils sont donc brièvement présentés dans la section suivante, afin d'établir le contexte dans lequel le présent travail de thèse se situe et pour expliquer les choix technologiques qui ont été faits par la suite pour la mise en forme de matériaux métalliques et céramiques.

#### 1.1.3.1 Procédés à lit de poudre

Une première famille de procédés d'impression 3D métal fait intervenir un lit de poudres métalliques. Les grains de matière sont d'abord disposés de manière uniforme pour former une couche d'épaisseur contrôlée, puis ils sont liés entre eux et avec la couche précédente grâce à l'énergie thermique amenée

par un laser (procédés LPB pour Laser Powder Bed) ou un faisceau d'électrons (procédés EBAM pour Electron Beam Additive Manufacturing) [29]. C'est cette source de chaleur qui va parcourir le tracé pour former chaque couche. La solidification du matériau se fait par refroidissement après mise en fusion de la matière dans le cadre des imprimantes SLM [30] (Selective Laser Melting) et EBM [31] (Electron Beam Melting) ; ou par frittage<sup>1</sup> pour les imprimantes SLS [32] (Selective Laser Sintering) et EBS [33] (Electron Beam Sintering). Avant l'impression d'une nouvelle couche, la pièce est enfouie sous une épaisseur de poudre par un système de rouleau ou de balais, comme le suggère la Figure 5. Ce procédé peut également être utilisé avec des poudres de matériaux céramiques ou polymères [34].

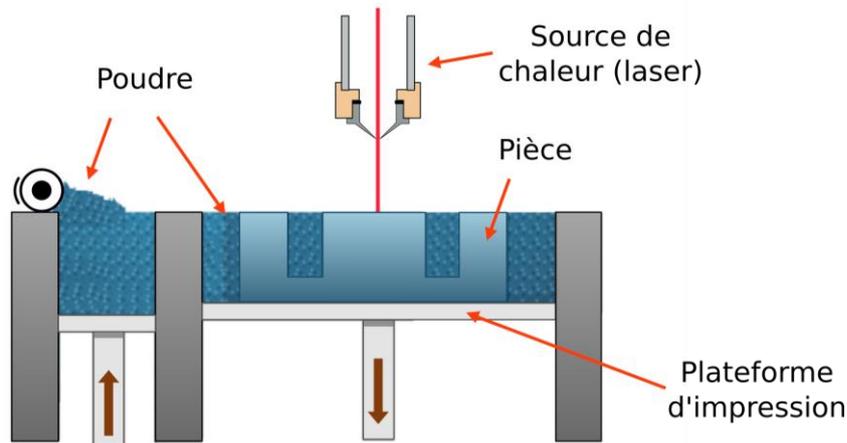


Figure 5 : Schéma du fonctionnement d'une imprimante de type SLM [35]

Ces procédés sont les plus utilisés pour la fabrication de pièces métalliques pour l'industrie et représentent plus de la moitié des applications de l'impression 3D métal [35]. Ils permettent en effet d'obtenir des géométries complexes avec un niveau de détail élevé [36], [37]. Cet essor a encouragé d'importants développements [38], [39] et a permis d'atteindre un haut niveau de maturité technique, améliorant fortement les performances, leur stabilité et la précision du procédé. En effet, un fort contrôle sur les nombreux phénomènes parasites qui peuvent apparaître pendant une impression est nécessaire. On peut par exemple citer les travaux de Sun et al. [40] qui proposent d'instrumenter une machine SLM pour réaliser une observation radio de la pièce pendant l'impression. Ceci permet de mieux comprendre les mécanismes de formation de porosités et de mettre en place des stratégies pour les éliminer. D'autres problématiques similaires concernent le contrôle de la taille du bain de fusion pour les procédés ou de l'environnement d'impression pour éviter l'oxydation des métaux.

### 1.1.3.2 Dépôt direct de matière métallique : DED et WAAM

Une autre solution d'impression directe dédiée aux métaux consiste à faire fondre un feedstock purement métallique en sortie d'une tête d'impression pour directement déposer la matière en fusion. Un premier exemple est le procédé DED [41] (Direct Energy Deposition). Cette méthode utilise un jet de poudre propulsé par un gaz. Comme le montre la Figure 6, les particules projetées sont fondues avant d'atteindre la pièce à l'aide d'une source de chaleur qui prend la forme d'un arc électrique ou d'un laser pour leur permettre de se lier à la pièce. Un autre procédé, le WAAM pour Wire Arc Additive Manufacturing [42], [43] utilise un principe similaire en détournant une tête utilisée pour la soudure MIG (Metal Inert Gaz). La matière est amenée sous forme de baguette métallique pour être fondue et

<sup>1</sup> Le procédé de frittage, souvent utilisé pour fabriquer des pièces à partir de poudres, est présenté au chapitre 2.

déposée sur la pièce, où chaque couche déposée se solidifie par refroidissement local du cordon liquide en fusion.

Ce procédé présente l'avantage d'utiliser des outils déjà existants. Ceci permet à plusieurs auteurs de développer des systèmes d'impression directes pour les métaux qui sont plus abordables et simples de conception [44], [45]. Comparés aux procédés à lit de poudre, les procédés DED permettent une plus grande flexibilité. En effet, il est possible de monter les têtes d'impression sur des bras robotisés, permettant ainsi une grande liberté de déplacement. Ces technologies peuvent donc utiliser des mouvements hors plan pour créer des géométries complexes ou procéder à de la réparation [46]. Elles permettent également la création de pièces de très grandes envergures. Comme précédemment, le contrôle des paramètres du procédé est crucial pour obtenir une pièce performante. On peut citer les travaux de Pringle et al. [47] qui visent à mettre en place l'asservissement de certains paramètres en fonction de données recueillies pendant le procédé.

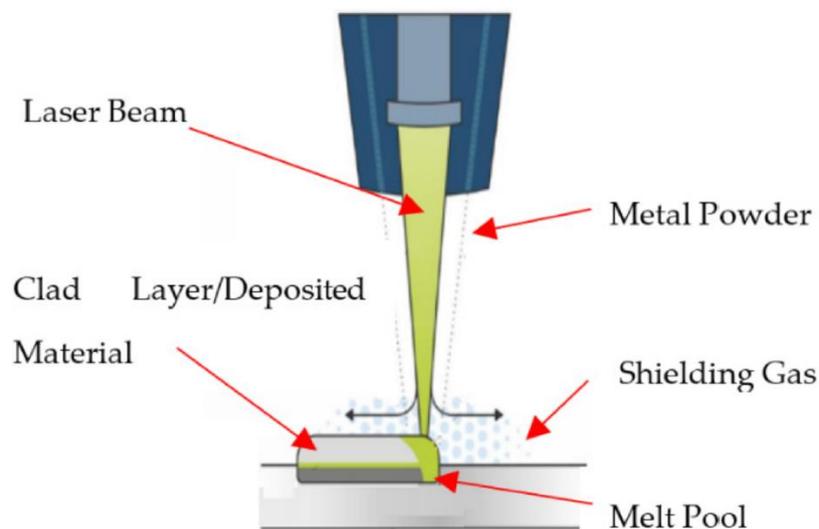


Figure 6 : Schéma du procédé d'impression DED à partir d'un feedstock poudre fondu par un laser [35]

### 1.1.3.3 Limite de prix et complexité technique

Néanmoins, il existe différents freins à la généralisation de ces procédés directs, le premier étant leur coût. Bien que l'on observe une tendance à la baisse des prix, l'acquisition de ce type de machine coûte plusieurs centaines de milliers d'euros, en particulier pour les versions destinées à l'industrie qui proposent des volumes importants et des systèmes d'impression rapides. De plus, dans le cas des procédés à lit de poudre, cet investissement nécessite souvent l'achat d'équipements supplémentaires et indispensables pour le conditionnement et la sécurité. En effet, le fonctionnement du procédé SLM implique un contrôle pointilleux de l'environnement d'impression qui doit être maintenu à température élevée, sous un gaz protecteur. Il est également nécessaire d'être équipé pour la manipulation de poudres dont la granulométrie se situe aux alentours du micromètre ( $10^{-6}$  m).

Par ailleurs, les procédés LPB ont souvent recours à des post-traitements après l'impression. Par exemple, le frittage laser pour certains matériaux produit des pièces peu denses qui doivent passer par un traitement dit HIP [48] (High Isostatic Pressing) pour réduire la présence de porosités, ce qui ajoute un besoin en équipement supplémentaire. Des traitements de recuits peuvent également être effectués pour modifier certaines propriétés du matériau [49], [50], ou encore pour relâcher les

contraintes résiduelles présentes dans la pièce finale et qui résultent de l'application de forts gradients de température à cause de la fusion locale du matériau. Les pièces produites par DED peuvent nécessiter un usinage pour reprendre les surfaces utiles ou réduire leur rugosité [51]. Ces étapes qui interviennent après l'impression viennent nuancer l'appellation de fabrication additive directe. De plus, elles font considérablement augmenter le prix, le niveau de complexité du procédé et le temps nécessaire à la création de l'objet. Elles sont néanmoins indispensables pour la plupart des procédés d'impression directs.

Enfin, la préparation de feedstocks pour des matériaux nouveaux est un objectif d'autant plus délicat du fait que ces machines sont souvent difficiles à modifier. En effet, elles sont souvent destinées à la production et non pas à servir comme support de développement. Enfin, leur prix, qui évolue entre 250 k€ et 1000 k€, reste un obstacle de taille à leur déploiement ainsi qu'à leur utilisation dans un contexte académique ou au sein de petites et moyennes entreprises.

## 1.2 Vers la fabrication additive des matériaux magnétiques doux

Les matériaux magnétiques doux sont un thème d'étude central du génie électrique. Ils interviennent dans de très nombreuses applications du domaine en particulier pour celles qui relèvent de la conversion d'énergie. Par exemple, les circuits magnétiques qui composent les rotors et stators des moteurs et générateurs électriques sont faits d'alliages de fer doux. Ceux-ci permettent la circulation d'un flux magnétique important tout en réduisant les pertes liées au matériau. Un autre exemple est celui des transformateurs de puissance qui permettent de transférer l'énergie électrique avec une adaptation des tensions tout en conservant un rendement élevé. Ces composants sont également faits de matériaux magnétiques doux similaires. La même fonction de transformation est réalisée à plus petite échelle mais pour des fréquences bien plus élevées dans les systèmes d'électronique de puissance. Dans ce cas, on utilise plutôt des céramiques magnétiques pour réaliser des noyaux magnétiques de transformateurs HF ou d'inductances de filtrages.

Ces composants ont pour point commun de fonctionner en régime alternatif. Pour les définir, on utilise donc leur comportement sur un cycle d'hystérésis représenté par une courbe B-H. Cette dernière donne le cycle suivi par l'induction magnétique  $B$  (T) dans le matériau pour une période du champ d'excitation alternatif  $H$  (A/m), comme montré sur la Figure 7. Le cycle de gauche correspond à un matériau doux pour lequel on observe un cycle très étroit, traduisant le fait que le champ coercitif  $H_c$  qu'il faut imposer pour changer le signe de l'induction est très faible ( $H_c < 1$  kA/m). De plus, à excitation  $H$  nulle, l'induction rémanente  $B_r$  est également relativement faible. Puisque l'énergie consommée par les pertes lors d'un cycle correspond à l'intégrale de cette courbe, on comprend que celles-ci restent faibles car le cycle est étroit, ce qui permet d'utiliser ces matériaux dans des applications à champ alternatif pour lesquelles le cycle d'hystérésis B-H est parcouru de plusieurs dizaines à plusieurs milliers de fois par seconde.

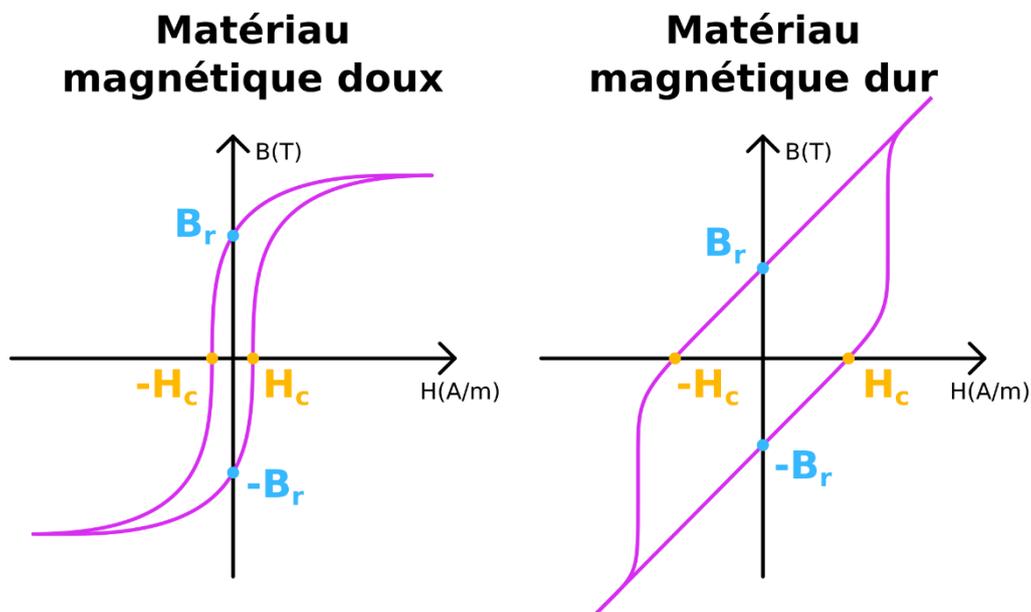


Figure 7 : Schéma d'une courbe BH pour un matériau magnétique doux à gauche et un matériau dur à droite

À l'inverse, un matériau magnétiquement dur présente un fort champ coercitif ( $H_c > 50$  kA/m) et une induction rémanente importante. Ces matériaux sont capables de conserver une aimantation

significative sans excitation externe ( $B_r$  élevé). Ce sont donc des aimants et l'énergie nécessaire pour les désaimanter ou inverser le sens de leur aimantation est bien plus importante. Ils sont donc utilisés comme sources de champ magnétique, là où les matériaux doux servent à le canaliser.

La fabrication des composants magnétiques et l'amélioration de leurs performances représentent un enjeu crucial auquel la fabrication additive peut répondre en palliant les difficultés rencontrées par les procédés de fabrication conventionnels. Dans ces travaux de thèse, deux matériaux magnétiques doux sont considérés en particulier : l'alliage de fer silicium 3% en masse ou  $Fe_{97}Si_3$  ; et le ferrite manganèse zinc ou ferrite Mn-Zn (de formule  $Mn_xZn_yFe_zFe_2O_4$  avec  $x+y+z = 1$ ). Il s'agit de matériaux classiques pour la fabrication de circuits magnétiques. Le premier des deux est un alliage métallique utilisé dans des applications de forte puissance et à basse fréquence (générateur, moteur, transformateur...). Le deuxième est une céramique employée pour la fabrication de noyaux magnétiques que l'on retrouve dans des composants inductifs des systèmes d'alimentation haute fréquence d'électronique de puissance. Par la suite, la fabrication conventionnelle de ces éléments est présentée ainsi que les limites qui sont rencontrées dans le domaine industriel.

### 1.2.1 Procédés de fabrication conventionnels

#### 1.2.1.1 Tôle Fer Silicium

Les alliages de fer silicium sont habituellement produits sous forme de tôles par laminage à chaud comme cela est illustré sur la gauche de la Figure 8. Les formes nécessaires aux circuits magnétiques sont ensuite composées d'empilements de tôles dans lesquels la géométrie a été poinçonnée. C'est le cas pour les circuits magnétiques des machines électriques tournantes. Ces tôles peuvent également être refendues pour obtenir des bandes étroites qui seront ensuite enroulées, imprégnées et découpées. Cette solution est utilisée pour réaliser des noyaux d'inductance basses fréquences. La Figure 8 présente les étapes de laminage et d'enroulement des tôles pour obtenir un tel composant. Sur l'image de droite, on peut voir que l'assemblage de tôles est finalement enrobé à l'aide d'une résine pour assurer le maintien mécanique.

Le procédé de laminage permet de choisir les dimensions des tôles. Celles en fer silicium présentent des épaisseurs allant de 0,2 à 1 mm. En effet, diminuer l'épaisseur permet de réduire les pertes provoquées par l'apparition de courants induits (aussi appelés courants de Foucault). Pour cela, chaque tôle est isolée électriquement de ses voisines à l'aide d'un revêtement. D'autres aspects peuvent également être modifiés au moment du laminage. Par exemple, en orientant la structure cristallographique de l'acier de façon à l'aligner avec la direction du champ magnétique, il est possible d'améliorer la perméabilité du matériau. Ce procédé de fabrication joue un rôle important dans l'efficacité des systèmes de conversion d'énergie.

Néanmoins, les géométries produites par enroulement de tôles sont nécessairement limitées à des extrusion de profils 2D qui ne permettent qu'une faible variété de formes<sup>2</sup>. En réalisant des pièces en fer silicium de manière additive, il sera possible d'envisager des composants plus complexes ainsi que

---

<sup>2</sup> On peut objecter que cette observation n'est pas vraie pour les pièces faites par empilement de tôles poinçonnées. En effet, la fabrication additive fonctionne aussi par empilement de couches horizontales et on peut imaginer découper une succession de profils dans des tôles fines (au laser ou jet d'eau par exemple) pour ensuite les superposer et construire une géométrie complexe. Cependant, une telle solution n'existe pas encore et présenterait d'autres défis propres au maintien des tôles entre elles, à la cohésion de la pièce, ou à la logistique du procédé, une pièce imprimée pouvant facilement être composée de plusieurs centaines de couches.

de meilleures performances. Ces métaux sont également utilisés pour des applications à champ magnétique constant pour des actionneurs ou certains rotors d'alternateurs [52]. Ce type d'application pourra tout particulièrement bénéficier de l'impression 3D car les problématiques liées aux courants induits, et qui nécessitent souvent une structure stratifiée, seront plus faiblement présentes ou totalement absentes si le champ est parfaitement constant. Enfin, comme évoqué en première partie, le laminage conventionnel est limité par rapport à la teneur en silicium qui augmente le comportement cassant des tôles. La fabrication additive peut permettre d'aller au-delà des teneurs habituelles en silicium (3% en masse) et donc de réduire encore plus la conductivité pour offrir la possibilité de monter en fréquence dans certaines applications.

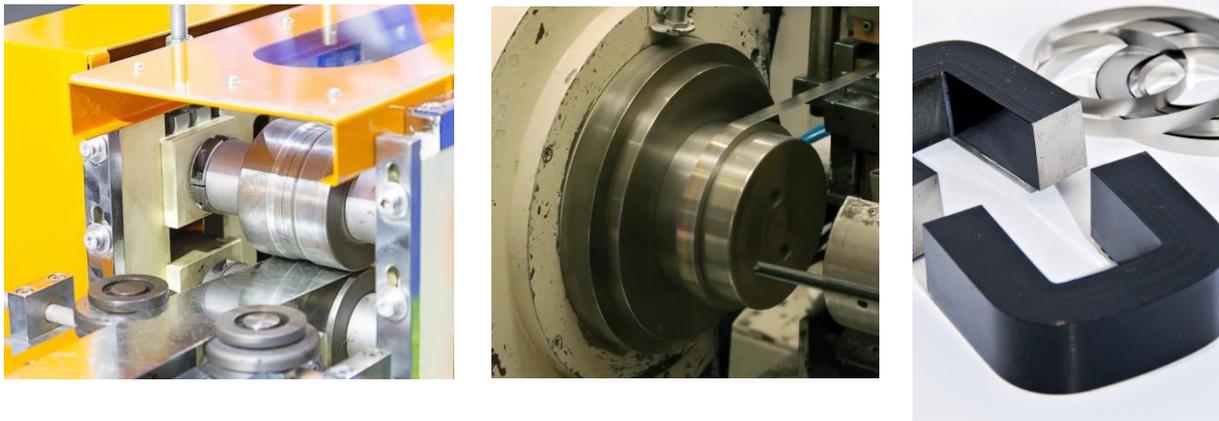


Figure 8 : Procédé de laminage et noyau d'inductance enroulé puis maintenu à l'aide d'une résine

#### 1.2.1.2 Ferrite

La quasi-totalité des circuits utilisés pour l'électronique de puissance utilise des composants dont le noyau magnétique est fait en ferrite magnétique. Ce sont en effet les seuls matériaux à conserver une perméabilité magnétique significative à fréquence moyenne (de 0,1 MHz à 100 MHz). On peut donner l'exemple des matériaux les plus courants et qui sont produits par le fabricant Ferroxcube<sup>3</sup> : le ferrite manganèse zinc (Mn-Zn) et le ferrite nickel zinc (Ni-Zn). La première colonne du Tableau 1 donne les valeurs de la perméabilité magnétique relative initiale ainsi que sa valeur maximale à 25°C pour deux matériaux couramment utilisés. L'induction à saturation est également indiquée. Si certains autres matériaux peuvent atteindre des perméabilités relatives plus élevées que celles présentées dans le Tableau 1, le niveau d'induction des ferrites reste relativement faible et ne dépasse jamais 0.6 T. Il s'agit là de la principale limitation de ces matériaux. En revanche, ils conservent une perméabilité magnétique relative conséquente jusqu'à des fréquences importantes comme le montre la deuxième colonne du tableau. Le ferrite présente également la particularité d'être très peu conducteur et donc d'être peu sujet aux courants de Foucault. Les gammes de résistivité se situent entre 1 et 10  $\Omega \cdot m$  pour les ferrites manganèse zinc et entre  $10^5$  et  $10^7$  pour des ferrites nickel zinc. Ceci permet de considérer d'autant plus facilement la conception de géométries nouvelles sans que les performances ne soient impactées trop fortement par les courants induits.

<sup>3</sup> [https://www.ferroxcube.com/en-global/download/index/product\\_catalog](https://www.ferroxcube.com/en-global/download/index/product_catalog)

Tableau 1 : Propriétés magnétiques de ferrites commerciaux

	$\mu_{initial}$ à 25°C ; $\mu_{max}$	$B_{sat}$ (mT) à 25°C et 1200 A/m	$\rho$ ( $\Omega \cdot m$ )	Fréquence d'utilisation
3C90 : ferrite Mn-Zn	2300 ; 5400	470	5	< 0.2 MHz
4C65 : ferrite Ni-Zn	125 ; 125	380	$10^5$	50 – 1000 MHz

Ces composants sont principalement fabriqués par frittage d'une pièce à partir de poudres déposées dans un moule. Il s'agit de noyaux d'inductance toriques utilisés pour du filtrage ou pour réaliser de petits transformateurs de puissance. Ceux-ci sont visibles et encadrés en rouge sur une carte d'alimentation de télévision présentée à la Figure 9. Les procédés traditionnels utilisent des poudres dont la granulométrie évolue entre 1 et 100  $\mu m$  afin de réaliser les pièces par pressage. Celles-ci sont mélangées à de faibles quantités de liant (quelques pour cent) pour être pressées dans des moules comme schématisé sur la Figure 10. La présence de liant permet de maintenir la forme de l'objet démoulé jusqu'au traitement thermique de déliantage et de frittage qui densifie la pièce finale. L'utilisation de moule permet de créer différentes géométries pleines mais laisse peu de place aux formes complexes. Aussi, les catalogues des fournisseurs de noyaux se concentrent sur des formes classiques simples du domaine tels que des E, des barreaux, des noyaux circulaires et des tores. Certaines de ces formes sont présentées sur la Figure 11.

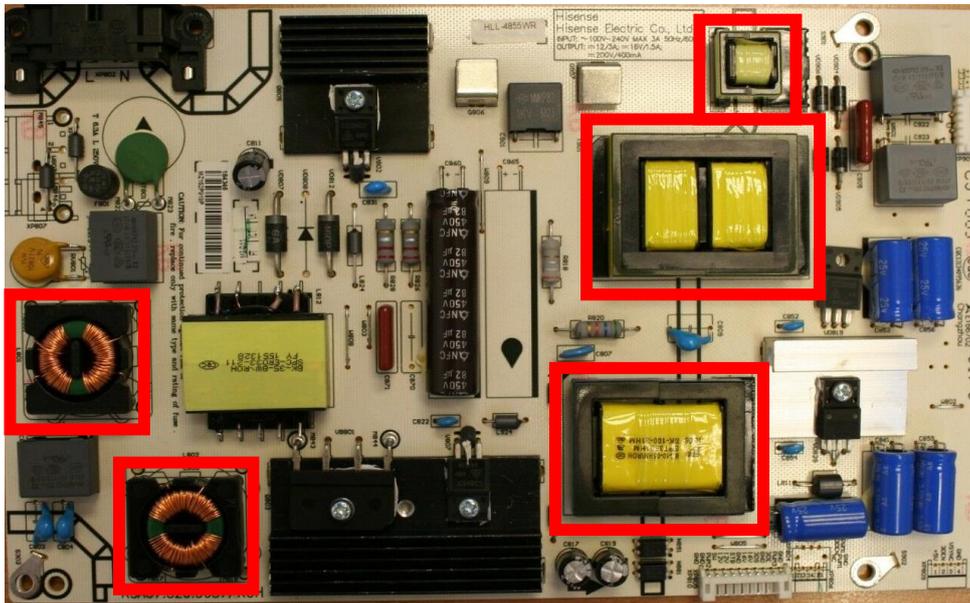


Figure 9 : Carte d'alimentation sur laquelle figure plusieurs composants magnétiques doux en ferrite

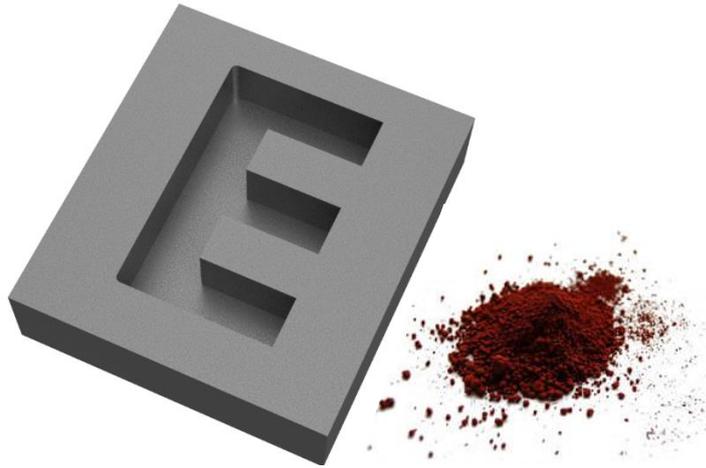


Figure 10 : Moule utilisé pour le pressage de poudre de ferrite



Figure 11 : Exemples de formes classiques pour les noyaux magnétiques en ferrite

De plus, puisque les dimensions proposées sont normalisées et fixées par un catalogue, le concepteur doit adapter son système aux composants déjà existants. La création de dimensions personnalisées pour une application unique est difficilement envisageable car, comme on l'a dit en introduction, il s'agit d'un processus complexe et itératif qui peut nécessiter plusieurs semaines de mise au point. La fabrication additive peut donc jouer ici un rôle dans l'accélération des temps de développement et de production.

### 1.2.2 La fabrication additive pour le domaine du génie électrique

Dans la bibliographie du génie électrique, on trouve diverses applications qui font appel à la fabrication additive. Celles-ci vont de l'impression de composants bobinés [53], aux moteurs électriques [54], en passant par la fabrication d'actionneurs [55]. Ce domaine s'y prête tout particulièrement car il peut faire intervenir les trois familles de matériaux évoquées plus haut (polymères, métaux et céramiques). Les conducteurs électriques sont bien entendus les premiers considérés et leur impression peut intervenir dans de nombreux cas. On retrouve plusieurs exemples de métaux comme le cuivre [56], [57], l'aluminium ou encore l'argent [58] imprimés pour créer des inductances bobinées (Figure 12.a) ou des circuits électroniques [59]. On peut citer en particulier les travaux de Lorenz et al. [60] qui proposent d'imprimer directement un bobinage de cuivre avec son isolant en céramique, comme le montre la Figure 12.b, grâce à l'extrusion de pâtes chargées en poudre. Dans ces travaux, la disposition des conducteurs permet d'améliorer l'échange thermique avec l'extérieur et donc d'éviter les surchauffes. Les polymères sont plutôt utilisés pour réaliser des structures supports [61], [62]. Par exemple, Aguilera et al. [63] proposent une architecture de moteur à aimants permanents entièrement en polymère et imprimé en une seule fois. Des pauses dans le programme d'impression permettent d'insérer des roulements, des aimants et des bobines qui seront ensuite enfouies.

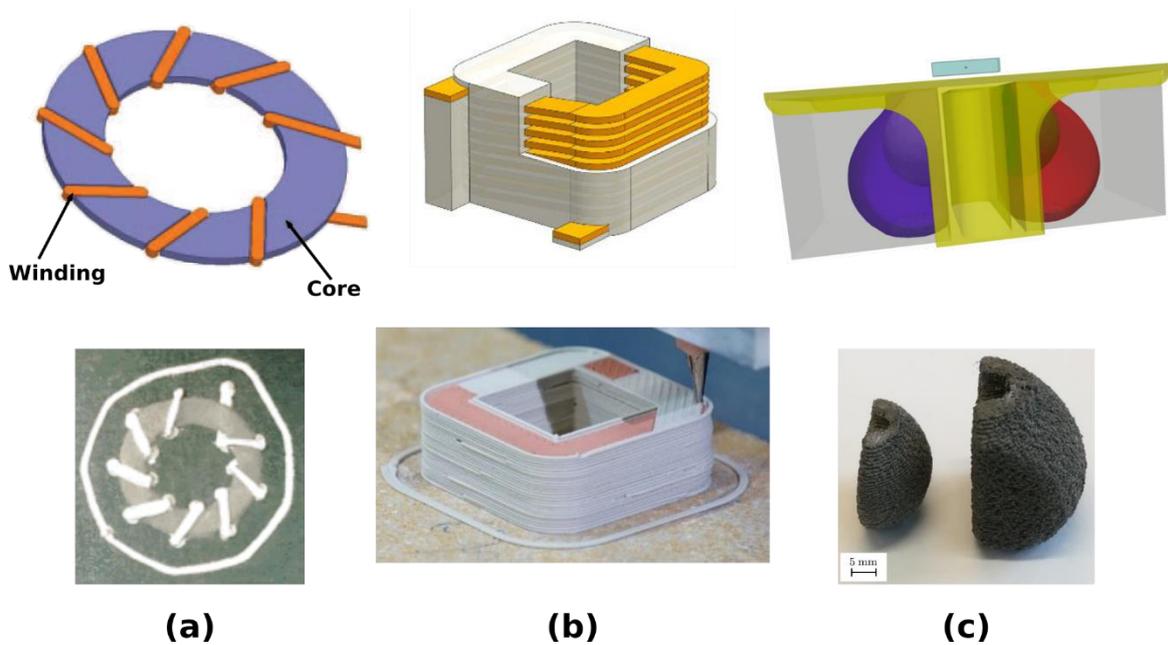


Figure 12 : Exemples de travaux de fabrication additive de la bibliographie destinés à des applications du génie électrique

D'autres travaux [64] s'intéressent à l'impression de matériaux magnétiques comme les alliages de fer silicium déjà présentés. Garibaldi et al. [65] étudient par exemple la métallurgie et l'effet de traitements thermiques sur des pièces produites par un procédé SLM. Goll et al. [66] utilisent le même procédé pour produire des échantillons constitués de deux matériaux ; l'un magnétique mais conducteur, l'autre isolant ; afin de reproduire un feuilletage qui permet de réduire les courants induits. Un autre exemple intéressant est celui des travaux de Tseng et al. [67], [68] qui utilisent ce même procédé pour fabriquer des rotors de moteur à réluctance et de moteur à aimants permanents. La géométrie proposée permet de réduire les ondulations de couple et des structures lacunaires en nid d'abeilles sont insérées pour réaliser des barrières de flux.

Les matériaux magnétiques durs sont également imprimés pour plusieurs sujets de recherches [69]. Huber et al. [70] profitent des capacités des imprimantes FFF pour modifier la répartition du champ magnétique à proximité d'aimants. Pour cela, un matériau polymère chargé de poudre de Néodyme Fer Bore est utilisé. L'aimantation est plus faible que pour des aimants denses car le liant polymère est conservé, mais reste suffisante pour une application dans le cadre de capteurs de position comme celui présenté sur la Figure 12.c. Bernier et al. [71] ont également recours à l'extrusion de polymères chargés en particules de fer silicium et montrent que la perméabilité qui en résulte est très faible si les pièces ne sont pas densifiées. On verra par la suite que cette solution qui consiste à imprimer des poudres encapsulées dans un liant constitue une voie intéressante pour fabriquer des pièces métalliques et céramiques.

Encore peu de travaux portent sur la fabrication additive des ferrites doux. On peut toutefois citer quelques applications intéressantes qui utilisent des feedstocks sous forme de pâtes chargées en poudre de ferrite magnétique qui sont extrudées à l'aide d'une seringue. La pièce est fabriquée de manière similaire au procédé FFF, mais elle subit ensuite un frittage pour obtenir un composant en ferrite [72]. Ainsi, Liu et al. [73] modifient le taux de charge et le type de ferrite utilisée pour produire des feedstocks qui ont des propriétés magnétiques différentes. Ceux-ci sont utilisés pour fabriquer des pièces multi-matériaux. Les auteurs parviennent ainsi à imprimer un tore conçu de trois bagues concentriques et de perméabilités relatives différentes. L'objectif est de faire une meilleure utilisation

de l'espace alloué au composant en réduisant la perméabilité relative au niveau du rayon interne afin d'homogénéiser l'induction et ainsi de réduire les pertes magnétiques. Wang et al.[74] réalisent également un feedstock composite à partir d'ABS chargé en ferrite Ni-Zn, permettant l'impression de pièces par le procédé FFF.

### 1.3 Choix d'une technologie d'impression 3D

La possibilité de créer des pièces en un seul processus d'impression est un avantage certain des procédés de fabrication additive directe. Il faut cependant préciser qu'il s'accompagne de difficultés d'utilisation et de mise en place. Comme on l'a évoqué, la préparation, le stockage et l'utilisation des procédés laser sur lit de poudre nécessitent des équipements supplémentaires et un environnement adapté. C'est de plus un investissement financier très important, tant pour acquérir les équipements que pour les faire fonctionner. Pour éviter de se confronter à ces difficultés, les procédés d'impression FFF et DLP ont été utilisés dans ces travaux de thèse. Ceux-ci sont adaptés afin d'imprimer des matériaux polymères chargés en poudres de métal ou de céramique. La pièce qui résulte de leur impression constitue une étape intermédiaire. Elle sera ensuite soumise à des traitements chimiques et thermiques permettant de retirer la matrice liante et de fritter les grains de matière pour densifier la pièce finale par frittage. En raison de la présence de plusieurs étapes, ces procédés seront qualifiés de procédés indirects.

Dans cette section, des exemples de travaux de la bibliographie qui utilisent ces procédés pour la fabrication additive sont présentés. L'accent est mis sur les solutions déjà existantes et sur l'intérêt d'utiliser des feedstocks polymères chargés par rapport aux procédés directs.

#### 1.3.1 Procédés de fabrication additive indirects

L'utilisation de procédés indirects basés sur l'extrusion de polymères chargés représente une solution plus accessible. Certaines solutions d'impression 3D de matériaux métalliques à partir d'un liant polymère sont déjà disponibles dans le commerce. Nous pouvons citer l'exemple des systèmes d'impression MarkForged et Desktop Metal [75], qui proposent de mettre en forme des polymères chargés en poudres métalliques ou céramiques. Ceux-ci utilisent des solutions propriétaires, MarkForged a développé un système d'extrusion de feedstocks sous forme de filament encapsulé (âme chargée en poudre + gaine polymère) ; Desktop Metal propose plutôt une méthode d'extrusion à partir de barreaux cylindriques, aussi en polymère chargé. On trouve également des développements de systèmes utilisant des feedstocks chargés dans la littérature scientifique. Volpato et al. [76] ont développé et étudié le comportement d'une seringue entraînée par un moteur qui est utilisée pour l'extrusion de granulés de polypropylène. Ce système a également été étudié par Li et al. [77] afin de déposer des pâtes aqueuses chargées et fabriquer des matériaux céramiques de manière additive.

Ce procédé d'impression par dépôt de matière fondue peut également être utilisé à partir d'un feedstock sous forme de granulés. Ce procédé est alors désigné par le nom Fused Granular Fabrication (FGF), Fused Pellet Fabrication (FPF) ou Pellet Additive Manufacturing (PAM). Différents travaux de recherche [78], [79] ont mis en œuvre leur propre version d'une extrudeuse à granulés personnalisées pour la fabrication additive de matériaux. Par exemple, Whyman et al. [80] développent une tête d'extrusion pour pouvoir imprimer des polymères chargés en fibres végétales. Une tête à alimentation multiple a également été construite par Zhou et al. [81] pour l'impression de matériaux thermosensibles. Parmi les études réalisées sur ce thème, différents aspects ont été étudiés, tels que la faisabilité par rapport à la taille des particules et au type de polymère, les performances mécaniques ou encore l'impact de ce procédé sur le prix des pièces [82], [83].

Comme dit plus haut, il est également possible d'utiliser des feedstocks chargés sous forme de résine liquide telles que celles utilisées par le procédé DLP. Différentes études de la bibliographie emploient ce type d'imprimante pour mettre en forme des céramiques. Par exemple, He et al. [84] utilisent ce

procédé pour l'impression de pièces en zirconium. Lantean et al. [85] modifient une machine DLP commerciale afin de pouvoir imprimer des pièces chargées en particules de magnétite ( $Fe_3O_4$ ) tout en influant sur leur orientation à l'aide de l'application d'un champ magnétique externe pendant l'impression. Les différents types de feedstocks qui ont été présentés plus haut et les procédés associés à leur utilisation sont résumés sur la Figure 13.

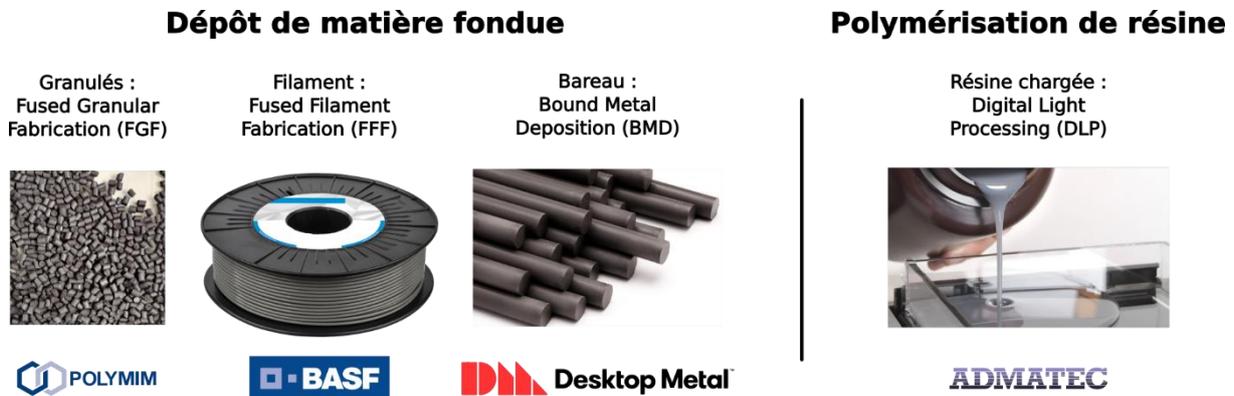


Figure 13 : Procédés d'impression indirects et format du feedstock chargé correspondant

Afin d'obtenir une pièce dense et performante, un traitement chimique et thermique pour supprimer le liant polymère, puis pour solidifier la pièce est indispensable. Par conséquent, un nombre plus important d'étapes est nécessaire en comparaison des procédés directs et le temps requis pour produire une pièce se trouve rallongé. Cependant, l'utilisation de feedstocks polymère chargés permet d'utiliser une chaîne d'outils plus ouverte et des équipements bien plus abordables. Les modifications permettant d'adapter le fonctionnement des procédés d'impression à un matériau chargé sont également plus accessibles et faciles à mettre en place. Elles permettent alors d'envisager le développement de feedstocks pour les matériaux qui font l'objet de ces travaux de thèse : les métaux et céramiques magnétiques doux.

### 1.3.2 OpenSource hardware

Les travaux de thèse présentés ici ont coïncidé avec le déroulement du projet Fabricar3v, initiative financée par l'Interreg France-Wallonie-Vlaanderen et portée par JF Witz, Ingénieur de Recherche CNRS et Docteur au LaMcube. Le but du projet Fabricar3v est d'accélérer la démocratisation de la fabrication additive métallique et sa diffusion à des structures de petites tailles telles que les PME et les FabLab. Pour cela, la mise en place de solutions d'impression à bas coût est envisagée. Il s'agit typiquement des procédés indirects évoqués précédemment. Les recherches présentées dans ce manuscrit ont donc pu profiter des développements et équipements déjà acquis dans le cadre de ce projet. Les travaux conjoints ont permis une montée en compétence importante sur la fabrication métal et céramique à partir de polymères chargés ainsi que sur la mise en place des traitements thermiques.

Le projet Interreg Fabricar3v est centré sur le partage des connaissances et des procédés utilisés pour la mise en place de l'impression 3D « Low Cost ». L'ensemble des travaux qui ont été réalisés conjointement avec les équipes du projet s'inscrivent donc tout naturellement dans une démarche de publication OpenSource Hardware (OSH). L'objectif est de partager l'intégralité des informations utiles à l'utilisation et à la reproduction des recherches et développements effectués. À l'origine, l'initiative

Open Source<sup>4</sup> est dédiée à la distribution de logiciels libres permettant l'accès et la modification de leur code source. Extrêmement attachée au partage des connaissances et des données techniques, elle s'étend désormais à d'autres aspects technologiques et en particulier aux développements matériels et techniques.

Cette philosophie est étroitement liée à l'histoire de l'impression 3D FFF et à son développement. En effet, lors de l'ouverture des brevets privés, différents projets d'imprimantes amateurs ont vu le jour. On peut citer le projet communautaire RepRap<sup>5</sup> qui au début des années 2000 a permis la réalisation d'impression pour feedstock filament de manière ouverte et collaborative, faisant ainsi drastiquement baisser le prix nécessaire à la mise en place d'une imprimante 3D à l'époque. Ce mouvement perdure aujourd'hui au sein de la communauté des « maker » et au travers d'une multitude de projets partagés. On peut donner l'exemple du logiciel de slicing Ultimaker CURA qui permet de préparer l'impression d'une pièce à partir d'un fichier géométrique 3D. Son code source ainsi que l'algorithme de découpage en couches horizontales sont librement accessibles. De manière similaire, les firmwares Marlin et RepRap Firmware, qui sont les logiciels internes aux imprimantes permettant le contrôle des différents éléments, sont également parfaitement accessibles et entièrement modifiables.

Le projet Interreg Fabricar3v s'appuie sur ces technologies et base ses développements sur des outils totalement ouverts. Il continue donc naturellement dans cette lignée en rendant les solutions développées entièrement reproductibles. Cela passe par le partage des informations nécessaires ainsi que par l'utilisation d'outils gratuits ou facilement accessibles. On retrouve d'ailleurs plusieurs exemples de publications qui utilisent et proposent des solutions OpenSource [86], [87]. On peut citer Wijnen et al. [88] qui développent une pompe à seringue motorisée open source qui convient aux applications d'impression 3D [89]. C'est le cas aussi des travaux de Navarro et al. [90], dans lesquels le développement d'une imprimante WAAM à bas prix est présenté.

Au-delà de l'aspect logiciel, l'OSH comprend plusieurs critères de publication. Par exemple, les constructeurs des imprimantes E3D ToolChanger et GigabotX partagent l'intégralité des plans et données mécaniques de leur structures ainsi que les paramétrages logiciels nécessaires à leur fonctionnement, permettant ainsi à la communauté de les réutiliser et de les modifier jusqu'à un degré de complexité important. C'est grâce à l'accès à ces données que le procédé d'impression par dépôt de fil fondu à partir d'un feedstock sous forme de granulés, présenté au chapitre 2, a pu être mis en place[91]. Cette initiative de partage favorise un haut degré de reproductibilité et permet donc une avancée plus efficace des travaux de recherche.

---

<sup>4</sup> <https://opensource.org/>

<sup>5</sup> <https://reprap.org/wiki/RepRap>

## 1.4 Conclusion et présentation du plan

La fabrication additive des métaux et céramiques utilisés dans le domaine du génie électrique peut-être réalisée au moyen de différents procédés. Plusieurs travaux rencontrés dans la bibliographie ont par exemple eu recours à des procédés d'impression directs à partir de lit de poudres. Ces procédés hautement énergétiques bénéficient d'une forte expérience, en particulier pour les métaux, et plusieurs feedstocks adaptés sont déjà disponibles. Cependant leur utilisation représente un investissement financier de taille. Il faut ajouter à cela que de lourdes précautions d'emploi doivent être mises en place et que le fonctionnement de ces machines est difficilement modifiable. Ces obstacles viennent réduire les possibilités de développement pour des matériaux nouveaux et non disponibles commercialement.

Pour éviter ces limitations, l'utilisation de procédés indirects est envisagée pour ces travaux. En effet, en recourant à des feedstocks polymères chargés, il est possible d'utiliser des outils d'impression moins coûteux et beaucoup plus flexibles. En particulier, l'impression par dépôt de matière fondue représente une solution étayée et qui bénéficie de nombreux outils libres. Ceci en fait un support idéal pour l'adaptation aux matériaux chargés et la mise en place des procédés de fabrication additive indirects pour les métaux et les céramiques.

L'étude bibliographique proposée dans ce chapitre permet d'identifier une lacune dans l'application de ces procédés aux matériaux magnétiques doux et ce malgré une certaine effervescence du milieu autour des nouvelles technologies de fabrication additive, en particulier pour les procédés laser directs. Il semble alors opportun d'engager des recherches pour tenter de faire avancer la communauté du génie électrique sur les capacités que propose la fabrication additive. Pour cela, il est possible de dessiner plusieurs objectifs. Tout d'abord, il est nécessaire de mettre en place des solutions techniques pour utiliser ces procédés et les valider. Un premier critère consiste alors à produire des pièces dont les performances sont comparables aux exigences du domaine. Il est évident que les résultats obtenus différeront de ceux habituellement rencontrés avec des procédés conventionnels. Par conséquent, il se forme une deuxième étape logique de caractérisation des composants magnétiques produits additivement afin d'identifier l'impact spécifique du procédé sur les propriétés d'intérêts. L'objectif final étant d'aboutir à un procédé de fabrication robuste et performant qui permettra d'envisager l'application à des cas concrets. Une fois ces points validés, l'exploitation du procédé pourra être mise en place pour, par exemple, élargir l'impression 3D à d'autres matériaux, ou pour traiter de l'amélioration d'un dispositif en particulier. Ainsi, et comme pour de nombreux autres domaines, la fabrication additive pourra constituer une source importante de réponses et d'innovations aux problématiques du génie électrique.

Pour tenter de répondre à ces objectifs, les travaux de thèse présentés se sont d'abord concentrés sur la mise en place et la validation d'un procédé de fabrication additive indirect pour les métaux et les céramiques. Cette chaîne d'outils est ensuite exploitée pour le développement de formulations dédiées au ferrite manganèse zinc (Mn-Zn) afin de permettre l'impression de noyaux magnétiques doux. Enfin, l'exploitation des capacités offertes par la fabrication additive est explorée au travers de l'optimisation topologique d'un noyau d'inductance basée sur un modèle à réluctances maillées. Cette étude permet finalement d'illustrer les problématiques de modélisation et d'ouvrir sur la nécessité de prendre en compte l'impact du procédé.

Le second chapitre de ce manuscrit présente la mise en œuvre et la validation du procédé MIM-like afin de produire des pièces métalliques. L'impression est réalisée à partir de feedstocks sous forme de granulés qui sont constitués de polymères thermoplastiques chargés en poudre. En premier lieu, une imprimante dédiée est adaptée pour le procédé FGF et les différents traitements qui permettent la densification des pièces sont calibrés sur deux feedstocks commerciaux issus des procédés d'injection de polymères chargés : un acier inoxydable 316L et un alliage de fer silicium 3% en masse. Par la suite, une série de caractérisations des performances mécaniques du 316L et magnétiques du Fe3%Si permet de mesurer des propriétés tout à fait satisfaisantes car situées dans les mêmes ordres de grandeurs que celles des matériaux obtenus par des procédés conventionnels. Ces essais permettent ainsi de valider le procédé dans son ensemble.

Le troisième chapitre décrit les travaux de développement effectués pour la mise en place de la fabrication additive dédiée au ferrite Mn-Zn. L'utilisation de l'impression 3D pour ce matériau reste encore rare, mais elle représente une évolution importante qui peut permettre de réduire les temps de production et d'envisager la fabrication de composants complexes. En particulier, deux procédés d'impression adaptés à l'utilisation de feedstocks chargés en poudres de ferrite ont été étudiés en parallèle afin d'élargir les possibilités de fonctionnement. Ainsi, le procédé FGF permet d'utiliser des formulations granulées en polymères thermoplastiques, et le procédé DLP fonctionne avec des formulations sous la forme de résines liquides thermodurcissables par photo-polymérisation. Des pièces sont produites via ces deux procédés pour valider les différentes étapes de la fabrication additive indirecte. Enfin, les problématiques liées au frittage, qui sont typiques de ce matériau, sont abordées.

Le quatrième et dernier chapitre présente la construction d'un modèle magnétostatique basé sur une approche circuit équivalent. Ce modèle est exploité dans le cadre de l'optimisation topologique d'un noyau d'inductance pour un volume contraint. En particulier, la méthode de la variable adjointe est appliquée pour déterminer le gradient de la fonction objectif et accélérer la convergence de l'algorithme. Par la suite, des noyaux optimisés pour différentes contraintes de volume sont imprimés et caractérisés afin de comparer expérimentalement l'évolution de l'inductance. Enfin, une série de caractérisations est mise en place dans le but d'étudier l'impact de la stratégie d'impression sur les propriétés mécaniques en traction et magnétiques des pièces frittées. Ces essais permettent notamment d'identifier une anisotropie magnétique non négligeable liée à l'orientation des lignes de dépôt, illustrant ainsi la nécessité de prendre en compte les paramètres du procédé de fabrication additive dans la modélisation et la conception des pièces.

## 1.5 Références bibliographiques

- [1] P. Patel and P. Gohil, "Role of additive manufacturing in medical application COVID-19 scenario: India case study," *Journal of Manufacturing Systems*, vol. 60, pp. 811–822, Jul. 2021, doi: 10.1016/j.jmsy.2020.11.006.
- [2] P. R. Armijo *et al.*, "3D printing of face shields to meet the immediate need for PPE in an anesthesiology department during the COVID-19 pandemic," *American Journal of Infection Control*, vol. 49, no. 3, pp. 302–308, Mar. 2021, doi: 10.1016/j.ajic.2020.07.037.
- [3] D. Garcia-Gonzalez, S. Garzon-Hernandez, and A. Arias, "A new constitutive model for polymeric matrices: Application to biomedical materials," *Composites Part B: Engineering*, vol. 139, pp. 117–129, Apr. 2018, doi: 10.1016/j.compositesb.2017.11.045.
- [4] U. Fasel, D. Keidel, L. Baumann, G. Cavolina, M. Eichenhofer, and P. Ermanni, "Composite additive manufacturing of morphing aerospace structures," *Manufacturing Letters*, vol. 23, pp. 85–88, Jan. 2020, doi: 10.1016/j.mfglet.2019.12.004.
- [5] E. Uhlmann, R. Kersting, T. B. Klein, M. F. Cruz, and A. V. Borille, "Additive Manufacturing of Titanium Alloy for Aircraft Components," *Procedia CIRP*, vol. 35, pp. 55–60, 2015, doi: 10.1016/j.procir.2015.08.061.
- [6] V. Mohanavel, K. S. Ashraff Ali, K. Ranganathan, J. Allen Jeffrey, M. M. Ravikumar, and S. Rajkumar, "The roles and applications of additive manufacturing in the aerospace and automobile sector," *Materials Today: Proceedings*, p. S2214785321035227, May 2021, doi: 10.1016/j.matpr.2021.04.596.
- [7] M. I. M. Sargini, S. H. Masood, S. Palanisamy, E. Jayamani, and A. Kapoor, "Additive manufacturing of an automotive brake pedal by metal fused deposition modelling," *Materials Today: Proceedings*, vol. 45, pp. 4601–4605, 2021, doi: 10.1016/j.matpr.2021.01.010.
- [8] R. Dehoff *et al.*, "Case Study: Additive Manufacturing of Aerospace Brackets," *Advanced Materials & Processes*, vol. 171, no. 3, p. 4, Mar. 2013.
- [9] A. Bandyopadhyay and B. Heer, "Additive manufacturing of multi-material structures," *Materials Science and Engineering: R: Reports*, vol. 129, pp. 1–16, Jul. 2018, doi: 10.1016/j.mser.2018.04.001.
- [10] H. Paris, H. Mokhtarian, E. Coatanéa, M. Museau, and I. F. Ituarte, "Comparative environmental impacts of additive and subtractive manufacturing technologies," *CIRP Annals*, vol. 65, no. 1, pp. 29–32, 2016, doi: 10.1016/j.cirp.2016.04.036.
- [11] S. Kriegseis, L. Aretz, M.-E. Jennes, F. Schmidt, T. Tonnesen, and K. Schickle, "3D printing of complex ceramic dental implant abutments by using Direct Inkjet Printing," *Materials Letters*, vol. 313, p. 131789, Apr. 2022, doi: 10.1016/j.matlet.2022.131789.
- [12] I. Denry and J. Holloway, "Ceramics for Dental Applications: A Review," *Materials*, vol. 3, no. 1, pp. 351–368, Jan. 2010, doi: 10.3390/ma3010351.
- [13] A. Haleem and M. Javaid, "3D printed medical parts with different materials using additive manufacturing," *Clinical Epidemiology and Global Health*, vol. 8, no. 1, pp. 215–223, Mar. 2020, doi: 10.1016/j.cegh.2019.08.002.
- [14] Q. Yan *et al.*, "A Review of 3D Printing Technology for Medical Applications," *Engineering*, vol. 4, no. 5, pp. 729–742, Oct. 2018, doi: 10.1016/j.eng.2018.07.021.
- [15] H. Anandan Kumar and S. Kumaraguru, "Distortion in Metal Additive Manufactured Parts," *3D Printing and Additive Manufacturing Technologies*, Singapore, pp. 281–295, 2019. doi: 10.1007/978-981-13-0305-0\_24.
- [16] G. A. Haveroth *et al.*, "Topology optimization including a model of the layer-by-layer additive manufacturing process," *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol. 398, p. 115203, Aug. 2022, doi: 10.1016/j.cma.2022.115203.
- [17] A. L. R. Prathyusha and G. Raghu Babu, "A review on additive manufacturing and topology optimization process for weight reduction studies in various industrial applications," *Materials Today: Proceedings*, vol. 62, pp. 109–117, Jan. 2022, doi: 10.1016/j.matpr.2022.02.604.

- [18] S. Singamneni, Y. Lv, A. Hewitt, R. Chalk, W. Thomas, and D. Jordison, "Additive Manufacturing for the Aircraft Industry: A Review," *Research Article1J Aeronaut Aerospace Eng*, vol. 08, no. 01, 2019, doi: 10.35248/2168-9792.19.8.215.
- [19] W. R. Morrow, H. Qi, I. Kim, J. Mazumder, and S. J. Skerlos, "Environmental aspects of laser-based and conventional tool and die manufacturing," *Journal of Cleaner Production*, vol. 15, no. 10, pp. 932–943, Jan. 2007, doi: 10.1016/j.jclepro.2005.11.030.
- [20] S. S. Crump, "Apparatus and method for creating three-dimensional objects," US5121329A, Jun. 09, 1992 Accessed: Sep. 09, 2020. [Online]. Available: <https://patents.google.com/patent/US5121329A/en>
- [21] P. Minetola, F. Calignano, and M. Galati, "Comparing geometric tolerance capabilities of additive manufacturing systems for polymers," *Additive Manufacturing*, vol. 32, p. 101103, Mar. 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101103.
- [22] S. Farah, D. G. Anderson, and R. Langer, "Physical and mechanical properties of PLA, and their functions in widespread applications — A comprehensive review," *Advanced Drug Delivery Reviews*, vol. 107, pp. 367–392, Dec. 2016, doi: 10.1016/j.addr.2016.06.012.
- [23] M. L. Griffith and J. W. Halloran, "Freeform fabrication of ceramics via stereolithography," 1996.
- [24] C. W. Hull, "Apparatus for production of three-dimensional objects by stereolithography," US4575330A, Mar. 11, 1986 Accessed: Sep. 09, 2020. [Online]. Available: <https://patents.google.com/patent/US4575330A/en?q=St%C3%A9r%C3%A9olithographie+Apparatus&scholar&oq=St%C3%A9r%C3%A9olithographie+Apparatus&sort=old>
- [25] C. He *et al.*, "Digital light processing of complex-shaped 3D-zircon (ZrSiO<sub>4</sub>) ceramic components from a photocurable polysiloxane/ZrO<sub>2</sub> slurry," *Ceramics International*, Sep. 2021, doi: 10.1016/j.ceramint.2021.08.189.
- [26] C. V. Mikler *et al.*, "Laser Additive Manufacturing of Magnetic Materials," *JOM*, vol. 69, no. 3, pp. 532–543, Mar. 2017, doi: 10.1007/s11837-017-2257-2.
- [27] H. Tiismus, A. Kallaste, A. Rassõlkin, and T. Vaimann, "Preliminary Analysis of Soft Magnetic Material Properties for Additive Manufacturing of Electrical Machines," *KEM*, vol. 799, pp. 270–275, Apr. 2019, doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.799.270.
- [28] B. P. Nagasai, S. Malarvizhi, and V. Balasubramanian, "Effect of welding processes on mechanical and metallurgical characteristics of carbon steel cylindrical components made by wire arc additive manufacturing (WAAM) technique," *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology*, vol. 36, pp. 100–116, Jan. 2022, doi: 10.1016/j.cirpj.2021.11.005.
- [29] S. L. Sing, J. An, W. Y. Yeong, and F. E. Wiria, "Laser and electron-beam powder-bed additive manufacturing of metallic implants: A review on processes, materials and designs," *Journal of Orthopaedic Research*, vol. 34, no. 3, pp. 369–385, 2016, doi: 10.1002/jor.23075.
- [30] S. Pillot, "Fusion laser sélective de lit de poudres métalliques," p. 25, 2016.
- [31] L. Zhang, Y. Liu, S. Li, and Y. Hao, "Additive Manufacturing of Titanium Alloys by Electron Beam Melting: A Review," *Adv. Eng. Mater.*, vol. 20, no. 5, p. 1700842, May 2018, doi: 10.1002/adem.201700842.
- [32] M. Agarwala, D. Bourell, J. Beaman, H. Marcus, and J. Barlow, "Direct selective laser sintering of metals," *Rapid Prototyping Journal*, vol. 1, no. 1, pp. 26–36, Jan. 1995, doi: 10.1108/13552549510078113.
- [33] V. K. V. Pasagada, N. Yang, and C. Xu, "Electron beam sintering (EBS) process for Ultra-High Temperature Ceramics (UHTCs) and the comparison with traditional UHTC sintering and metal Electron Beam Melting (EBM) processes," *Ceramics International*, vol. 48, no. 7, pp. 10174–10186, Apr. 2022, doi: 10.1016/j.ceramint.2021.12.229.
- [34] M. Schmid and K. Wegener, "Additive Manufacturing: Polymers Applicable for Laser Sintering (LS)," *Procedia Engineering*, vol. 149, pp. 457–464, 2016, doi: 10.1016/j.proeng.2016.06.692.
- [35] A. Vafadar, F. Guzzomi, A. Rassau, and K. Hayward, "Advances in Metal Additive Manufacturing: A Review of Common Processes, Industrial Applications, and Current Challenges," *Applied Sciences*, vol. 11, no. 3, p. 1213, Jan. 2021, doi: 10.3390/app11031213.

- [36] B. Msallem, N. Sharma, S. Cao, F. S. Halbeisen, H.-F. Zeilhofer, and F. M. Thieringer, "Evaluation of the Dimensional Accuracy of 3D-Printed Anatomical Mandibular Models Using FFF, SLA, SLS, MJ, and BJ Printing Technology," *JCM*, vol. 9, no. 3, p. 817, Mar. 2020, doi: 10.3390/jcm9030817.
- [37] K. C. Oh, B. S. Yun, and J.-H. Kim, "Accuracy of metal 3D printed frameworks for removable partial dentures evaluated by digital superimposition," *Dental Materials*, vol. 38, no. 2, pp. 309–317, Feb. 2022, doi: 10.1016/j.dental.2021.12.012.
- [38] J. D. Roehling *et al.*, "Reducing residual stress by selective large-area diode surface heating during laser powder bed fusion additive manufacturing," *Additive Manufacturing*, vol. 28, pp. 228–235, Aug. 2019, doi: 10.1016/j.addma.2019.05.009.
- [39] J. Deckers, J.-P. Kruth, K. Shahzad, and J. Vleugels, "Density improvement of alumina parts produced through selective laser sintering of alumina-polyamide composite powder," *CIRP Annals*, vol. 61, no. 1, pp. 211–214, Jan. 2012, doi: 10.1016/j.cirp.2012.03.032.
- [40] T. Sun, W. Tan, L. Chen, and A. Rollett, "In situ / operando synchrotron x-ray studies of metal additive manufacturing," *MRS Bull.*, vol. 45, no. 11, pp. 927–933, Nov. 2020, doi: 10.1557/mrs.2020.275.
- [41] Z. Li *et al.*, "High deposition rate powder- and wire-based laser directed energy deposition of metallic materials: A review," *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 181, p. 103942, Oct. 2022, doi: 10.1016/j.ijmachtools.2022.103942.
- [42] W. C. Ke *et al.*, "Multi-layer deposition mechanism in ultra high-frequency pulsed wire arc additive manufacturing (WAAM) of NiTi shape memory alloys," *Additive Manufacturing*, vol. 50, p. 102513, Nov. 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.102513.
- [43] W. Jin, C. Zhang, S. Jin, Y. Tian, D. Wellmann, and W. Liu, "Wire Arc Additive Manufacturing of Stainless Steels: A Review," *Applied Sciences*, vol. 10, no. 5, Art. no. 5, Jan. 2020, doi: 10.3390/app10051563.
- [44] G. C. Anzalone, C. Zhang, B. Wijnen, P. G. Sanders, and J. M. Pearce, "A Low-Cost Open-Source Metal 3-D Printer," *IEEE Access*, vol. 1, pp. 803–810, 2013, doi: 10.1109/ACCESS.2013.2293018.
- [45] Y. Nilsiam, P. G. Sanders, and J. M. Pearce, "Applications of Open Source GMAW-Based Metal 3-D Printing," *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, vol. 2, no. 1, Art. no. 1, Mar. 2018, doi: 10.3390/jmmp2010018.
- [46] A. Aprilia, N. Wu, and W. Zhou, "Repair and restoration of engineering components by laser directed energy deposition," *Materials Today: Proceedings*, Sep. 2022, doi: 10.1016/j.matpr.2022.09.022.
- [47] A. M. Pringle, S. Oberloier, A. L. Petsiuk, P. G. Sanders, and J. M. Pearce, "Open source arc analyzer: Multi-sensor monitoring of wire arc additive manufacturing," *HardwareX*, vol. 8, p. e00137, Oct. 2020, doi: 10.1016/j.ohx.2020.e00137.
- [48] J. Benzing, N. Hrabec, T. Quinn, R. White, R. Rentz, and M. Ahlfors, "Hot isostatic pressing (HIP) to achieve isotropic microstructure and retain as-built strength in an additive manufacturing titanium alloy (Ti-6Al-4V)," *Materials Letters*, vol. 257, p. 126690, Dec. 2019, doi: 10.1016/j.matlet.2019.126690.
- [49] T. Han *et al.*, "Effect of annealing on microstructure and mechanical properties of AlCrFe2Ni2 medium entropy alloy fabricated by laser powder bed fusion additive manufacturing," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 839, p. 142868, Apr. 2022, doi: 10.1016/j.msea.2022.142868.
- [50] M. Garibaldi, I. Ashcroft, J. N. Lemke, M. Simonelli, and R. Hague, "Effect of annealing on the microstructure and magnetic properties of soft magnetic Fe-Si produced via laser additive manufacturing," *Scripta Materialia*, vol. 142, pp. 121–125, Jan. 2018, doi: 10.1016/j.scriptamat.2017.08.042.
- [51] L. A. Dominguez, F. Xu, A. Shokrani, J. M. Flynn, V. Dhokia, and S. T. Newman, "Guidelines when considering pre & post processing of large metal additive manufactured parts," *Procedia Manufacturing*, vol. 51, pp. 684–691, 2020, doi: 10.1016/j.promfg.2020.10.096.
- [52] M. Toto Jamil, A. Benabou, S. Clénet, S. Shihab, L. Le Bellu Arbenz, and J.-C. Mipo, "Magneto-thermal characterization of bulk forged magnetic steel used in claw pole machine," *Journal of*

- Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 502, p. 166526, May 2020, doi: 10.1016/j.jmmm.2020.166526.
- [53] W. Liang, L. Raymond, and J. Rivas, "3-D-Printed Air-Core Inductors for High-Frequency Power Converters," *IEEE Transactions on Power Electronics*, vol. 31, no. 1, pp. 52–64, Jan. 2016, doi: 10.1109/TPEL.2015.2441005.
- [54] S. Urbanek *et al.*, "Additive Manufacturing of a Soft Magnetic Rotor Active Part and Shaft for a Permanent Magnet Synchronous Machine," in *2018 IEEE Transportation Electrification Conference and Expo (ITEC)*, Long Beach, CA, USA, Jun. 2018, pp. 668–674. doi: 10.1109/ITEC.2018.8450250.
- [55] A. P. Taylor, C. Velez Cuervo, D. P. Arnold, and L. F. Velasquez-Garcia, "Fully 3D-Printed, Monolithic, Mini Magnetic Actuators for Low-Cost, Compact Systems," *J. Microelectromech. Syst.*, vol. 28, no. 3, pp. 481–493, Jun. 2019, doi: 10.1109/JMEMS.2019.2910215.
- [56] G. Singh, J.-M. Missiaen, D. Bouvard, and J.-M. Chaix, "Copper additive manufacturing using MIM feedstock: adjustment of printing, debinding, and sintering parameters for processing dense and defectless parts," *Int J Adv Manuf Technol*, vol. 115, no. 1–2, pp. 449–462, Jul. 2021, doi: 10.1007/s00170-021-07188-y.
- [57] A. Kumar, Y. Bai, A. Eklund, and C. B. Williams, "Effects of Hot Isostatic Pressing on Copper Parts Fabricated via Binder Jetting," *Procedia Manufacturing*, vol. 10, pp. 935–944, Jan. 2017, doi: 10.1016/j.promfg.2017.07.084.
- [58] Y. Yan, J. Moss, K. D. T. Ngo, Y. Mei, and G.-Q. Lu, "Additive manufacturing of toroid inductor for power electronics applications," in *2016 IEEE Energy Conversion Congress and Exposition (ECCE)*, Milwaukee, WI, USA, Sep. 2016, pp. 1–6. doi: 10.1109/ECCE.2016.7854826.
- [59] C. Votzke, U. Daalkhaijav, Y. Mengüç, and M. L. Johnston, "3D-Printed Liquid Metal Interconnects for Stretchable Electronics," *IEEE Sensors Journal*, vol. 19, no. 10, pp. 3832–3840, May 2019, doi: 10.1109/JSEN.2019.2894405.
- [60] F. Lorenz, J. Rudolph, and R. Wemer, "Design of 3D Printed High Performance Windings for Switched Reluctance Machines," in *2018 XIII International Conference on Electrical Machines (ICEM)*, Sep. 2018, pp. 2451–2457. doi: 10.1109/ICELMACH.2018.8506845.
- [61] M.-C. Tsai and L.-H. Ku, "3-D Printing-Based Design of Axial Flux Magnetic Gear for High Torque Density," *IEEE Transactions on Magnetics*, vol. 51, no. 11, pp. 1–4, Nov. 2015, doi: 10.1109/TMAG.2015.2435817.
- [62] C. Laimer, "600 Watt, 3d-printed, Halbach Array, Brushless DC Electric Motor," *Instructables*, 2017. <https://www.instructables.com/600-Watt-3d-printed-Halbach-Array-Brushless-DC-Ele/> (accessed Nov. 21, 2022).
- [63] E. Aguilera *et al.*, "3D printing of electro mechanical systems," *24th International SFF Symposium - An Additive Manufacturing Conference, SFF 2013*, pp. 950–961, Jan. 2013.
- [64] C. L. Cramer *et al.*, "Binder jet additive manufacturing method to fabricate near net shape crack-free highly dense Fe-6.5 wt.% Si soft magnets," *Heliyon*, vol. 5, no. 11, Nov. 2019, doi: 10.1016/j.heliyon.2019.e02804.
- [65] M. Garibaldi, I. Ashcroft, M. Simonelli, and R. Hague, "Metallurgy of high-silicon steel parts produced using Selective Laser Melting," *Acta Materialia*, vol. 110, pp. 207–216, May 2016, doi: 10.1016/j.actamat.2016.03.037.
- [66] D. Goll *et al.*, "Additive manufacturing of soft and hard magnetic materials," *Procedia CIRP*, vol. 94, pp. 248–253, 2020, doi: 10.1016/j.procir.2020.09.047.
- [67] G.-M. Tseng, K.-J. Jhong, M.-C. Tsai, P.-W. Huang, and W.-H. Lee, "Application of additive manufacturing for low torque ripple of 6/4 switched reluctance motor," in *2016 19th International Conference on Electrical Machines and Systems (ICEMS)*, Nov. 2016, pp. 1–4.
- [68] G.-M. Tseng, M.-C. Tsai, P.-W. Huang, and W.-H. Lee, "A radially inserted permanent-magnet magnetic coupling design based on 3D printing," in *2015 18th International Conference on Electrical Machines and Systems (ICEMS)*, Oct. 2015, pp. 973–976. doi: 10.1109/ICEMS.2015.7385177.

- [69] L. Li, B. Post, V. Kunc, A. M. Elliott, and M. P. Paranthaman, "Additive manufacturing of near-net-shape bonded magnets: Prospects and challenges," *Scripta Materialia*, vol. 135, pp. 100–104, Jul. 2017, doi: 10.1016/j.scriptamat.2016.12.035.
- [70] C. Huber *et al.*, "Topology optimized and 3D printed polymer-bonded permanent magnets for a predefined external field," *Journal of Applied Physics*, vol. 122, no. 5, p. 053904, Aug. 2017, doi: 10.1063/1.4997441.
- [71] F. Bernier, M. Ibrahim, M. Mihai, Y. Thomas, and J.-M. Lamarre, "Additive manufacturing of soft and hard magnetic materials used in electrical machines," *Metal Powder Report*, vol. 75, no. 6, pp. 334–343, Nov. 2020, doi: 10.1016/j.mprp.2019.12.002.
- [72] E. Peng, X. Wei, T. S. Heng, U. Garbe, D. Yu, and J. Ding, "Ferrite-based soft and hard magnetic structures by extrusion free-forming," *RSC Adv.*, vol. 7, no. 43, pp. 27128–27138, 2017, doi: 10.1039/C7RA03251J.
- [73] L. Liu *et al.*, "Design and Additive Manufacturing of Multi-Permeability Magnetic Cores," p. 6, 2017.
- [74] Y. Wang, F. Castles, and P. S. Grant, "3D Printing of NiZn ferrite/ABS Magnetic Composites for Electromagnetic Devices," *MRS Proc.*, vol. 1788, pp. 29–35, 2015, doi: 10.1557/opl.2015.661.
- [75] J. Gonzalez-Gutierrez, S. Cano, S. Schuschnigg, C. Kukla, J. Sapkota, and C. Holzer, "Additive Manufacturing of Metallic and Ceramic Components by the Material Extrusion of Highly-Filled Polymers: A Review and Future Perspectives," *Materials*, vol. 11, no. 5, p. 840, May 2018, doi: 10.3390/ma11050840.
- [76] N. Volpato, D. Kretschek, J. A. Foggiatto, and C. M. Gomez da Silva Cruz, "Experimental analysis of an extrusion system for additive manufacturing based on polymer pellets," *Int J Adv Manuf Technol*, vol. 81, no. 9, pp. 1519–1531, Dec. 2015, doi: 10.1007/s00170-015-7300-2.
- [77] W. Li, A. Ghazanfari, M. C. Leu, and R. G. Landers, "Extrusion-on-demand methods for high solids loading ceramic paste in freeform extrusion fabrication," *Virtual and Physical Prototyping*, vol. 12, no. 3, pp. 193–205, Jul. 2017, doi: 10.1080/17452759.2017.1312735.
- [78] A. Bellini, L. Shor, and S. I. Guceri, "New developments in fused deposition modeling of ceramics," *Rapid Prototyping Journal*, vol. 11, no. 4, pp. 214–220, Sep. 2005, doi: 10.1108/13552540510612901.
- [79] B. V. Reddy, N. V. Reddy, and A. Ghosh, "Fused deposition modelling using direct extrusion," *Virtual and Physical Prototyping*, vol. 2, no. 1, pp. 51–60, Mar. 2007, doi: 10.1080/17452750701336486.
- [80] S. Whyman, K. M. Arif, and J. Potgieter, "Design and development of an extrusion system for 3D printing biopolymer pellets," *Int J Adv Manuf Technol*, vol. 96, no. 9–12, pp. 3417–3428, Jun. 2018, doi: 10.1007/s00170-018-1843-y.
- [81] Z. Zhou, I. Salaoru, P. Morris, and G. J. Gibbons, "Additive manufacturing of heat-sensitive polymer melt using a pellet-fed material extrusion," *Additive Manufacturing*, vol. 24, pp. 552–559, Dec. 2018, doi: 10.1016/j.addma.2018.10.040.
- [82] A. Woern, D. Byard, R. Oakley, M. Fiedler, S. Snabes, and J. Pearce, "Fused Particle Fabrication 3-D Printing: Recycled Materials' Optimization and Mechanical Properties," *Materials*, vol. 11, p. 1413, Aug. 2018, doi: 10.3390/ma11081413.
- [83] M. J. Reich, A. L. Woern, N. G. Tanikella, and J. M. Pearce, "Mechanical Properties and Applications of Recycled Polycarbonate Particle Material Extrusion-Based Additive Manufacturing," *Materials*, vol. 12, no. 10, Art. no. 10, Jan. 2019, doi: 10.3390/ma12101642.
- [84] R. He *et al.*, "Fabrication of complex-shaped zirconia ceramic parts via a DLP- stereolithography-based 3D printing method," *Ceramics International*, vol. 44, no. 3, pp. 3412–3416, Feb. 2018, doi: 10.1016/j.ceramint.2017.11.135.
- [85] S. Lantean, I. Roppolo, M. Sangermano, M. Hayoun, H. Dammak, and G. Rizza, "Programming the microstructure of magnetic nanocomposites in DLP 3D printing," *Additive Manufacturing*, vol. 47, p. 102343, Nov. 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.102343.
- [86] J. M. Pearce, "Building Research Equipment with Free, Open-Source Hardware," *Science*, vol. 337, no. 6100, pp. 1303–1304, Sep. 2012, doi: 10.1126/science.1228183.

- [87] T. Baden, A. M. Chagas, G. Gage, T. Marzullo, L. L. Prieto-Godino, and T. Euler, "Open Labware: 3-D Printing Your Own Lab Equipment," *PLOS Biology*, vol. 13, no. 3, p. e1002086, Mar. 2015, doi: 10.1371/journal.pbio.1002086.
- [88] B. Wijnen, E. J. Hunt, G. C. Anzalone, and J. M. Pearce, "Open-Source Syringe Pump Library," *PLOS ONE*, vol. 9, no. 9, p. e107216, Sep. 2014, doi: 10.1371/journal.pone.0107216.
- [89] J. M. Pearce, N. C. Anzalone, and C. L. Heldt, "Open-Source Wax RepRap 3-D Printer for Rapid Prototyping Paper-Based Microfluidics," *J Lab Autom.*, vol. 21, no. 4, pp. 510–516, Aug. 2016, doi: 10.1177/2211068215624408.
- [90] M. Navarro, A. Matar, S. F. Diltemiz, and M. Eshraghi, "Development of a Low-Cost Wire Arc Additive Manufacturing System," *JMMP*, vol. 6, no. 1, p. 3, Dec. 2021, doi: 10.3390/jmmp6010003.
- [91] V. Martin *et al.*, "Low cost 3D printing of metals using filled polymer pellets," *HardwareX*, vol. 11, p. e00292, Apr. 2022, doi: 10.1016/j.ohx.2022.e00292.



## 2 Procédé de Fabrication additive indirecte : MIM-like

2	Procédé de Fabrication additive indirecte : MIM-like.....	47
2.1	État de l'art : Voie indirecte pour les matériaux métalliques et céramiques.....	49
2.1.1	Principe général : Réutilisation des techniques de densification et des feedstocks MIM 49	
2.1.2	Avantages et limites du procédé MIM-like .....	52
2.2	Fabrication de la pièce verte par impression 3D.....	57
2.2.1	Technologie Granulés .....	57
2.2.2	Problématiques liées aux granulés.....	61
2.3	Validation du procédé sur des matériaux MIM granulés.....	67
2.3.1	Acier inoxydable 316L.....	68
2.3.2	Fe3%Si.....	86
2.4	Conclusion et résultats obtenus .....	95
2.5	Références bibliographiques .....	96

La présentation de la fabrication additive qui est faite au chapitre d'état de l'art fait apparaître une multitude de solutions techniques qui peuvent être utilisées pour la mise en forme des matériaux métalliques et céramiques. Plusieurs de ces méthodes d'impression 3D permettent désormais de produire des pièces de qualité industrielle. En effet, elles offrent une bonne précision géométrique et des performances mécaniques élevées. Encore aujourd'hui, divers travaux de recherche traitent de ces sujets pour permettre un meilleur contrôle des procédés, améliorer leur stabilité ou les étendre à une gamme de matériaux toujours plus grande. Cependant, il faut noter que la plupart des technologies qui ont été introduites précédemment sont directes, c'est-à-dire que l'étape d'impression seule permet de fabriquer une pièce métallique. Bien que ces procédés permettent d'obtenir une pièce finie rapidement, ils n'en demeurent pas moins difficiles à utiliser et les équipements nécessaires à leur fonctionnement sont particulièrement onéreux. De plus, la mise en place de la fabrication additive pour de nouveaux matériaux requiert le développement de feedstocks. Cette activité peut se révéler complexe à mettre en œuvre et elle requiert un contrôle important sur le procédé.

Dans ce chapitre, le procédé MIM-like est présenté. Il s'agit d'un procédé d'impression 3D indirect qui utilise les feedstocks et les techniques de densification du procédé Metal Injection Molding (MIM) [1]. Le caractère indirect tient au fait que des traitements supplémentaires, de déliantage et de densification, interviennent après l'impression et sont nécessaires pour obtenir la pièce métallique finale et les performances escomptées. Cette méthode, si elle est plus longue, se révèle moins chère à mettre en place et permet, entre autres, d'utiliser une chaîne d'outils plus simple et ouverte, laissant au développeur un plus grand contrôle sur l'ensemble du procédé. De plus, l'accès à des matières premières destinées à la fabrication additive est grandement élargi, puisqu'une grande partie des feedstocks préparés pour l'injection peuvent être détournés pour l'impression. Le développement de formulations est également simplifié, car les méthodes de préparation des mélanges restent relativement faciles à mettre en place. Ceci permet d'envisager le développement de l'impression 3D pour des matériaux qui ne sont pas encore disponibles commercialement.

Dans un premier temps, le principe de fonctionnement du procédé MIM-like est présenté. Les différents avantages et inconvénients qui ont motivé son choix sont exposés, ainsi que la mise en place des outils et des différentes étapes qui interviennent pour son utilisation. Dans un second temps, le système développé est employé pour fabriquer des pièces en acier inoxydable 316L à partir d'un feedstock MIM commercial. L'ensemble du procédé est calibré avec ce matériau, l'objectif est d'éprouver notre chaîne de fabrication MIM-like dans son ensemble pour pouvoir ensuite l'exploiter. Ainsi, un feedstock MIM similaire est utilisé par la suite pour produire des pièces en fer silicium 3% en masse. Pour ces deux matériaux, la validation du procédé est faite sur des critères de formes et de densité, ainsi que sur des essais de caractérisation des propriétés mécaniques et magnétiques des pièces.

## 2.1 État de l'art : Voie indirecte pour les matériaux métalliques et céramiques

Pour résoudre une partie des problématiques énoncées dans le chapitre précédent, il est possible d'adapter les techniques de fabrication des procédés d'injection. Le procédé MIM permet de créer une pièce métallique de manière indirecte en passant par un objet composite intermédiaire. Les différentes étapes de ce procédé classique sont d'abord détaillées, puis les avantages et inconvénients qu'implique l'application du principe de densification à la fabrication additive par extrusion de matière sont présentés.

### 2.1.1 Principe général : Réutilisation des techniques de densification et des feedstocks MIM

Le procédé MIM se décompose en trois étapes. Tout d'abord, la pièce intermédiaire est mise en forme par moulage, le liant polymère est ensuite retiré par déliantage. Enfin, le matériau cible, présent sous forme de poudre, est densifié grâce à un traitement thermique de frittage. Les étapes de fabrication du procédé MIM sont résumées dans la Figure 1.

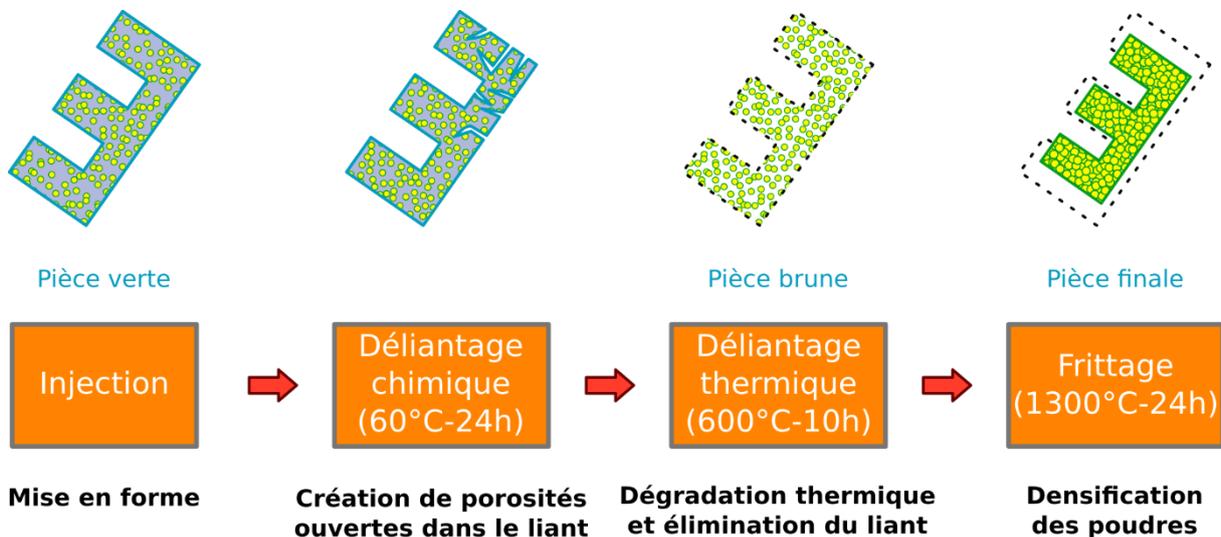


Figure 1: Cycle de fabrication MIM

#### 2.1.1.1 Mise en forme de la pièce verte par injection

Tout d'abord, une pièce préalable est réalisée par injection plastique. Pour cela, une presse à injecter est utilisée pour remplir un moule avec un mélange de polymère et de poudre. Cette matière première se présente sous la forme de granulés cylindriques ou arrondis de quelques millimètres de diamètre. Ceux-ci sont introduits au début d'une vis d'extrusion dont le fourreau est chauffé à des températures qui peuvent varier de 150 à 300°C en fonction de la nature du polymère utilisé. Le mouvement de rotation de la vis ainsi que l'apport de chaleur vont écraser et faire fondre la partie polymère des granulés. Un débit de matière continue et homogène est obtenu grâce à l'augmentation de pression et aux fortes contraintes de cisaillement induites entre la vis et son logement. Enfin, l'injection sous haute pression de cette matière fondue dans des moules usinés permet d'obtenir des pièces d'une grande précision dimensionnelle [2].

Les procédés d'injection classiques utilisent des granulés composés d'un mélange de polymères thermoplastiques solides à température ambiante mais qui présentent le comportement rhéologique d'un liquide visqueux une fois chauffés. Dans le cas du MIM, une charge de poudre constituée du matériau métallique cible est ajoutée comme illustré sur la Figure 2. La granulométrie de cette poudre

doit être assez fine pour pouvoir atteindre des taux de charge importants. En fonction des feedstocks, les fractions volumiques en poudre peuvent atteindre 70% pour des diamètres de grain allant de un à quelques dizaines de microns. Ainsi, après injection et refroidissement dans le moule, l'objet obtenu est constitué d'une matrice liante en polymère qui encapsule les grains de poudre métallique et qui donne à l'ensemble une cohésion mécanique suffisante pour permettre de manipuler les échantillons. Cet objet intermédiaire est appelé la « pièce verte ». Afin d'obtenir la pièce finale composée uniquement du matériau métallique, il faut réaliser un post traitement en deux étapes : le déliantage et le frittage.

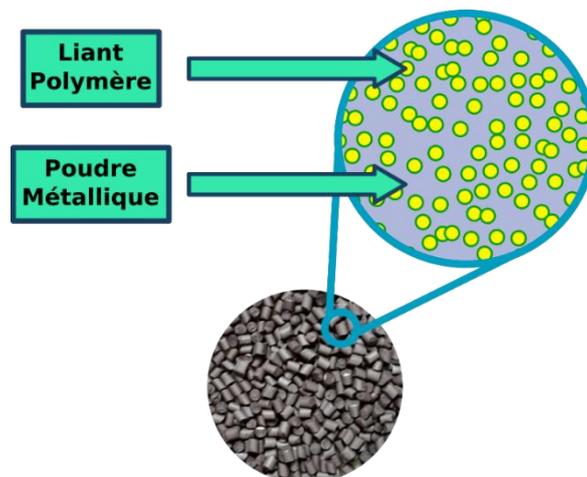


Figure 2 : Schéma d'un feedstock granulé de polymère chargé pour le MIM

### 2.1.1.2 Retrait de la matrice squelette par déliantage

Le déliantage a pour but de retirer le liant polymère de la pièce verte. Pour cela, celle-ci est portée à une température élevée, à laquelle la matrice polymère va être dégradée thermiquement, tout en étant balayée par un flux de gaz pour permettre l'évacuation des particules et des suies qui résultent de cette pyrolyse. Il s'agit d'un procédé lent qui s'étale sur plusieurs heures, ce qui permet au liant de se dissiper tout en conservant la forme originale de la pièce. La vitesse du déliantage peut néanmoins avoir un impact sur la géométrie et être à l'origine de défauts s'il est réalisé trop rapidement. En effet, l'évacuation d'une quantité trop importante de gaz provenant de la dégradation des polymères en un temps réduit peut générer des fissures dans la pièce ou des cloques à sa surface. Outre ces longs paliers de maintien en température, il est souvent envisagé d'utiliser des rampes de chauffe lentes, avec des vitesses parfois inférieures à un degré par minute. Le cycle de déliantage thermique peut également être décomposé en différents paliers visant à dégrader chaque liant à la température qui lui correspond et ainsi réduire davantage le risque de provoquer des déformations.

Pour accélérer cette étape, les procédés industriels font souvent intervenir un déliantage chimique dans un solvant en amont du traitement thermique. Cette étape retire une partie du liant polymère, ce qui réduit la quantité de matière à dégrader thermiquement. De plus, elle permet de créer un réseau de porosités ouvertes dans la matrice liante, créant une voie d'échappement pour les éléments dégradés au cœur de la matière et encore un fois réduire l'apparition de défauts. L'objet obtenu au terme du déliantage est appelé la « pièce brune ». Extrêmement fragile, sa forme n'est conservée que par les forces d'interaction entre les grains de poudre métallique. Pour éviter d'endommager la pièce, des cycles combinés sont souvent mis en place. Le déliantage thermique est ainsi immédiatement suivi

du dernier traitement de densification au sein du même four. Ainsi l'objet n'a pas à être déplacé lorsqu'il est le plus fragile.

### 2.1.1.3 Densification des poudres par frittage

La dernière étape consiste en la densification de la pièce par frittage. Il s'agit d'un procédé de consolidation de la matière à partir d'un agglomérat granulaire. En chauffant fortement la pièce brune aux alentours de 80% de la température de fusion du matériau, il est possible d'amener assez d'énergie au système pour activer un phénomène de diffusion de la matière à l'état solide [3]. La différence de tension de surface au niveau de l'interface entre les grains est à l'origine d'un gradient de contraintes qui va induire un mouvement de matière par diffusion et vers les interfaces comme schématisé sur la Figure 3. La diminution de l'énergie du système par la diminution de sa surface spécifique permet de réduire son état de dispersion. En liant les grains de poudre entre eux, on passe d'un agglomérat fragile à un matériau dense et résistant mécaniquement qui présente un faible taux de porosité (Figure 4). La densification de l'échantillon s'accompagne nécessairement d'une réduction du volume total qui dépend de la fraction volumique en poudre dans la pièce verte et du cycle de frittage.

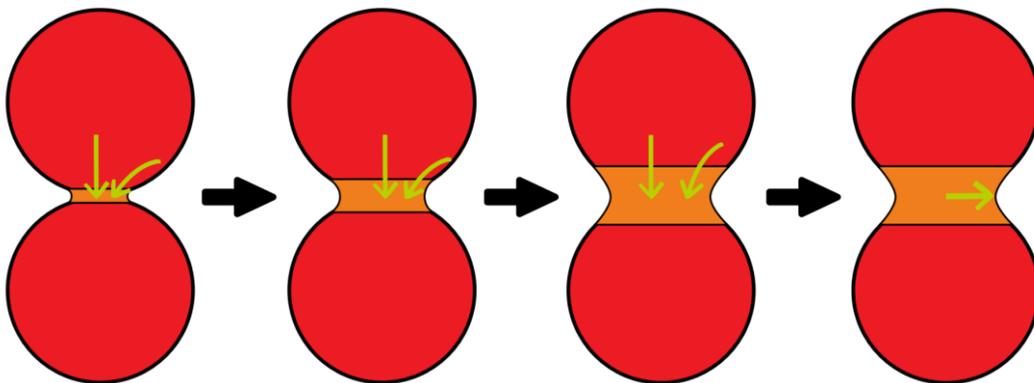


Figure 3 : Mécanisme de diffusion à l'origine du frittage au niveau de l'interface entre deux grain

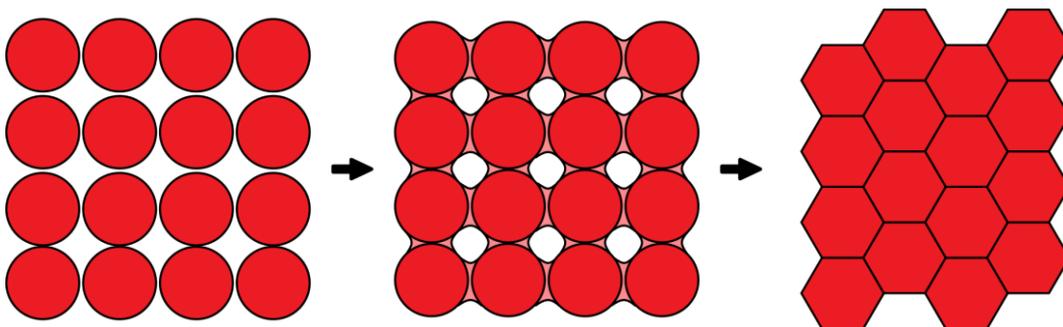


Figure 4 : Schématisation du passage d'un agglomérat à un objet solide dense par frittage [3]

Comme dit plus haut, la matrice est composée d'un mélange de polymères. Dans la plupart des formulations pour application MIM, celui-ci est composé de trois éléments. Un liant primaire polymérique, qui a pour fonction de maintenir les grains de poudres et la structure de l'objet jusqu'au traitement thermique. Un liant secondaire polymérique soluble qui sera retiré lors du déliantage chimique. Enfin, un agent de mouillage peut être ajouté pour améliorer le contact entre les grains de poudre et la formulation de polymères. Dans la bibliographie, on trouve l'utilisation de polypropylène ou de PLA comme liant primaire [4], aussi appelé liant squelette. Les liants secondaires rencontrés sont constitués d'acide polyvinylique (PVOH) ou du polyéthylène glycol (PEG), deux polymères qui sont

solubles dans l'eau. Enfin, l'acide stéarique est un agent mouillant couramment utilisé pour ce genre de formulations composites.

#### 2.1.1.4 Modification de l'étape de mise en forme vers un procédé additif : MIM-like

L'utilisation d'un feedstock polymère pour la création de l'objet 3D permet d'envisager d'autres procédés de mise en forme que le moulage. Ainsi, il est possible de fabriquer la pièce verte non plus par injection mais par un procédé additif de dépôt de matière. Pour cela, une première solution est d'utiliser directement la matière première dédiée à l'injection sous forme de granulés grâce au procédé FGF. Ceux-ci sont insérés dans une extrudeuse miniaturisée dédiée à l'impression 3D mais dont la structure est similaire à celle présente dans une presse à injecter. Ce passage d'un procédé à l'autre est possible grâce aux similitudes qui existent entre les conditions d'injection et celles d'impression, en particulier pour les températures de fonctionnement et la viscosité du matériau. Une fois la pièce verte imprimée, les étapes de post-traitement présentées précédemment sont appliquées de manière similaire. Sur le marché, plusieurs solutions d'impression pour granulés existent pour les polymères et d'autres types de matériaux. Divers exemples de systèmes ont été étudiés dans la bibliographie. Reich et al. [5] utilisent par exemple l'imprimante Gigabot X, dédiée à l'impression de matière granulaire et disponible commercialement, pour créer des pièces à partir de plastique recyclé. D'autres auteurs développent leur propre système d'impression pour disposer d'un plus grand contrôle sur l'étape de mise en forme. Dans ce sens, on peut citer les travaux de Zhou et al. [6] dans lesquels une tête d'impression pour granulés à alimentation multiple est développée pour réduire la dégradation thermique subie par des matériaux sensibles à la chaleur lors de la fabrication. Des développements similaires ont été réalisés pour imprimer différents types de polymères à l'aide d'extrudeuses personnalisées [7], [8]. C'est cette voie qui est explorée pour les travaux de thèse présentés ici. L'imprimante et l'extrudeur sont présentés en détail à la section 2.2.1.1 de ce chapitre.

#### 2.1.2 Avantages et limites du procédé MIM-like

Le procédé MIM-like présente plusieurs intérêts qui peuvent pousser vers son utilisation plutôt que celle d'un autre procédé de fabrication additive directe. La principale motivation est la simplification de l'étape de mise en forme. L'accès à une grande variété de matériaux parmi ceux déjà disponibles pour l'injection est également un avantage important. Néanmoins, les différentes étapes de fabrication et les délais liés à la mise en place des différentes étapes viennent nuancer ces points forts et doivent être pris en considération. Bien souvent, les spécificités de ce procédé imposent de faire des compromis, en particulier sur la qualité de la géométrie obtenue et sur la taille des pièces.

Les avantages et inconvénients développés par la suite sont rassemblés dans le Tableau 1.

Tableau 1 : Avantages et inconvénients du procédé MIM-like

Avantages	Inconvénients
Fabrication moins chère	Contrôle du débit difficile et précision faible
Possibilité d'utiliser un grand nombre de feedstocks dont ceux du MIM	Procédé long et en plusieurs étapes
Facilité de développement	

##### 2.1.2.1 Une fabrication moins chère et à puissance réduite

Le recours à un procédé similaire au MIM simplifie grandement l'étape de mise en forme, notamment grâce à l'emploi de matériaux polymères à bas point de fusion. La quantité d'énergie à transmettre

sous forme de chaleur aux matériaux pour les faire fondre est relativement faible. Par conséquent, les équipements d'impression font intervenir des composants de puissance électrique réduite, en particulier si l'on compare avec la fabrication additive directe tel que le procédé SLM. Par exemple, l'imprimante E3D ToolChanger qui a été utilisée pour nos impressions avec un feedstock de granulés est donnée pour une puissance électrique de 400 W et fonctionne sous 24 V, là où Ravisankar et al. [9] rapportent une puissance de 3.5 kW pour une imprimante SLM. De même, Kellens et al. [10] mesurent une puissance de 3.25 kW lors de l'impression dont 2.24 kW rien que pour la cellule laser. Ceci facilite l'utilisation et la mise en place de développements supplémentaires. Il est par exemple très simple de remplacer une tête d'impression standard (<300°C) par une tête haute température (<500°C)<sup>1</sup>. De la même manière, le contrôle de l'environnement d'impression peut être négligé pour une grande partie des matériaux et se limite souvent à un maintien en température de l'enceinte entre 50 et 100°C pour les polymères les plus exigeants. Cependant, la fabrication additive indirecte nécessite un traitement thermique de déliantage et de densification à haute température. Celui-ci dure entre 10 et 15 heures et représente le principal foyer de consommation électrique. Par exemple, le four de milieu de gamme que nous avons utilisé pour une partie de nos frittages est dimensionné pour une puissance de 4.5 kW. Le bilan énergétique n'est donc pas nécessairement favorable au MIM-like et dépend de nombreux facteurs tels que la vitesse d'impression, l'épaisseur de couche, le nombre de pièces frittées en parallèle, etc...

La puissance réduite nécessaire à la mise en forme de la pièce verte et l'utilisation d'une phase de densification séparée permettent également de réduire le prix des équipements. Par exemple, l'imprimante utilisée pour nos impressions et l'extrudeuse utilisée pour l'adapter à l'impression de granulés ont coûté environ 2600 € [11]. D'autres systèmes d'impressions FGF commerciaux<sup>2</sup> sont vendus pour des prix qui évoluent entre 10000 et 100000€. À l'inverse l'acquisition d'une imprimante qui utilise un lit de poudre se fera pour une somme supérieure à 150000 €<sup>3</sup>. On peut faire remarquer qu'ici le prix des équipements de post-traitement n'est pas pris en compte. Un four performant est en effet indispensable pour le procédé MIM-like, mais d'autres équipements sont également nécessaires pour les procédés directs, pour préparer les poudres, les retirer et procéder à des traitements thermiques sous pression sur les pièces imprimées.

### 2.1.2.2 Un feedstock pratique et classique de l'industrie

La possibilité d'imprimer à partir de granulés offre également plusieurs avantages, en particulier celui de retirer l'étape de fabrication d'un filament. En effet, c'est sous cette forme qu'est habituellement utilisé le feedstock pour les procédés FFF. Mais pour permettre le contrôle du débit d'extrusion, le diamètre du fil doit être connu avec précision et rester le plus fixe possible. La plupart des fils de 1,75 mm de diamètre disponibles sur le marché ont une tolérance inférieure à 50 µm. La fabrication d'un tel filament nécessite un matériel spécialisé et une forte expérience. De plus, la manipulation de ce filament et son extrusion peuvent se relever difficiles pour certains matériaux mous ou fragiles. Elles deviennent impossibles si l'on considère des matériaux fortement chargés en poudre. En effet, malgré

---

<sup>1</sup> [1] "V6 All-Metal HotEnd" E3D Online. <https://e3d-online.com/products/v6-all-metal-hotend> (accessed Dec. 30, 2022).

<sup>2</sup> "Cheaper 3D Printing with Pellets" All3DP Pro, Dec. 06, 2021. <https://all3dp.com/1/cheaper-3d-printing-with-pellets/> (accessed Aug. 12, 2022).

<sup>3</sup> "How Much Does a Metal 3D Printer Cost?" All3DP, Oct. 17, 2021. <https://all3dp.com/2/how-much-does-a-metal-3d-printer-cost/> (accessed Aug. 12, 2022).

un mélange homogène, la matrice polymère et les grains de poudre présentent une faible cohésion, ce qui donne aux matériaux un comportement plus rigide et friable.

Finalement, une très grande partie des polymères produits le sont sous forme de granulés ou de flocons. La capacité à réaliser une extrusion contrôlée et donc une impression à partir de ce format de matière première donne par conséquent un accès privilégié à une large gamme de polymères. Cela facilite également l'approvisionnement, la préparation et l'utilisation de formulations chargées spécifiques ou de polymères trop spécialisés pour être commercialisés sous forme de filament. Quelques exemples de granulés sont donnés sur la Figure 5.

### **Granulés chargés Acier 316L (PolyMIM)**



### **Granulés polymère PLA**



### **Granulés chargés ferrite magnétique**



Figure 5 : Différents types de granulés

#### **2.1.2.3 Opportunités d'accès aux matériaux MIM et simplicité de développement**

De manière similaire, la possibilité de détourner la quasi-totalité des feedstocks granulés du MIM permet d'envisager la fabrication additive de davantage de matériaux que ceux qui sont actuellement disponibles pour les procédés directs. De plus, l'application d'un procédé indirect faisant intervenir un frittage permet de faciliter la fabrication des matériaux à haut point de fusion tels que les céramiques. En effet, les méthodes directes par frittage laser de céramique présentent de nombreuses limitations liées à des niveaux de densification insuffisant ou l'apparition de défauts [12]. Dans le cas des céramiques, on parlera de procédé CIM pour Ceramic Injection Molding. De manière plus générale, on peut également utiliser le nom PIM pour Powder Injection Molding puisque le point commun entre ces procédés et d'utiliser des poudres.

On peut dès aujourd'hui trouver des feedstocks de granulés chargés avec les matériaux couramment utilisés dans le génie électrique et destinés à l'injection. L'entreprise PolyMIM propose par exemple des feedstocks granulés chargés avec du cuivre et des alliages magnétiques doux. On peut trouver par ailleurs des matériaux magnétiques durs tels que des alliages de néodyme fer bore ou certaines ferrites permettant de réaliser des aimants. Des feedstocks sont aussi disponibles pour les céramiques telles que l'alumine qui représente un isolant électrique idéal car elle permet également une bonne conductivité thermique.

Pour aller plus loin, on peut considérer que la phase de création d'un nouveau feedstock se trouve également facilitée par cette méthode indirecte car l'étape d'impression est peu sensible à la nature de la poudre. Comme nous le verrons plus loin, pour une même matrice liante, le comportement du

feedstock est principalement modifié par la granulométrie et le taux de charge. D'autres paramètres comme la forme des grains ou leur couleur peuvent également avoir un impact modéré. Dans le cas d'un feedstock granulé, il est nécessaire d'utiliser une extrudeuse pour mélanger les polymères et les poudres afin d'obtenir un mélange homogène. Le contrôle du profil de température au cours du mélange et la mesure des débits d'entrée est nécessaire pour obtenir la fraction volumique désirée. En revanche, le comportement liquide des résines DLP simplifie la création d'un feedstock en la ramenant à une simple pesée des éléments et à leur mélange à température ambiante.

Ainsi, on peut se risquer à avancer que le procédé MIM-like sera en mesure d'imprimer et de densifier n'importe quel matériau qui soit frittage, à condition d'avoir une poudre de granulométrie contrôlée et de déterminer le cycle thermique adapté.

### 2.1.2.4 Qualité de la géométrie et contrôle du débit

Le procédé de fabrication MIM-like permet la réutilisation des granules prévus pour être initialement injectés. Bien qu'il soit possible de les imprimer, le comportement de ces matériaux limite certains aspects du procédé de dépôt de matière fondue. Par exemple, la forte viscosité du mélange peut rendre difficile l'étalement et l'adhésion des fils déposés avec la couche précédente. Pour résoudre ce problème, une légère augmentation du débit peut être appliquée pour améliorer le contact, mais elle se traduira par un état de surface plus rugueux sur le dessus et les côtés de la pièce. Comme nous le verrons par la suite, le débit d'extrusion est obtenu par la rotation d'une vis sans fin qui permet le convoyement de granules fondus, il est également fortement dépendant des conditions et des différents paramètres d'impression. Par exemple, une variation de la vitesse ou de l'épaisseur de couche demandera un nouveau réglage du débit. Ceci limite également les capacités d'impressions en surplomb, qui ne pourront être effectuées qu'avec des inclinaisons plus faibles de celles qui peuvent être atteintes à l'aide de procédés qui contrôlent leur débit par pincement d'un filament comme le Fused Filament Fabrication (FFF). La pièce visible sur la Figure 6 est un bon exemple de géométrie qui présente à la fois des surplombs et des plans inclinés qui peuvent facilement être imprimés avec un feedstock de ce type.

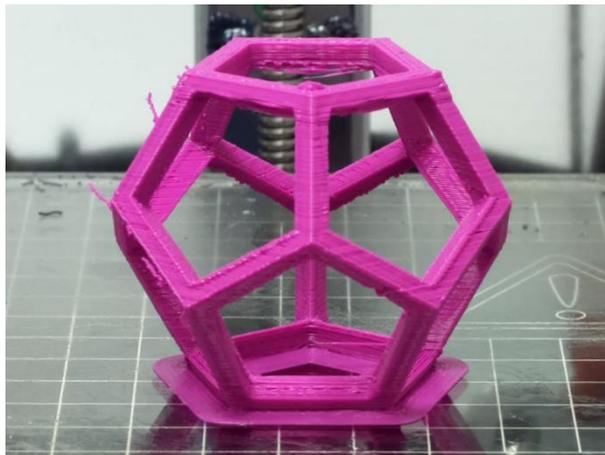


Figure 6 : Pièce imprimée à partir d'un feedstock sous forme de filament. Ce dodécaèdre évidé présente différentes parties inclinées et en surplomb.

Enfin, les possibilités de retrait et de reprise de débit, particulièrement importantes pour l'impression d'éléments de petites tailles et l'amorce de chaque extrusion, restent difficiles à maîtriser et varient elles aussi avec le type de matériaux et les paramètres d'impression.

#### *2.1.2.5 L'impact d'un procédé en plusieurs étapes*

Une des spécificités du procédé MIM-like est de passer par trois étapes distinctes pour créer une pièce. Or, chacune d'entre elles va avoir un ou plusieurs impacts sur la pièce finale. Il convient de bien les connaître pour satisfaire aux différentes exigences du cahier des charges. Par exemple, un problème qui intervient fréquemment dans la fabrication additive [13], [14] est celui de l'anisotropie induite par l'impression de couches superposées. En effet, une pièce ne présente pas forcément les mêmes propriétés dans le plan d'impression que dans la direction normale. De plus, lorsqu'une épaisseur n'est pas réalisée en une seule fois, la stratégie d'impression et l'orientation des éléments qui la composent, tels que le nombre de murs, le type de remplissage ou la position des coutures, peuvent également avoir un impact sur la présence de porosité et diverses propriétés physiques, y compris pour des phénomènes dirigés de manière tangente au sens d'impression.

Une autre difficulté tient à la dynamique du cycle thermique et à l'environnement utilisé. Un déliantage trop rapide ou inadapté provoque souvent une déformation de la pièce ou la formation de fissures. De même, le traitement thermique et la vitesse de chauffe ou de refroidissement peuvent grandement modifier la composition, la microstructure ou le degré de porosité du matériau cible [15]. Pour parvenir à la densification réussie d'une pièce, ces phénomènes doivent donc être pris en compte et les étapes de post-traitement adaptées doivent être appliquées. Ces différentes étapes représentent autant de paramètres à analyser et à maîtriser pour obtenir une pièce réussie qui puisse atteindre le niveau de performance désiré, tout en respectant la géométrie souhaitée.

## 2.2 Fabrication de la pièce verte par impression 3D

La spécificité du procédé MIM-like, par rapport aux procédés d'injection, réside dans la mise en forme de la pièce verte par fabrication additive. Celle-ci est réalisée à l'aide du procédé FGF. Ici, ce procédé est mis en place à l'aide d'une imprimante bas coût, équipée d'une tête d'impression spécialement adaptée. Dans cette section, les développements et adaptations qui ont été réalisés pour permettre l'impression 3D par dépôt de matière fondue à partir d'un feedstock sous forme de granulés sont présentés. La validation de la méthode est faite au travers de deux feedstocks MIM commerciaux. Le premier est un acier inoxydable austénitique 316L et est évalué par une caractérisation des propriétés mécaniques en traction, l'autre est un Fe3%Si pour lequel sont évaluées les performances magnétiques envisageables.

### 2.2.1 Technologie Granulés

Pour mettre en œuvre l'impression 3D par extrusion de matériaux plus performants, on utilise des polymères chargés en particules métalliques ou céramiques. Afin de pouvoir utiliser ce type de feedstock, une adaptation de la tête d'extrusion est nécessaire. En particulier pour les éléments de chauffage et de mise en mouvement des granulés.

#### 2.2.1.1 Principe : extrusion par une extrudeuse mono-vis

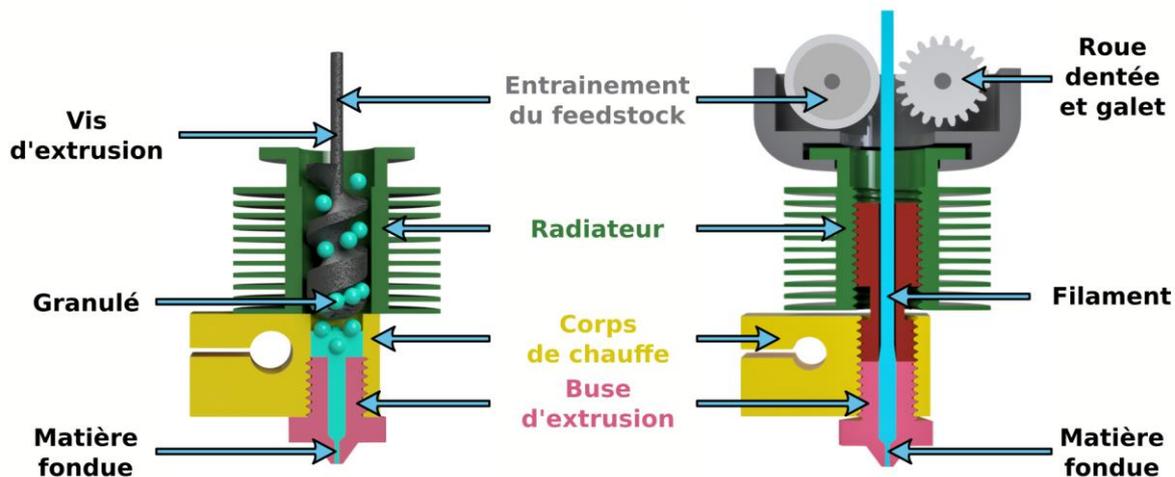


Figure 7 : Comparaison des éléments d'une tête d'extrusion granulés avec une tête d'impression pour feedstock filament

La structure utilisée est principalement composée de quatre éléments qui sont visibles en couleur et au centre du schéma de la Figure 7. Comme pour le procédé FFF classique d'impression à partir d'un filament, on retrouve un corps de chauffe (en jaune) et une buse d'extrusion (en rose), qui permettent respectivement de faire fondre et d'extruder un fil de matière avec un diamètre donné. Le matériau est entraîné par une vis d'Archimède (en gris), qui permet de transporter les granulés. Ceux-ci sont écrasés entre la vis et son logement pour former une zone de matière continue qui sera poussée jusqu'à la sortie. La chaleur de l'élément chauffant est transférée par conduction au boîtier de la vis et à la buse d'extrusion. En ajustant correctement la température, la partie polymère des granulés est progressivement fondue pendant le processus de transport et de compression. Pour une température donnée, c'est la vitesse de rotation de la vis qui crée une augmentation de la pression de la matière visqueuse et modifie le débit de matière extrudée. Enfin, un radiateur (en vert) assure la dissipation de la chaleur pour éviter que la chaleur ne remonte jusqu'au feedstock restant dans le réservoir au-dessus de la tête.

Comme pour les procédés d'extrusion et d'injection de polymères thermoplastiques (le procédé MIM en particulier), une vis d'Archimède est utilisée pour extruder les granulés fondus par la buse de la tête d'impression. Ainsi, le système d'extrusion employé pour nos travaux d'impression réalise la même fonction que pour le procédé MIM mais à plus petite échelle. Au lieu d'être injectés, les joncs de matière sont déposés de manière ordonnée pour imprimer une forme. Cela implique en particulier de fonctionner avec des débits plus fins et contrôlés.

La forme de la vis d'extrusion et celle de son enceinte sont conçues pour améliorer le transport et le contrôle du flux de matière [16], [17]. L'ensemble est composé de trois sections : la zone d'alimentation, la zone de transition et la zone de dosage comme on peut le voir sur la Figure 8.

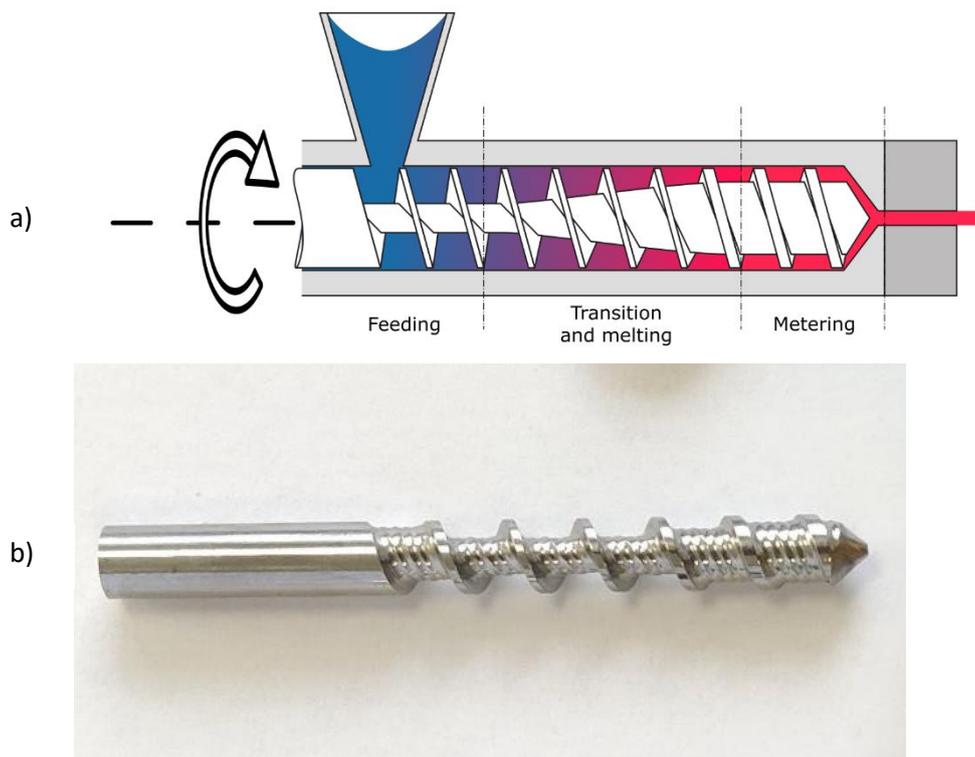


Figure 8: a) Schéma du profil classique d'une vis d'extrusion [16]  
b) Photo de la vis présente dans la tête d'impression pour granulés Mahor XYZ

Le profil de la vis présente également une réduction du volume disponible dans la section de transition. Cette forme crée une augmentation de la pression qui permet d'écraser les granulés et d'expulser les bulles d'air. Le résultat est un cordon de matière homogène à la sortie de la tête d'extrusion. De même, la partie intérieure du logement de la vis présente des rayures hélicoïdales qui augmentent son coefficient de friction et améliorent le transport des granulés. Une vis d'extrusion similaire est mise en œuvre dans le cas du système d'impression pour granulés Mahor que nous avons utilisé. Celui-ci sera présenté en détail dans la section suivante.

### 2.2.1.2 Adaptation de la machine

Dans les travaux de thèse présentés, l'ensemble des impressions 3D à partir de granulés a été réalisé à l'aide d'une tête d'extrusion commerciale : le "Mahor XYZ Pellet extruder V3"<sup>4</sup>. C'est un composant

<sup>4</sup> "mahor·xyz" mahor·xyz. <https://mahor.xyz/>

vendu seul qui se compose principalement d'une vis d'extrusion similaire à celle présentée sur la Figure 8, d'un moteur pas à pas et d'un corps de chauffe. Une résistance chauffante insérée dans ce dernier élément permet le contrôle de la température d'impression. Autour des zones de transition et de mélange de la vis, un échangeur thermique dont le radiateur est refroidi par un ventilateur, permet de contrôler plus précisément le gradient de température le long de la vis. En effet, la matière fondue doit être suffisamment fluide au niveau de la buse d'extrusion mais le mélange doit rester visqueux en amont pour être entraîné et assurer un débit ininterrompu. Au-dessus de l'extrudeuse, un réservoir doté d'un ventilateur supplémentaire permet de stocker les granulés et de les garder froids jusqu'à leur entrée dans le fourreau de la vis. Ainsi, grâce à l'action des deux ventilateurs, la partie polymère des granulés reste à l'état solide pour qu'ils puissent tomber et atteindre l'entrée de la vis d'extrusion sans former de bouchon. La température est mesurée en deux points par des composants électroniques dont la résistance électrique varie avec la température : des thermistors. Ceux-ci sont directement insérés dans le corps de chauffe à côté de la résistance chauffante, et au sommet du dissipateur thermique du corps de la vis, à côté de l'entrée des granulés (voir les flèches rouges sur la Figure 9). Il faut cependant noter que seule la tension d'alimentation de la résistance est asservie à la température du thermistor du bas.

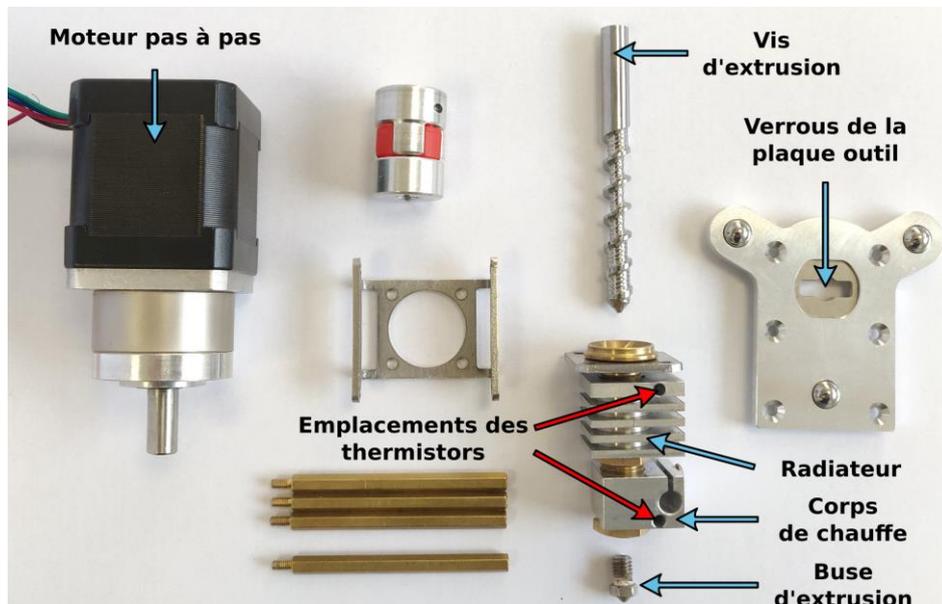


Figure 9: Mahor V3 Extruder parts + E3D fixing plate

Cette extrudeuse est suffisamment compacte et légère pour être montée sur un système mécanique trois axes qui permettra de la déplacer pendant l'impression. Pour cela, les pièces d'adaptation nécessaires ont été préparées et imprimées afin de pouvoir monter la tête d'extrusion sur un portique mécanique CNC « Tool Changer » fabriqué par la société E3D<sup>5</sup>. Celle-ci est visible sur la Figure 10.a. Il s'agit d'une imprimante open-source qui présente la particularité d'être équipée de quatre modules-outils différents. Pour passer de l'un à l'autre, un porte-outil mobile est capable de saisir les différents éléments grâce à un système de verrou. C'est un équipement polyvalent et ouvert qui a l'avantage d'être relativement abordable avec un prix aux alentours de 2000 €.

<sup>5</sup> "ToolChanger & Motion System Bundle inc Tools & Hemera Extruders" E3D Online. <https://e3d-online.com/products/toolchanger-hemera-bundle>

Dans sa configuration originale, la Tool Changer est équipée de quatre têtes d'extrusion FFF pour filament destinées à l'impression 3D multi-matériaux. Cependant, sa grande ouverture matérielle et logicielle permet d'adapter tout type de procédés pilotés par ordinateur et d'utiliser des outils variés. Par exemple, une application souvent envisagée dans la littérature est de réunir des processus de fabrication additive et soustractive dans un même processus pour réaliser des pièces de manière hybride [18]. En outre, toutes les informations concernant les spécifications des composants et les configurations logicielles nécessaires sont fournies par le fabricant. Ainsi, en plus d'être un ensemble mécanique très robuste, cette plateforme est bien adaptée au développement d'un outil dédié à l'impression granulaire. Le montage complet est présenté sur la Figure 10,b. Les pièces d'adaptation qui ont été développées pour nous permettre de saisir l'extrudeuse à granulés avec le porte-outil sont visibles sur la Figure 11 [11].

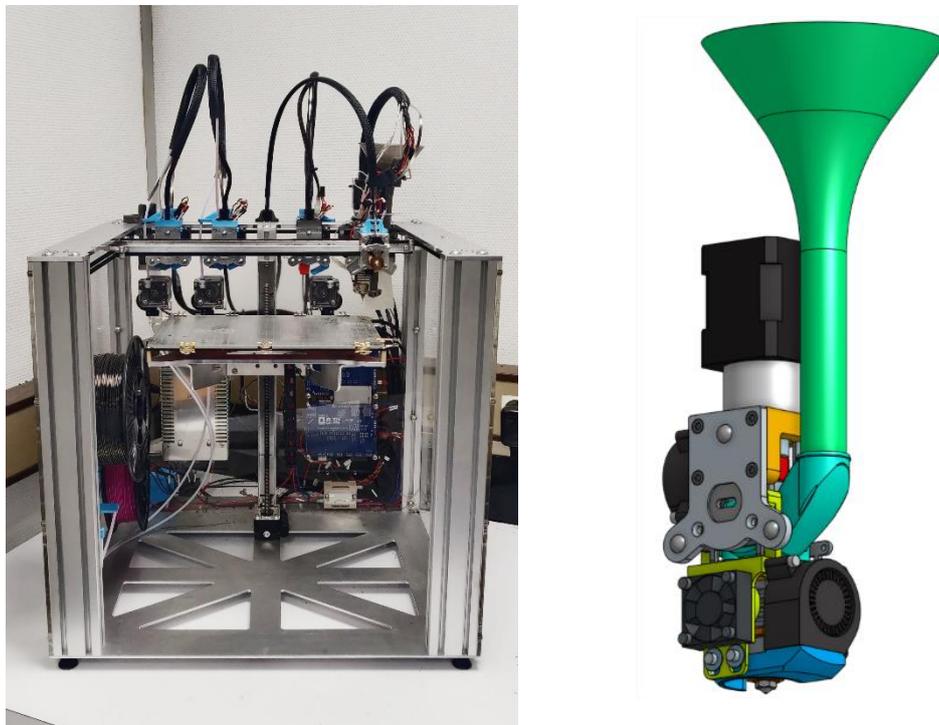


Figure 10 : a) Imprimante E3D Tool Changer  
b) Extrudeuse Mahor XYZ montée avec une plaque porte-outil E3D

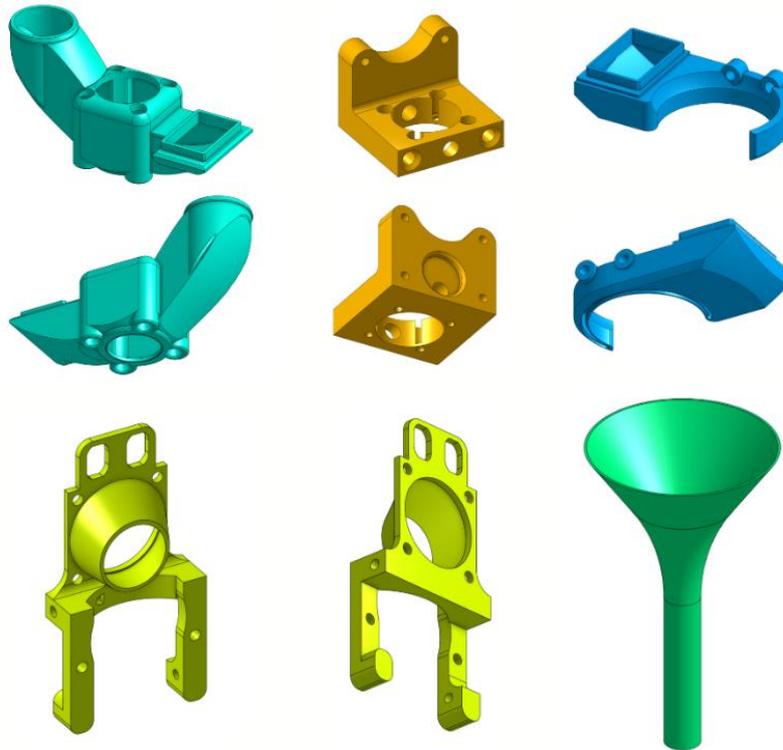


Figure 11 : Pièces d'adaptation Mahor XYZ V3 pour E3D Tool changer

### 2.2.1.3 Contrôle numérique

L'impression d'une pièce suit les étapes présentées sur la Figure 12. Un objet géométrique au format numérique est d'abord produit à l'aide d'un modèleur 3D. Le format de fichier STL est l'un des plus simples et des plus utilisés. Il décrit un nuage de points reliés entre eux par des facettes triangulaires. En formant un volume étanche, ces facettes peuvent alors décrire une géométrie. La deuxième étape consiste à découper la forme que l'on veut imprimer en une succession de couches horizontales. Pour cela, un logiciel appelé Slicer est en mesure de créer le dessin de chacune des couches. Il s'agit d'un ensemble de segments selon lesquels la buse viendra déposer la matière. Ces informations sont contenues dans le fichier Gcode. Celui-ci contient l'intégralité des commandes que devra exécuter l'imprimante. Ce fichier est fourni au firmware de l'imprimante. Il s'agit du logiciel interne de la machine qui va interpréter les différents ordres du Gcode et les traduire en commandes pour actionner les moteurs pas à pas et les éléments chauffants.

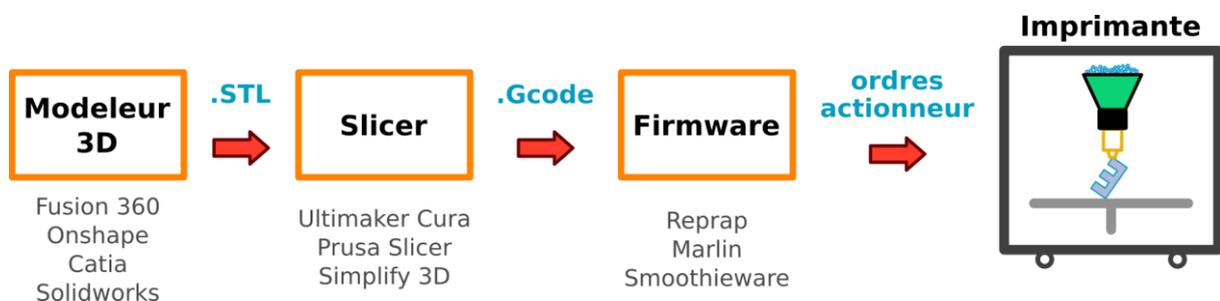


Figure 12 : Passage du fichier numérique à l'imprimante

### 2.2.2 Problématiques liées aux granulés

L'ensemble cinématique et logiciel qui est présenté ici est normalement destiné à la technologie de fabrication par dépôt de fil fondu FFF. La plupart des consignes utilisées pour un fonctionnement avec

ce type de feedstock, telles que les ordres de déplacement de la tête d'extrusion, les réglages de températures ou encore les programmes d'impression préparés par les logiciels slicer, sont directement réutilisables car elles fonctionnent de la même façon lors de l'utilisation d'une extrudeuse pour granulés. Cependant, cette méthode présente aussi des contraintes spécifiques qui doivent être traitées de manière indépendante ou faire l'objet d'une adaptation des ordres d'impression. En particulier, le contrôle du débit d'extrusion est un point crucial dont dépend la réussite d'une impression.

### 2.2.2.1 Contrôle du débit

Afin de réaliser une impression par extrusion de matière réussie, la synchronisation du débit de matière fondue avec le déplacement de la tête est indispensable. Pour déterminer les consignes-moteur adéquates, la forme est découpée en couches horizontales dont le tracé est constitué de segments de droites. Chacun de ces segments est considéré comme parfaitement parallélépipédique, leur volume est donc donné par le produit de l'épaisseur de couche avec leur largeur et leur longueur. Dans le cas d'un feedstock sous forme de filament, il est possible de déterminer la longueur  $l_{\text{filament}}$  à insérer pour un volume donné à partir du diamètre  $D$  du filament. Si on prend l'exemple de la ligne d'impression en rouge visible sur la Figure 13, on a  $V = L * w * h$ , et donc :

$$l_{\text{filament}} = \frac{V}{\pi \cdot \left(\frac{D}{2}\right)^2} \quad (1)$$

Comme le montre le schéma sur la droite de la Figure 7, le filament est amené à la tête d'extrusion par pincement entre un galet et une roue dentée contrôlée par le moteur d'extrusion. Dans cette configuration, on peut considérer que le contact du filament avec la roue dentée se fait sans glissement. Cette condition permet de déterminer le nombre exact de tours moteur à effectuer pour fournir le volume de matière nécessaire à un segment de la géométrie. Le débit d'extrusion peut par conséquent être contrôlé avec précision et ce quelle que soit la nature du matériau.

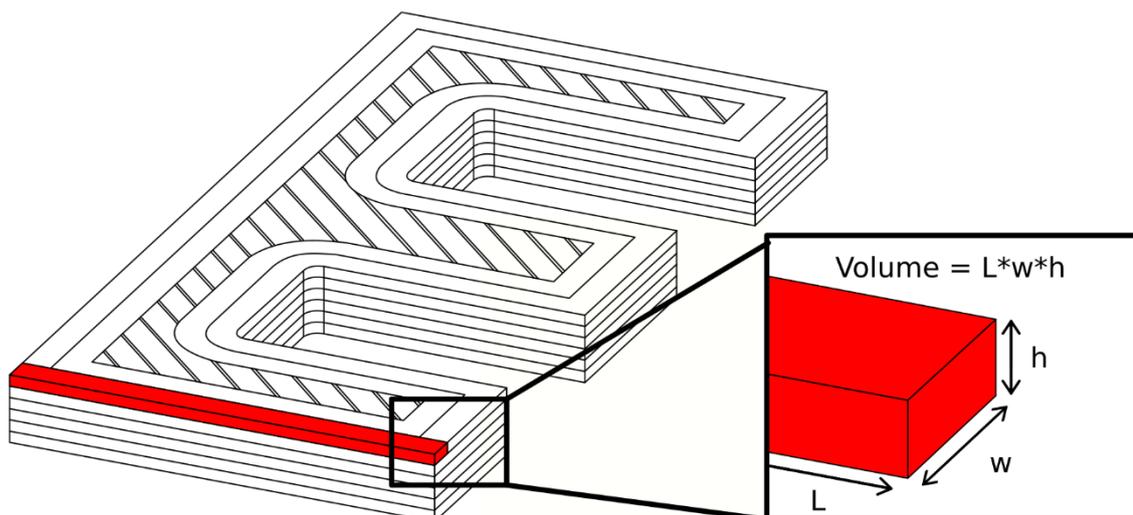


Figure 13 : Volume à extruder pour l'impression d'une ligne

Malheureusement, dans le cas d'une vis d'extrusion et de l'utilisation d'un feedstock sous forme de granulés, le lien entre la consigne moteur et la quantité de matière extrudée ne peut plus être déterminé simplement. En effet, le débit résulte de la différence de pression entre la sortie de la buse

et la zone de compression. Cette différence dépend de nombreux paramètres tels que le type de vis, la vitesse de rotation, la forme du fourreau ou encore la viscosité de la matière fondue. Par conséquent, le rapport entre le débit d'extrusion et les mouvements de la tête dépend grandement du matériau, de la tête d'impression et des conditions de fonctionnement. Puisqu'il est difficile de le prévoir, ce rapport est étalonné à l'avance grâce à l'impression de pièces de calibration.

La calibration du rapport d'extrusion est un exemple classique de procédure systématiquement mise en place lors du paramétrage de l'impression pour un nouveau matériau sous forme de granulés. La géométrie utilisée est un cylindre ou un carré creux. L'imprimante a pour consigne de déplacer la tête à vitesse constante en réalisant des mouvements horizontaux en formes de cercles ou de carrés. En même temps, celle-ci s'éloigne progressivement du plateau et vers le haut pour créer la forme. La Figure 14 illustre l'utilisation de cette technique pour créer un cylindre. Cette méthode de fabrication, appelée le « mode vase », permet de réaliser une impression avec un débit ininterrompu. Cela permet d'obtenir une pièce régulière qui ne présente pas de couture et qui est composée d'une unique paroi. L'épaisseur de cette dernière peut être mesurée a posteriori pour connaître la largeur de dépôt du filament extrudé et donc estimer le volume réellement déposé. En pratique, on réalise plusieurs fois cette impression en modifiant le rapport d'extrusion. C'est-à-dire le rapport entre le débit d'extrusion et la vitesse de déplacement de la tête d'impression. On réitère jusqu'à obtenir l'épaisseur de paroi désirée.

Il est important de noter que les logiciels slicer actuels permettent de préparer une impression pour une tête d'impression adaptée à un feedstock filament. Un premier calcul est donc réalisé pour déterminer les consignes d'extrusion à partir de la formule présentée précédemment. L'ensemble de cette série de consignes est ensuite modifié uniformément à l'aide d'un coefficient multiplicateur. Ce paramètre est présent dans tous les logiciels slicer. Dans Cura, il s'appelle « Flow ». La Figure 15 présente plusieurs impressions tests de cubes creux à une seule paroi qui ont été utilisées pour trouver le rapport d'extrusion d'un matériau granulés PLA. L'épaisseur de paroi visée était de 0.6 mm et a été atteinte avec un coefficient « Flow » égal à 115% pour notre tête d'impression.

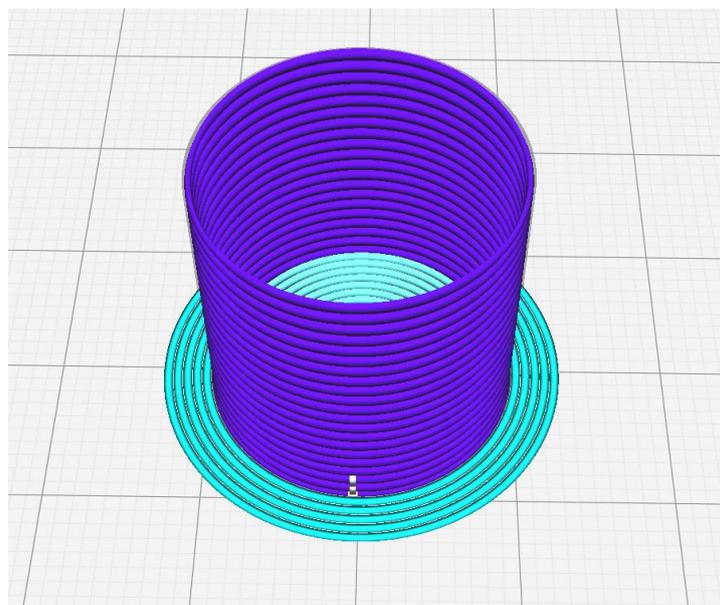


Figure 14 : Impression d'un cylindre en mode vase

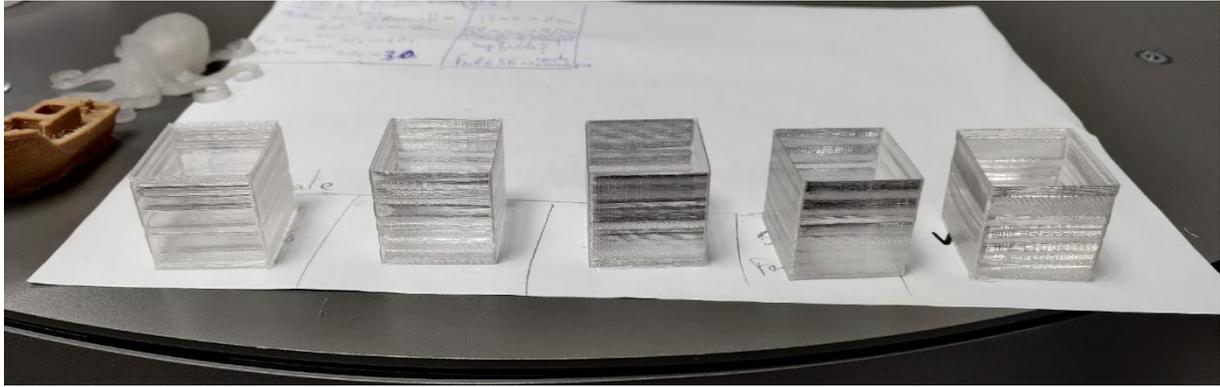


Figure 15 : Pièces de calibration du débit d'extrusion

### 2.2.2.2 Démarrage et arrêt de l'extrusion : Les paramètres de rétraction et de pression avance

Des problèmes de dépôt typiques sont rencontrés au moment où l'extrudeur change de régime d'extrusion ou lorsque le moteur est à l'arrêt. Tout d'abord, pour démarrer ou finir un motif, le comportement visqueux du matériau peut créer un régime transitoire du débit qui ne correspond alors pas à la consigne d'impression. Cela a pour effet de causer un retard d'extrusion par rapport au mouvement de la tête, ce qui se traduit par un manque de matière au début d'une ligne et par un surplus à la fin. Comme on peut l'observer sur la Figure 16, ces erreurs sont visibles dès la création de la pièce verte. Elles sont d'autant plus nombreuses lors de l'impression de détails pour lesquels des arrêts et des reprises d'extrusion sont souvent effectués. Lors des étapes de fabrication suivantes, ces boursoflures et trous dans la matière constitueront des défauts ne respectant pas les dimensions et pourront conduire à l'apparition de fissures ou de déformations dans la pièce.



Figure 16 : Défaut de d'impression au niveau du début d'une ligne

Pour résoudre cette difficulté, des stratégies de variation de la consigne sont implémentées dans le firmware RepRap. En particulier, il est possible de régler un paramètre appelé « Pressure Advance » qui aura pour effet de modifier la consigne de débit (c'est-à-dire la vitesse de la vis) en fonction de l'accélération de la tête d'impression. Cela permet ainsi d'augmenter l'arrivée de matière en début de ligne afin de compenser le retard d'extrusion. À l'inverse, le débit sera réduit vers la fin d'un segment en prévision du surplus. Ici aussi, le réglage du coefficient de correction est obtenu par une phase expérimentale qui devra être réitérée dès que l'on changera de matériau ou lorsque les conditions d'impression seront différentes.

La procédure utilisée pour déterminer le coefficient de modification du débit « Pressure Advance » est similaire à celle de la calibration du rapport d'extrusion. Elle consiste à imprimer des segments successifs en modifiant à chaque fois le paramètre correspondant. La ligne qui présente la forme la plus rectangulaire, c'est-à-dire avec un départ et une fin aux formes nettes, correspond au réglage qui sera retenu.

Lors d'une impression FFF, il est nécessaire de pouvoir interrompre l'extrusion pour permettre un déplacement de la tête sans déposer de matière. Or, quand on utilise une vis sans fin pour une impression FGF, et malgré le fait que le moteur soit à l'arrêt, il est possible que des matériaux trop peu visqueux viennent à couler de la buse. Ceci a pour effet de salir la pièce, voire de créer des structures non désirées appelées « stringing » en relâchant de petite quantité de matière de manière incontrôlée. De plus, cette perte de matériau va également créer un manque lors de l'amorçage du prochain segment à extruder et viendra amplifier le défaut précédemment cité. Pour remédier à ces défauts, il est classique d'effectuer une rétraction qui consiste à inverser le sens de rotation du moteur d'extrusion pour faire remonter la matière dans la buse. La Figure 17 fait apparaître la même pièce test pour plusieurs valeurs de rétraction croissantes. Sans rétraction, des débris apparaissent entre les deux cylindres (à gauche) et un réglage correct doit permettre d'obtenir deux tours nettes et de diamètre constant.

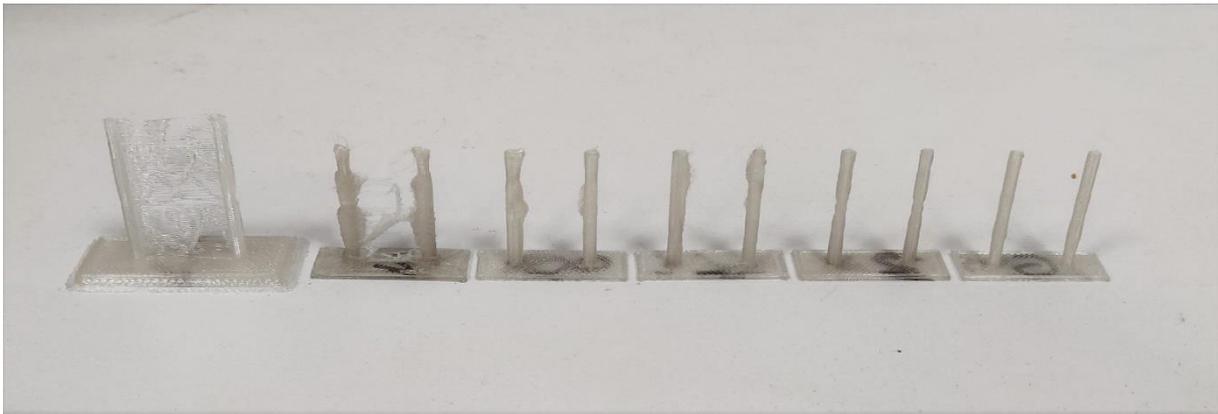


Figure 17 : Pièces de calibration visant à supprimer les coulures entre les éléments ou l'effet de stringing

Cependant, cette méthode est moins efficace lorsque l'on utilise certains matériaux granulés car la matière peut difficilement être déplacée dans le sens inverse. Dans ce cas, il est possible d'estimer la coulure provoquée par le matériau en excès et d'ordonner à l'imprimante de couper l'extrusion avant la fin d'un segment pour utiliser la matière en surplus afin de finir le tracé.

### 2.2.2.3 Bouchage de la buse et granulés qui ne tombent pas

Un phénomène que nous avons souvent rencontré lors de l'impression de granulés est une variation inopinée du débit d'extrusion. Celle-ci se traduit le plus souvent par un mur de mauvaise qualité ou par la disparition du filament en sortie de buse. Après investigation, on s'aperçoit que dans la plupart des cas, les granulés ne descendent pas du réservoir ou restent bloqués avant d'arriver à la vis d'extrusion. Pour pallier cela, la tête d'impression a été améliorée en y ajoutant un ventilateur supplémentaire qui permet de faire refroidir les granulés en amont de la vis et ainsi éviter qu'ils ne collent aux parois du réservoir. D'autres astuces telles que des macros de purge ont été mises en place pour être effectuées à intervalles réguliers pendant l'impression. Celles-ci s'accompagnent d'une

secousse de la buse permettant de faire sauter les granulés éventuellement coincés et d'un passage sur un racleur pour nettoyer le bout de la buse de tous débris.

#### *2.2.2.4 Utilisation des feedstocks MIM*

L'un des intérêts de l'impression de matériaux granulés est de pouvoir réutiliser des formulations à base de polymères thermoplastiques initialement destinées à être injectées. Il faut cependant noter que ces feedstocks n'ont pas nécessairement un comportement adapté à la fabrication additive. Ainsi, une des difficultés rencontrées avec les feedstocks de la société PolyMIM est le manque d'adhérence des couches entre elles. Le jonc déposé aura tendance à se détacher juste après la dépose et à se redresser derrière le passage de la buse, au lieu de s'étirer et de s'affiner, comme c'est le cas pour des polymères d'impression habituels tels que PLA ou l'ABS. Pour résoudre ce problème il est souvent nécessaire d'augmenter l'extrusion pour améliorer le contact entre les filaments déposés mais cela nécessite de reconsidérer la largeur des lignes de matière déposées pour conserver la géométrie de la pièce.

Enfin, un grand nombre de pièces sont en contact avec le matériau fondu. Il en résulte une usure des pièces, créée par les charges abrasives. Cette usure ne se limite pas aux buses mais affecte également le reste des éléments d'extrusion. Il est possible d'utiliser des buses en acier ou en rubis, mais celles-ci présentent des conductivités thermiques inférieures aux buses en laiton habituellement utilisées. De manière générale, l'usure des pièces internes de la tête d'impression doit être surveillée.

La solution présentée dans cette section et les adaptations propres à l'impression de granulés permettent d'envisager la réutilisation des feedstocks du MIM. En particulier, les bases matérielles et logicielles Open Source qui ont été mises en place offrent une grande flexibilité et différents outils qui ont permis de trouver une solution aux défis qu'oppose ce type de matière première. Par la suite, les différentes étapes du procédé de fabrication MIM-like sont mises en place et validées par une série de caractérisations. Deux matériaux sont utilisés, il s'agit de deux formulations granulés vendues par polyMIM : un feedstock chargé en poudre d'acier inoxydable 316L et un second chargé en poudre de fer silicium 3% en masse.

### 2.3 Validation du procédé sur des matériaux MIM granulés

Le système d'impression présenté a été testé avec deux feedstocks granulaires destinés aux applications MIM. La première étape est de paramétrer la machine nouvellement développée pour l'impression des granulés. Il faut ensuite vérifier le bon fonctionnement des étapes de post-traitement sur une pièce imprimée. Enfin, le procédé est éprouvé dans son ensemble et différentes séries de caractérisation permettent de quantifier les propriétés des matériaux produits.

Le premier feedstock est une formulation pour acier inoxydable austénitique 316L. Il s'agit d'un alliage courant, utilisé dans de nombreux secteurs tels que les domaines médicaux, alimentaires ou encore automobiles. Il présente des performances mécaniques élevées et une résistance importante à la corrosion. La fabrication additive par voie directe de ce matériau a été grandement étudiée dans la littérature pour des procédés comme le SLM [19] ou le WAAM [20]. Il s'agit donc d'un point de comparaison pertinent pour situer et comparer les résultats obtenus avec le procédé MIM-like.

Le second matériau utilisé est un feedstock Fer Silicium 3%. Bien connus du génie électrique, ces alliages de Fer Silicium se retrouvent principalement dans les applications électromagnétiques qui requièrent un haut niveau d'induction magnétique ainsi qu'une perméabilité relative élevée à des fréquences de fonctionnement relativement basses. L'ajout de silicium au fer permet de réduire la conductivité électrique et par conséquent de limiter la création de courants induits. Cependant, l'ajout de silicium augmente la dureté de ces matériaux qui sont donc difficilement usinables. Par conséquent, les pièces qui en sont faites sont classiquement composées d'assemblages de tôles, empilées ou enroulées, comme c'est le cas pour les noyaux magnétiques des transformateurs de tension ou pour les circuits magnétiques de machines électriques tournantes. Il s'agit donc d'un matériau particulièrement intéressant à mettre en forme additivement afin de dépasser cette limite de fabrication pour proposer des géométries plus complexes que l'extrusion d'un profil 2D. Comme pour l'acier inoxydable 316L, on peut retrouver dans la bibliographie de nombreux travaux qui s'intéressent à l'impression d'alliages de Fer Silicium pour diverses applications du génie électrique [21]–[23].

Pour valider la méthode de fabrication, différents types de pièces ont été produits afin de calibrer l'étape d'impression, de vérifier le déliantage correct du liant polymère et la densification après frittage ; puis pour caractériser certaines propriétés physiques telles que la réponse à un test de traction pour l'acier 316L ou la perméabilité magnétique relative pour le Fe3%Si. Ces derniers points sont présentés par la suite et permettent de comparer les matériaux fabriqués, à la fois avec les procédés classiques et avec les autres procédés de fabrication additive.

## 2.3.1 Acier inoxydable 316L

### 2.3.1.1 Validation de l'impression des pièces vertes

Pour calibrer le procédé de fabrication dans son ensemble, le premier produit utilisé est le feedstock PolyMIM® 316L. Afin de surmonter les difficultés inhérentes à l'impression de granulés chargés, différentes formes simples sont d'abord réalisées comme présenté précédemment. Elles permettent de déterminer différents paramètres indispensables tels que la température du corps de chauffe, le régime du ventilateur de refroidissement de la barrière thermique ou encore la vitesse d'impression et le rapport d'extrusion.

Par la suite, des pièces de calibration plus poussées et habituelles pour la mise en place de la fabrication FFF sont préparées. On peut ainsi affiner certains paramètres et éprouver les limites de l'étape d'impression. Un des tests qui permet d'estimer la capacité à produire des formes complexes consiste par exemple à imprimer des plans inclinés sans support comme le montre la pièce présentée sur la Figure 18. L'angle d'inclinaison est augmenté jusqu'à l'échec. On estime qu'un angle d'au moins 45° doit être atteignable pour les technologies par dépôt de matière fondue.



Figure 18 : Pièce de calibration : L'objectif est de trouver les paramètres du procédé d'impression qui permettent de réaliser des éléments en surplomb (20°, 30°, 40°, 50°) sans support.

Une partie des réglages obtenus est présentée dans le Tableau 2 pour une buse de 0.6mm de diamètre.

Tableau 2 : Exemple de paramètres d'impression utilisés

Vitesse d'impression	Épaisseur de couche	Température d'impression	Température du plateau	Consigne du ventilateur	Largeur de ligne
20 mm.s <sup>-1</sup>	0.2 – 0.3 mm	200°C	60 °C	75%	0.7 mm

À ce stade, la qualité d'une impression et les réglages qui en découlent sont déterminés par contrôle visuel et dimensionnel. L'obtention de pièces suffisamment fines et régulières comme celles présentées par la Figure 19 nous permet de valider notre capacité à imprimer des pièces avec ce feedstock.



Figure 19 : Pièces vertes réalisées à partir du feedstock PolyMIM 316L

### 2.3.1.2 Validation de la densification des pièces

Une fois les pièces vertes fabriquées, les étapes de déliantage chimique, de déliantage thermique et enfin de frittage peuvent être mises en place. Pour le matériau PolyMIM 316L, les consignes du fabricant sont suivies et la documentation complète est également donnée en annexe 1. Le déliantage est effectué dans un bac en acier inoxydable rempli de 2 L d'eau déminéralisée auxquels on ajoute une solution anticorrosion commerciale. La teneur choisie n'étant pas connue pour notre produit anticorrosion, on choisit, après contrôle visuel et plusieurs essais, d'en ajouter 4% volumique. Les pièces sont supportées par des grilles en acier pour améliorer le contact avec le solvant et le tout est placé dans une étuve maintenue à une température de 60°C pendant 16 heures. Enfin, les pièces sont sorties et séchées dans la même étuve à 70°C pendant 4 heures. On observe une perte de masse moyenne de 4.34%, ce qui permet de valider cette étape d'après les consignes du fabricant (perte de poids > 3.6%).

Par la suite, les pièces sont soumises au traitement thermique combiné de déliantage et de frittage. Le cycle de température pour le feedstock acier inoxydable 316L est présenté sur la Figure 20. Il se compose d'un palier de déliantage thermique de 2 heures à 600°C, suivi d'un frittage de 2 heures à 1360°C. Les deux rampes de chauffe sont contrôlées par le four. La première est effectuée à 3°/min, la seconde à 5°/min. En revanche, il faut préciser que la phase de descente se fait de façon naturelle. Le four ne dispose pas de système de refroidissement et le graphe de la Figure 20 représente la consigne donnée. Cette dernière décroît à la fin du cycle avec une pente de -5°C/min (rampe maximum pour protéger le four) mais en réalité la température diminue bien plus lentement selon une décroissance exponentielle.

L'enceinte du four utilisé pour les traitements thermiques est remplie avec un gaz réducteur sous une pression de 400 mbar. Cet environnement permet de protéger les métaux de l'oxydation lors du

traitement à haute température. La société PolyMIM préconise en particulier d'utiliser du dihydrogène (H<sub>2</sub>). Cependant, il s'agit d'un gaz inflammable dont l'utilisation requiert un équipement plus complexe et bien plus cher. Pour pouvoir réaliser les frittages dans les conditions préconisées par le fabricant et valider l'utilisation de feedstocks granulés pour l'impression, nous avons reçu l'aide du « CRITT Matériaux Innovation » (Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie) de Charleville-Mézières. Le frittage a notamment été réalisé dans un four industriel dédié au frittage pour pouvoir fritter les pièces sous dihydrogène. L'enceinte de ce four est visible sur la Figure 21.

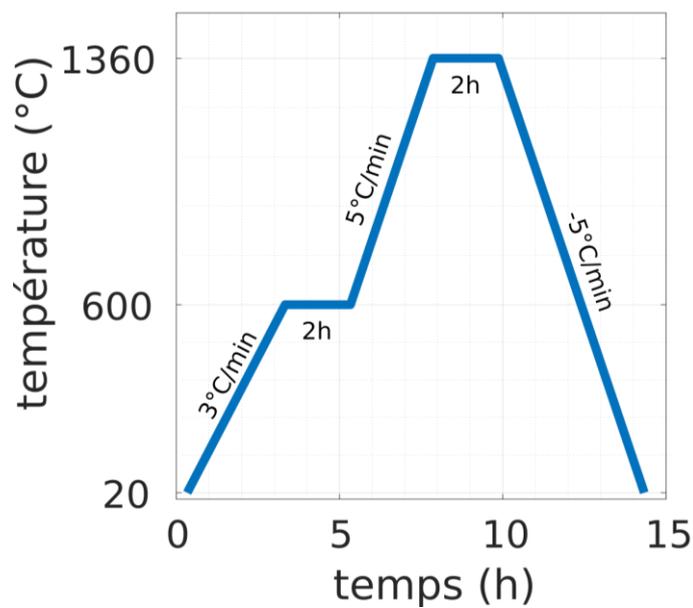


Figure 20 : Cycle de déliantage/frittage thermique pour les granulés PolyMIM® 316L

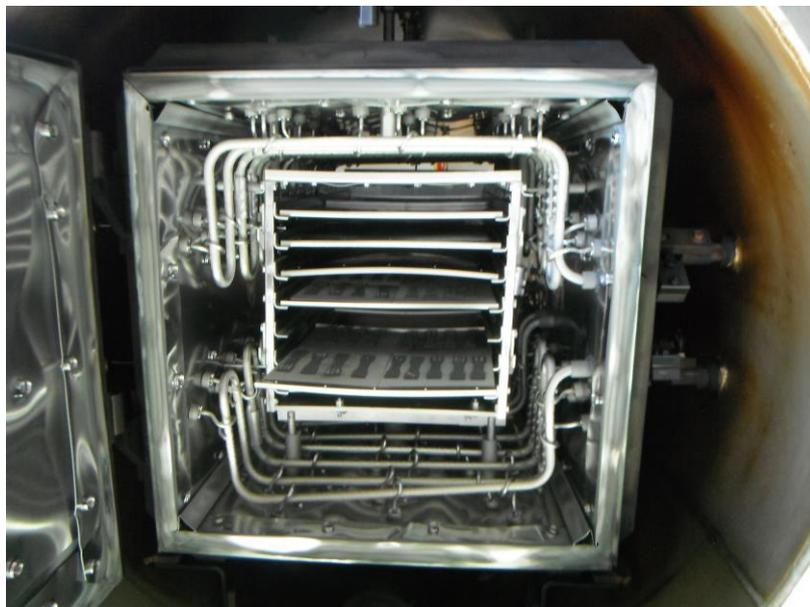


Figure 21 : Four de frittage haut de gamme du CRITT Matériaux Innovation de Charleville Mézières

En parallèle de ces frittages, des fours plus abordables ont été utilisés. L'objectif est de faciliter la mise en place des essais en ayant un équipement sur site. Ainsi, des cycles thermiques ont été effectués dans un four tubulaire vendu par la société Pyrox visible sur la Figure 22. Cet équipement est plus

accessible avec un prix autour des 50 000 €, mais il est également plus simple. Par exemple, il permet uniquement d'utiliser des gaz inertes tels que de l'azote (N<sub>2</sub>) ou de l'argon (Ar). Pour les impressions de métaux présentées dans ce chapitre, le gaz RH5 a été utilisé. Il s'agit d'un mélange, distribué par la société « Air liquide », composé de 90 % d'azote et de 10 % d'hydrogène (H<sub>2</sub>). Il peut être manipulé sans précaution particulière car la faible concentration en hydrogène le rend ininflammable mais permet tout de même de conserver une action protectrice contre l'oxydation. Ici, l'enceinte est balayée par le gaz et est à pression atmosphérique. En plus de protéger les pièces, ceci permet d'aider l'évacuation des fumées et des suies qui proviennent de la dégradation du liant polymère.



Figure 22 : Four de frittage Pyrox (≈50k€ ; température maxi 1600°C)

Les pièces obtenues après ces traitements sont visiblement différentes. Elles sont plus petites et ont un aspect métallique brillant. Le comportement fragile et cassant des pièces vertes a laissé place à des pièces solides qu'il est impossible de tordre à la main. Pour valider l'obtention de pièces performantes et réellement denses par le procédé MIM-like, différentes mesures et caractérisations sont effectuées. Elles permettent de contrôler le retrait et l'augmentation de la masse volumique des échantillons, ainsi que d'observer la matière pour identifier d'éventuels défauts et de mesurer les propriétés mécaniques macroscopiques du matériau final obtenu.

### 2.3.1.2.1 Double pesée

Pour obtenir la masse volumique des échantillons, il est habituel de procéder par double pesée. Après une première mesure du poids de la pièce, celle-ci est déposée dans une nacelle et immergée dans un liquide (eau distillée par exemple) pour être pesée à nouveau. Un dispositif adapté, schématisé sur la Figure 23, permet de ne mesurer que le poids de l'échantillon. On observe sur cette figure que seul le poids de la nacelle en jaune et celui de l'échantillon sont pris en compte pour la pesée. La différence observée entre les deux mesures correspondra à la masse de liquide déplacée par l'échantillon. En connaissant la masse volumique du fluide, on peut obtenir le volume de l'échantillon et donc sa masse volumique par la formule suivante :

$$\rho_{\text{échantillon}} = \frac{m_{\text{sec}}}{m_{\text{sec}} - m_{\text{immergée}}} * \rho_{\text{fluide}} \quad (2)$$

Le détail des calculs est présenté en annexe 2. Les mesures effectuées sur les échantillons frittés donnent une masse volumique moyenne de  $7.77 \text{ g/cm}^3$ . Ce qui correspond à environ 98% de la valeur annoncée par le fabricant ( $7.9 \text{ g/cm}^3$ ) pour le matériau produit par injection métal et avec ce cycle de frittage. La valeur de masse volumique pour l'acier inoxydable 316L produit par des procédés conventionnels de mise en forme étant de  $8 \text{ g/cm}^3$ .

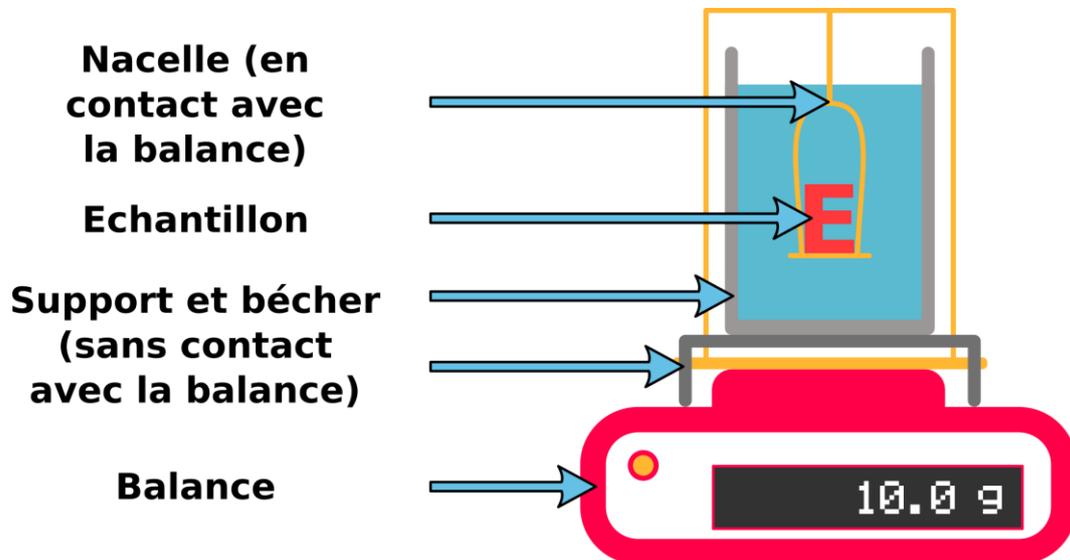


Figure 23 : Dispositif de double pesée

Il est important de noter que cette méthode de mesure présente certaines limites. Tout d'abord, il est possible que des bulles d'air soient piégées au contact de la pièce ou dans la géométrie si le mouillage de la pièce n'est pas assez bon. Ceci va augmenter la contribution de la poussée d'Archimède et réduire la masse volumique mesurée. Pour limiter cela, l'échantillon immergé est agité au bain à ultrasons et un liquide avec une tension superficielle plus faible comme de l'éthanol peut être utilisé. À l'inverse, si la pièce est correctement mouillée, toutes ses porosités ouvertes seront remplies et elles n'impacteront pas la mesure immergée. Or, ceci peut amener à considérer à tort des pièces présentant des défauts de petites tailles comme étant correctement densifiées. Ainsi, ces mesures doivent être accompagnées d'observations des échantillons au microscope pour qualifier plus précisément la qualité du déliantage et du frittage. La Figure 24 schématise les différentes difficultés énoncées.

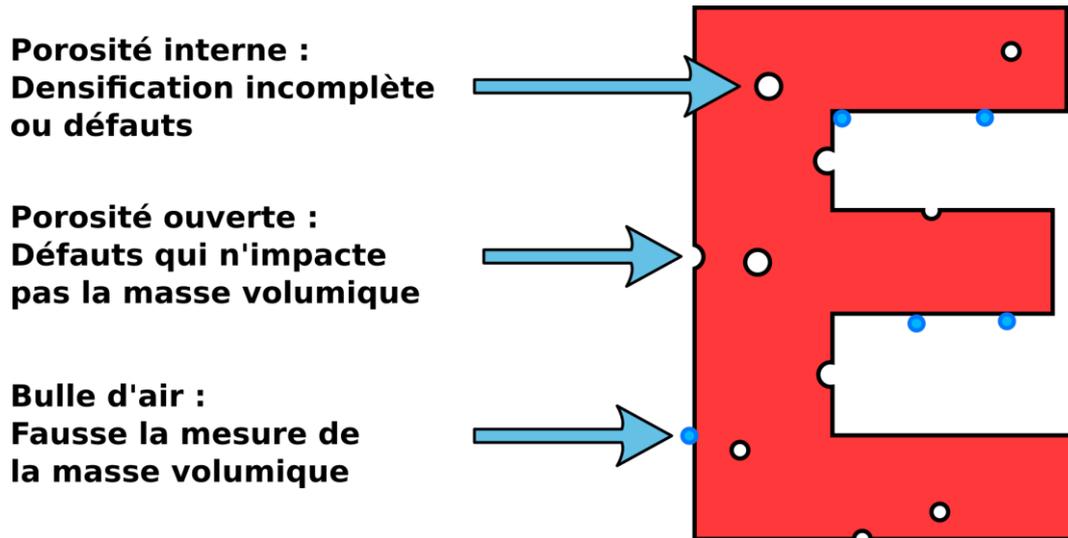


Figure 24 : Porosités et double pesée

### 2.3.1.2.2 Retrait volumique

Lors du frittage, la masse volumique du matériau augmente. Cela s'accompagne d'un retrait (contraction) de la matière qui est observable par comparaison des dimensions de la pièce frittée avec celles de la pièce verte. Il s'agit d'un phénomène répétable qui dépend de la formulation utilisée pour l'impression, en particulier du taux de charge, et du cycle de frittage. La mesure de ce taux de rétraction permet de valider le processus de densification par rapport aux spécifications annoncées par le fabricant. Il est également possible d'obtenir une approximation de la quantité de poudre métallique dans la formulation commerciale des granulés. Pour cela, on admet que le matériau fritté est parfaitement dense et on considère un taux de rétraction des dimensions qui soit homogène et isotrope. On définit ce dernier avec l'équation (3).

$$r = \frac{d_{\text{pièce verte}} - d_{\text{pièce frittée}}}{d_{\text{pièce verte}}} = 1 - \frac{d_{\text{pièce frittée}}}{d_{\text{pièce verte}}} \quad (3)$$

Avec  $d$  une dimension quelconque de la géométrie imprimée. On considère ensuite que le rapport du volume de la pièce frittée sur celui de la pièce verte est égal à la fraction volumique en poudre. Pour un cube simple, ceci s'écrit :

$$\%_{vol} = \frac{V_{\text{pièce frittée}}}{V_{\text{pièce verte}}} = (1 - r)^3 \quad (4)$$

Dans le cas du feedstock pour acier inoxydable 316L de PolyMIM, le taux de rétraction moyen annoncé est de 14.3% ( $1 - \frac{1}{1.1669}$ ). On peut donc estimer que dans ce feedstock  $\%_{vol,316L} = 62.9\%$  ( $(1 - 0.143)^3$ ). Par la suite, cette information permettra de comparer la densification obtenue pour différentes formulations réalisées avec d'autres matériaux.

Des éprouvettes de tractions ont été imprimées avec le feedstock PolyMIM acier inoxydable 316L puis déliantées et frittées en suivant les différentes étapes du cycle présenté précédemment. Les dimensions des éprouvettes telles qu'elles ont été modélisées et rentrées dans le logiciel slicer sont présentées dans la Figure 25.

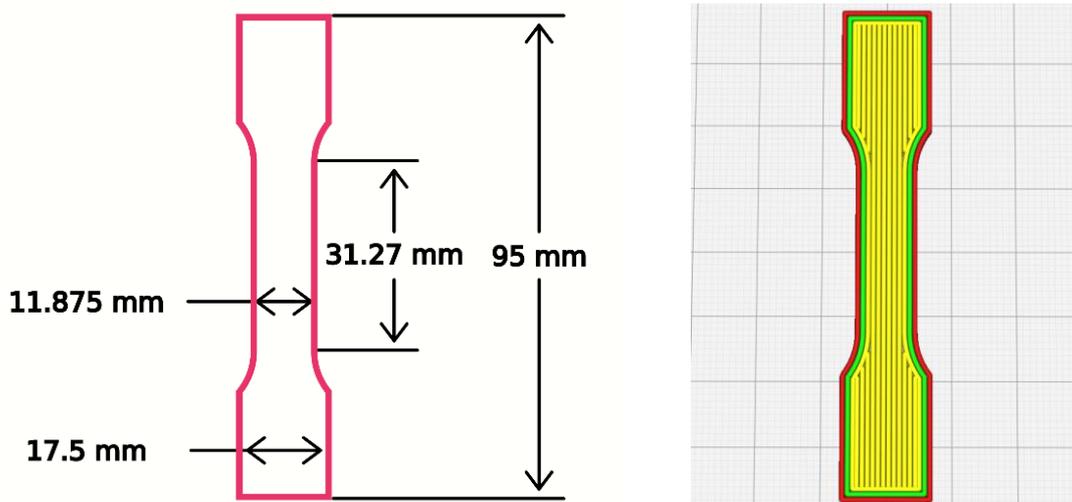


Figure 25 : Gabarit d'une éprouvette de traction (à gauche)  
 Dessin selon lequel la matière est déposée pour chaque couche (à droite)

Les mesures des échantillons verts et frittés ont été réalisées avec un pied à coulisse gradué au centième de millimètre sur 6 échantillons et sont données dans le Tableau 3.

Tableau 3 : Dimensions des éprouvettes de traction en acier 316L avant puis après frittage sous H2 et taux de rétraction

	Longueur (mm)	Largeur (mm)	Épaisseur (mm)
<b>Attendue pièce verte</b>	95	11.875	2.1
<b>Pièces vertes</b>	95.62 ± 0.59	12.65 ± 0.28	2.39 ± 0.04
<b>Pièces frittées</b>	82.33 ± 0.69	10.81 ± 0.29	2.03 ± 0.05
<b>Taux de rétraction <math>r</math></b>	13.89 ± 0.6%	14.57 ± 0.85%	15.06 ± 1.85%

Chaque échantillon a été imprimé séparément, à plat et en disposant les lignes de matière dans le sens de traction (Figure 25). L'impression d'une éprouvette prend une vingtaine de minutes. Afin d'obtenir les taux de rétraction selon différentes directions, ces pièces ont été mesurées dans la longueur, la largeur et l'épaisseur. Pour ces deux dernières dimensions, trois mesures ont été effectuées au centre et aux extrémités de la section utile afin d'obtenir une moyenne et de réduire l'impact des erreurs de mesure dues à l'état de surface.

On peut tout d'abord observer un écart important entre les dimensions relevées et celles attendues d'après la consigne d'impression. Pour les dimensions parallèles au plan horizontal (longueur et largeur), ceci est dû à la sur-extrusion mentionnée précédemment, qui a pour effet d'augmenter la largeur des joncs de matière déposés. L'écart observé résulte d'une mauvaise prise en compte de cette modification. Par contre, l'écart constaté sur l'épaisseur des pièces ne peut pas être attribué à la sur-extrusion. En effet, l'épaisseur de chaque boudin qui compose une couche est contrôlée par la partie plate de la buse lors de son déplacement pendant l'impression de la couche (Figure 26).

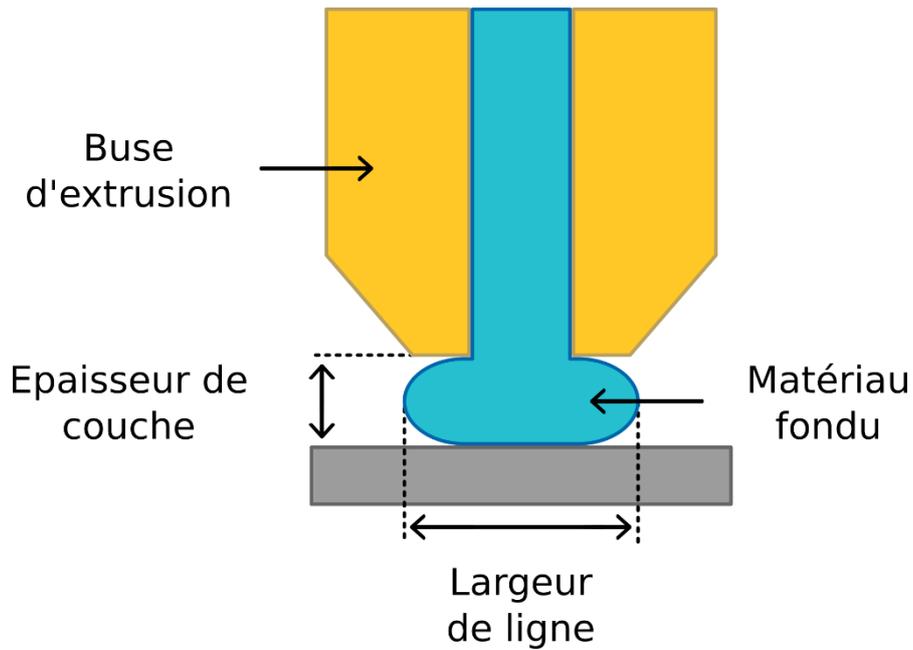


Figure 26 : Déposition d'une ligne. L'épaisseur est contrôlée par la hauteur de la buse.  
La largeur est déterminée par le ratio entre le débit et la vitesse de déplacement

On peut imputer la différence mesurée à un écart sur l'origine de l'axe vertical qui donne lieu à une première couche plus épaisse que les suivantes. Un autre facteur pouvant impacter la mesure de l'épaisseur est l'état de surface. En effet, l'impression de lignes trop rapprochées, en particulier à cause de la sur-extrusion, peut repousser une partie de la matière déjà déposée vers le haut et déformer les lignes à la surface d'une couche, tout simplement parce que le volume extrudé est supérieur à celui de cette dernière. Ces défauts sont effacés par le passage de la buse à la couche suivante mais ils resteront visibles sur la dernière épaisseur et donc sur le dessus de la pièce terminée comme on peut le voir encadré en rouge sur la Figure 27. Ces irrégularités vont par conséquent fausser la mesure et faire apparaître une épaisseur plus importante que celle souhaitée.



Figure 27 : Défaut de sur-extrusion sur la dernière face d'une impression

La précision dimensionnelle et la résolution des pièces vertes que nous avons obtenues par impression de granulés reste donc inférieure à ce qui est réalisable en passant par un feedstock sous forme de filament ou même avec d'autres extrudeuses à granulés commerciales. On observe une erreur de 0.5 à 1 mm sur nos pièces pour des dimensions allant de quelques millimètres à quelques centimètres. D'autres imprimantes qui procèdent par dépôt de matière peuvent typiquement atteindre des niveaux de précision et de résolution de l'ordre de 100 microns [24], [25]. Ces résultats sont néanmoins jugés acceptables vis-à-vis de la maturité du procédé mis en place. Ils ont par ailleurs été grandement améliorés par les développements réalisés par la suite et qui ont permis d'augmenter le contrôle du débit d'extrusion. Malgré leurs imperfections, les pièces produites permettront pleinement de caractériser les propriétés mécaniques du matériau par un essai de traction.

Un autre point qui peut être noté est la faible évolution de l'écart-type des dimensions après le frittage. Ceci permet d'illustrer le fait que les échantillons ont été exposés aux mêmes conditions lors du cycle thermique, en particulier pour ce qui concerne l'homogénéité de la répartition de la température et l'environnement gazeux. Les taux de rétraction sont calculés à partir des mesures précédentes. La moyenne et l'écart-type associés sont présentés à la dernière ligne du Tableau 3. La densification observée est conséquente et donne des valeurs proches de celles annoncées par le fabricant du feedstock. Ceci valide également la possibilité d'obtenir des pièces denses en passant par un procédé MIM-like. Néanmoins, une différence non négligeable apparaît en fonction des directions avec un retrait plus faible dans le plan horizontal et une variabilité importante pour l'épaisseur. Plusieurs points peuvent être considérés pour tenter d'expliquer cela. Pour commencer, l'épaisseur des éprouvettes ne fait que quelques millimètres ce qui augmente l'erreur relative de la mesure, erreur à laquelle vient s'ajouter la variabilité induite par l'état de surface rugueux. Ensuite, le positionnement des boudins entre eux n'a pas été pris en considération et peut influencer sur la façon dont le matériau se rétracte, la matière n'étant pas répartie de la même façon perpendiculairement à plusieurs boudins que le long de ces derniers. Enfin, une éprouvette de traction est un objet particulièrement élancé pour lequel il y a une forte différence entre la longueur et les autres dimensions, ce qui n'en fait pas un objet adapté à l'étude de l'homogénéité du frittage. L'impression de plusieurs cubes pour étudier ce point en détail serait bien plus adaptée.

### *2.3.1.2.3 Microscope électronique à balayage*

Afin d'observer en détail les objets fabriqués, des images de la surface des pièces vertes et frittées sont obtenues à l'aide d'un Microscope Électronique à Balayage (MEB). L'utilisation de cet instrument présente plusieurs avantages comme de pouvoir prendre des clichés avec un fort grossissement tout en conservant une grande profondeur de champ. La préparation des échantillons est également simplifiée puisqu'il n'est plus indispensable de polir les surfaces ou de les attaquer chimiquement. De plus, la détection de différents types d'électrons ou de rayonnements provoqués par l'excitation du matériau permet d'étudier différents aspects de l'échantillon. Une image issue de la captation des électrons secondaires (marquée SE sur les figures pour « Secondary Electron ») donne un contraste topographique et, une autre issue de la captation des électrons rétrodiffusés (marquée BSE pour « Back-Scattered Electron »), donne un contraste chimique de la surface observée représentatif de la composition. Ces informations qualitatives peuvent être complétées par une information quantitative sur la composition chimique grâce à la captation du rayonnement de fluorescence X par une sonde EDX. Les clichés réalisés permettent de vérifier l'impression et le frittage correct des pièces ainsi que d'observer d'éventuels défauts tels que des fissures ou des porosités ouvertes.

### 2.3.1.2.3.1 Pièces vertes

L'observation au MEB des pièces vertes même à des grossissements moyens permet de faire apparaître les grains de poudres encapsulés dans la matrice polymère. Cette dernière n'est pas visible car, comme la plupart des polymères, elle est isolante électriquement. Il est possible de faire une estimation de la répartition granulométrique par analyse d'images. Pour cela on utilise une image BSE, présentée sur la Figure 28, car elle offre un contraste plus important autour de chaque particule. À l'aide du logiciel ImageJ<sup>6</sup>, l'image est seuillée pour identifier chaque grain et mesurer leurs aires respectives (Figure 29). On ramène ensuite cette mesure à un diamètre équivalent. La Figure 30 présente la répartition granulométrique obtenue, pour laquelle une majorité d'éléments se trouve dans l'intervalle [2-5 $\mu$ m] avec un seuil d90 à 10 $\mu$ m. C'est-à-dire que 90 % des grains de poudre ont un diamètre inférieur à 10  $\mu$ m. On reconnaît également des grains aux formes arrondies caractéristiques des poudres métalliques produites par atomisation.

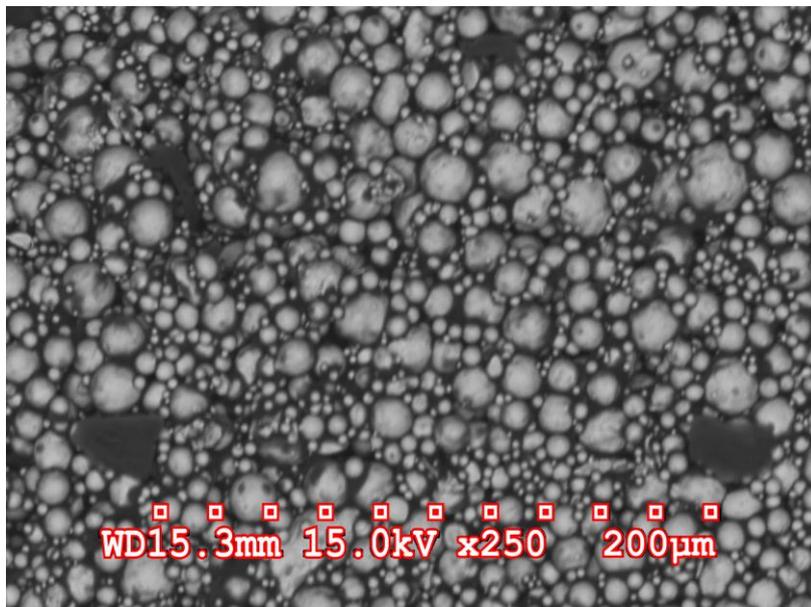


Figure 28 : Observation au Microscope Électronique à Balayage en électrons rétrodiffusés  
Pièce verte imprimée en PolyMIM® 316L.  
(Observation réalisée par Sophie Badin, Doctorante au LaMcube)

<sup>6</sup> <https://imagej.net/software/imagej/>

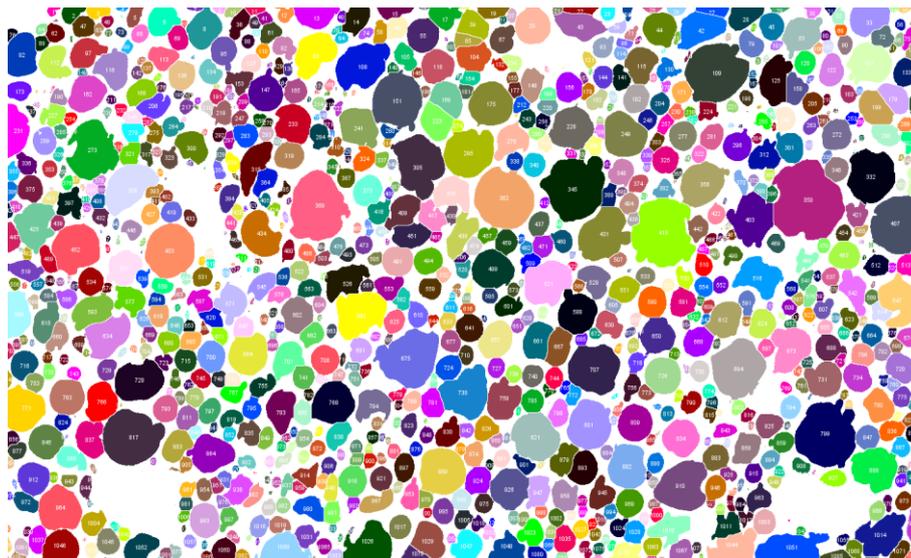


Figure 29 : Mesure des surfaces des grains dans le logiciel ImageJ

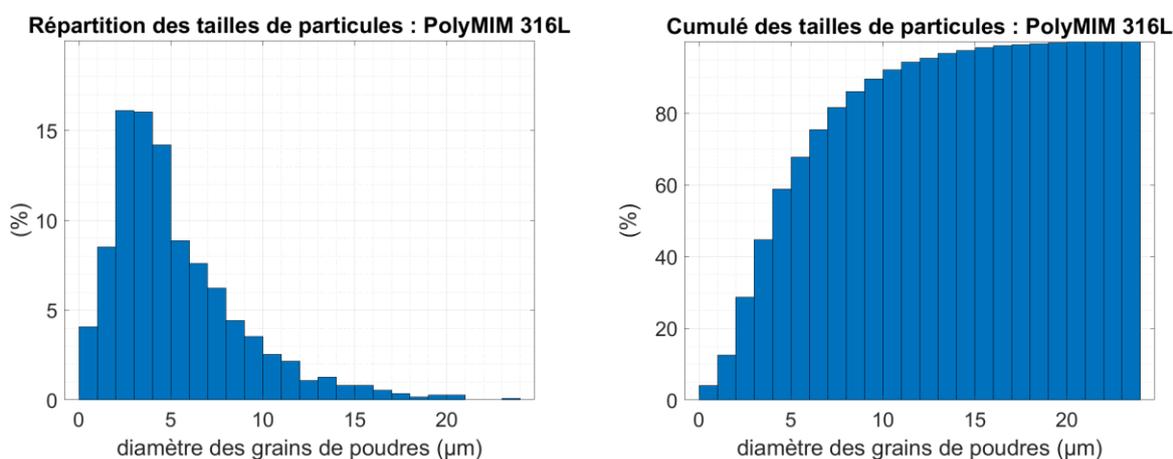


Figure 30 : Distribution granulométrique et cumulé obtenus à partir d'une observation MEB sur pièce verte PolyMIM 316L

On observe sur les deux images de la Figure 31 le défaut de sur-extrusion décrit précédemment pour lequel deux lignes sont déposées trop proches l'une de l'autre. Ceci a pour effet de faire remonter une partie de la matière tout au long de la ligne, et de produire un état de surface rugueux sur la dernière couche imprimée. Ce défaut d'impression apparaît aussi pour les couches intermédiaires mais il est le plus souvent repoussé par la buse lors de l'impression de la couche qui suit ; ce qui crée des débris de matière autour de la pièce. Il est également possible d'examiner la tranche des éprouvettes vertes, comme présenté sur la Figure 32, pour mieux s'apercevoir de la structure feuilletée. On peut relever une certaine irrégularité dans l'épaisseur des boudins au bord des couches qui témoigne de l'existence d'une variation de débit et peut expliquer les variations dimensionnelles mesurées précédemment.

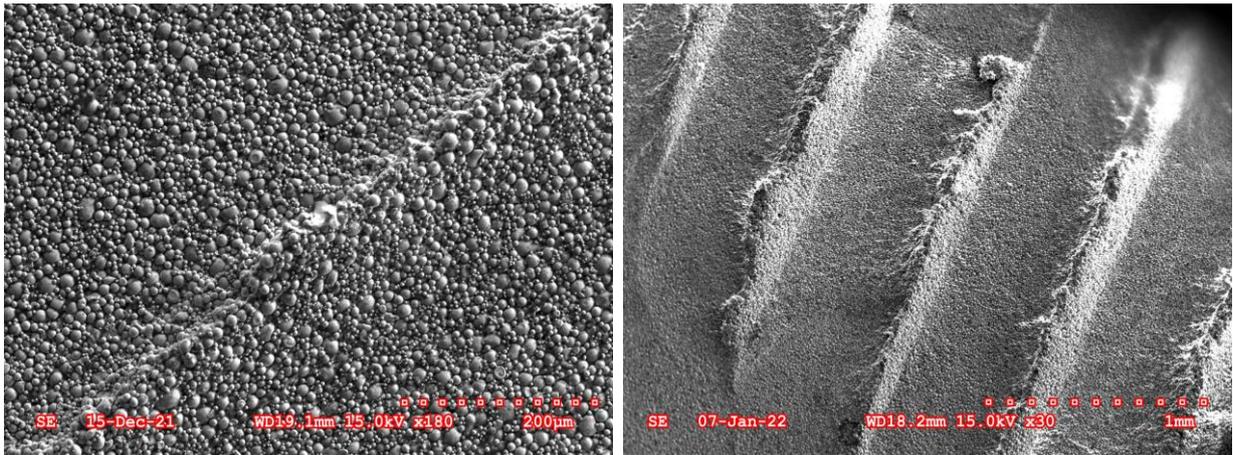


Figure 31 : Observation au Microscope Électronique à Balayage en électrons secondaires : Face supérieure de la pièce verte imprimée à partir de granulés PolyMIM® 316L (Image : Sophie Badin)

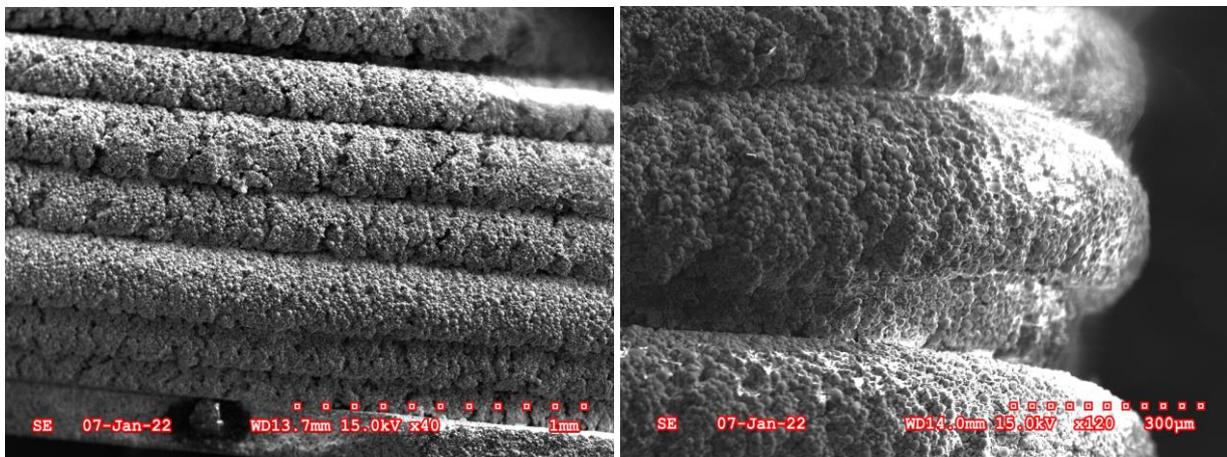


Figure 32 : Observation au Microscope Électronique à Balayage en électrons secondaires : Tranche de la pièce verte imprimée à partir de granulés PolyMIM® 316L (Image : Sophie Badin)

### 2.3.1.2.3.2 Pièces frittées

L'observation des pièces frittées permet d'évaluer le traitement thermique de manière qualitative. Lors d'un frittage réussi, le processus de diffusion de la matière lie les grains de poudres entre eux et vient densifier la matière. Ce phénomène s'accompagne d'une réduction du volume et de la porosité dans la pièce. Les observations au MEB permettent de vérifier le frittage complet des grains de poudre mais également de chercher d'éventuels défauts qui pourraient apparaître lors du déliantage, tels que des gonflements ou des fissures, provoqués par une dégradation trop rapide du liant [26].

La Figure 33 et la Figure 34 présentent respectivement les observations SE et BSE de la surface brute et d'une surface polie de deux échantillons frittés différents. Pour la Figure 33, le peu de contraste en BSE indique une certaine homogénéité de la composition chimique. De plus, la surface ne fait pas apparaître de défauts importants ou de pores. En revanche, sur la Figure 34, l'échantillon poli permet d'observer une structure en grains liés entre eux qui peuvent être identifiés comme les grains de poudres. Différents défauts sous forme d'ouverture et de pores de petites tailles sont visibles, et la présence de grains sphériques et non liés au bas de l'image illustre une densification incomplète.

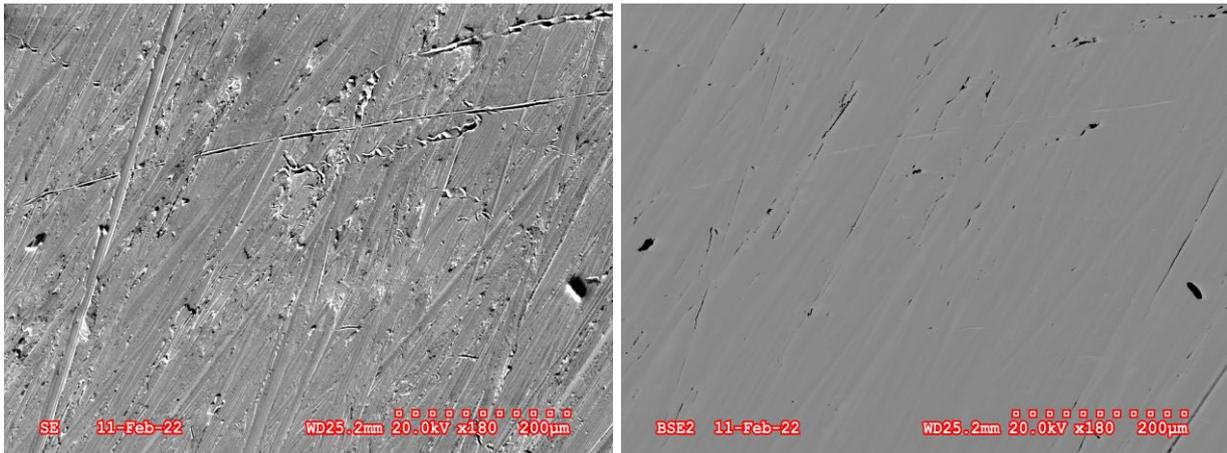


Figure 33 : Observation au Microscope Électronique à Balayage en électrons secondaires et électrons rétrodiffusés : Face supérieure non polie d'une pièce frittée imprimée à partir de granulés PolyMIM® 316L

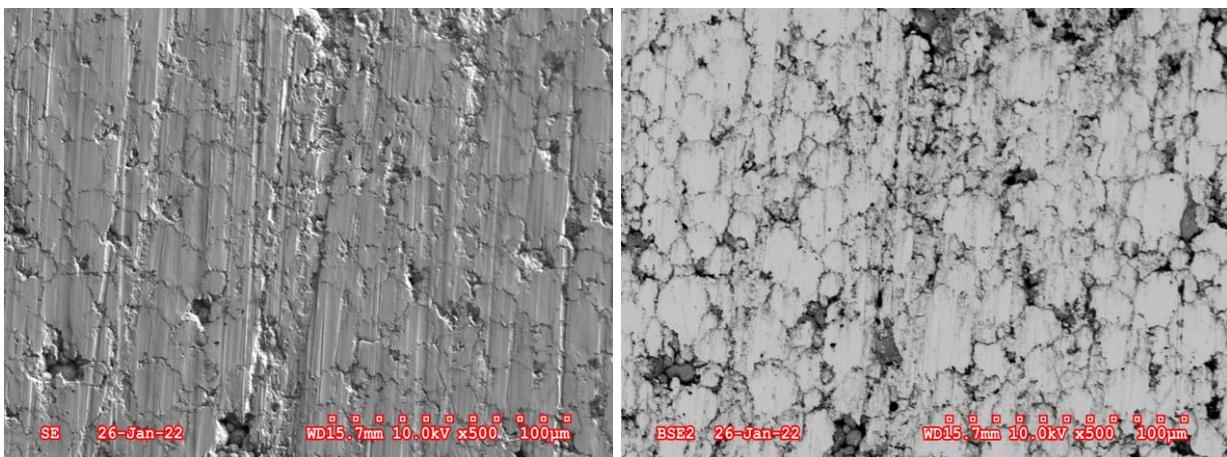


Figure 34 : Observation au Microscope Électronique à Balayage : Face supérieure polie d'une pièce frittée imprimée à partir de granulés PolyMIM® 316L

#### 2.3.1.2.4 Performances mécaniques en traction

Les performances mécaniques sont représentatives de la microstructure d'un matériau qui résulte de son procédé de fabrication. Elle permet tout d'abord de valider la fabrication par le procédé MIM-like dans son ensemble en comparant les propriétés caractéristiques des pièces produites avec celles obtenues par d'autres procédés de mise en forme. Par la suite, il sera également possible d'étudier l'effet de paramètres précis relatif à la fabrication, en les faisant varier de manière isolée. Ces études sont particulièrement utiles pour un procédé en plusieurs étapes comme celui employé ici. Chacune d'entre elles peut avoir un impact précis et modifier certaines propriétés mécaniques. Enfin, au-delà de la validation et de l'analyse du procédé, l'évaluation des performances que peuvent atteindre les pièces imprimées est indispensable au dimensionnement qui permettra leur utilisation.

Dans cette partie, des essais mécaniques de traction uniaxiale et monotone sont effectués sur diverses éprouvettes en acier inoxydable 316L imprimées à partir du feedstock PolyMIM et frittées sous H<sub>2</sub>. Les caractéristiques mécaniques permettent une première comparaison avec celles de l'acier inoxydable 316L imprimé par d'autres procédés de fabrication additive ou par des procédés conventionnels tels que le laminage ou l'usinage de brut de fonderie.

2.3.1.2.4.1 Grandeurs d'intérêts

Les essais mécaniques présentés ici donnent accès à quatre grandeurs d'intérêt qui caractérisent le comportement du matériau lorsqu'il est soumis à un effort de traction :  $E$ ,  $R_e$ ,  $R_m$ ,  $A\%$ . Une courbe classique pour un métal est schématisée sur la Figure 35. Expérimentalement, celle-ci est obtenue en soumettant une éprouvette semblable à celle de la Figure 25 à un effort croissant tout en relevant l'évolution de sa longueur. On trace l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation. La contrainte est définie par le rapport de l'effort sur la section de l'éprouvette qui lui est normale, c'est-à-dire :  $\sigma = \frac{F_{Traction}}{S_0}$ . La déformation est donnée par l'allongement relatif :  $\varepsilon = \frac{L-L_0}{L_0}$ . Pour des déformations importantes, il faut considérer la déformation logarithmique :  $\varepsilon_{log} = \ln\left(\frac{L}{L_0}\right) = \ln(1 + \varepsilon)$ .

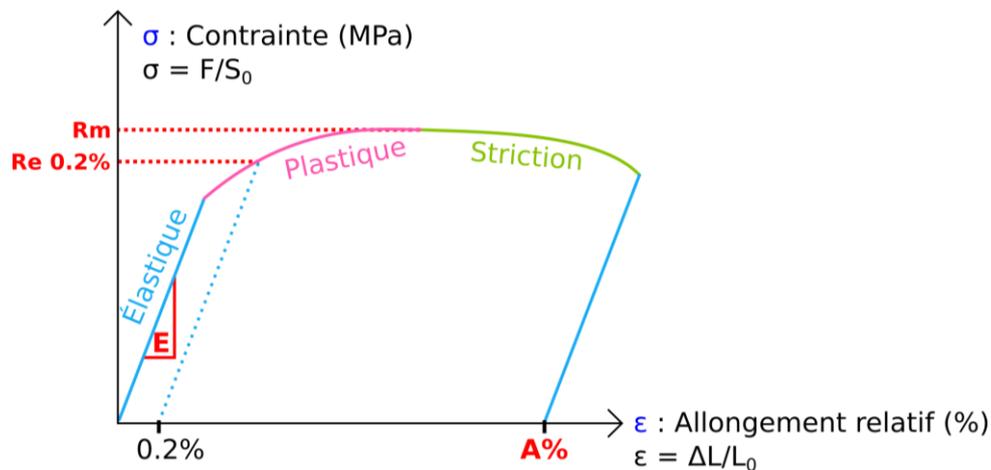


Figure 35 : Schéma de l'allure d'une courbe de traction classique pour un acier

La courbe se compose d'une première zone linéaire qui correspond à une déformation élastique réversible de l'éprouvette. Son coefficient directeur est le module élastique, ou module de Young, noté  $E$ . Cette grandeur est un indicateur de la rigidité et constitue la principale grandeur qui permet une comparaison pertinente avec des pièces en acier inoxydable 316L faites via d'autres procédés. En effet, sa valeur dépend principalement du matériau.

On repère ensuite deux limites : la limite élastique  $R_e$  et la résistance à la traction  $R_m$ , respectivement définies comme le niveau de contrainte au-dessus duquel apparaît une déformation plastique irréversible et comme la contrainte maximum que peut supporter le matériau. Enfin, l'allongement à rupture  $A\%$  donne la déformation plastique maximum qu'a subie l'éprouvette avant de rompre et après avoir retiré l'allongement dû aux déformations élastiques.  $R_e$  et  $R_m$  sont des indicateurs de résistance mécanique et  $A\%$  un indicateur de ductilité du matériau. Ces trois dernières grandeurs dépendent fortement des conditions de fabrication spécifiques au procédé. Par exemple, la limite élastique  $R_e$  est modifiée par le taux d'érouissage ou la vitesse de refroidissement, mais également d'éventuelles opérations de post-traitement qui peuvent être réalisées après les étapes de mise en forme. Il importe de noter que la présence de porosités dans un matériau dégrade l'ensemble de ces indicateurs d'autant plus fortement que le taux est élevé.

Dans cette thèse, les échantillons ont été refroidis par convection naturelle en restant dans l'environnement du four, après le traitement thermique de frittage. Pour cette raison, les

comparaisons qui seront faites devront se concentrer sur des résultats de la littérature pour l'acier inoxydable 316L densifié par un procédé de frittage ou obtenus après un refroidissement lent.

#### 2.3.1.2.4.2 Dispositif expérimental

La caractérisation en traction uniaxiale a été effectuée sur une machine électromécanique de la marque Instron équipée d'une cellule d'effort de 50 kN. Les essais ont été répétés sur 10 éprouvettes imprimées avec une stratégie de dépôt similaire à celle de la Figure 25 puis frittées selon le cycle présenté précédemment sous H2. Sept éprouvettes dont la forme est présentée sur la Figure 38 et qui ont une épaisseur moyenne de 3.4 mm ont été utilisées, ainsi que trois autres éprouvettes similaires à celles de la Figure 39 avec une épaisseur de 2 mm en moyenne. Trois d'entre elles n'ont pas été retenues à cause d'essais défectueux.

L'allongement moyen de l'échantillon a été suivi à l'aide d'un extensomètre collé sur une de ses deux faces. Pour rectifier les déformations de « warping » apparues lors de l'impression, ainsi que pour obtenir un meilleur état de surface, chaque éprouvette a été polie jusqu'à un grain de 1200. Ceci permet d'assurer un bon maintien des éprouvettes dans les mors de traction et évite de faire travailler les éprouvettes en flexion au début de l'essai. Le schéma du dispositif expérimental qui a été utilisé est présenté sur la Figure 36.

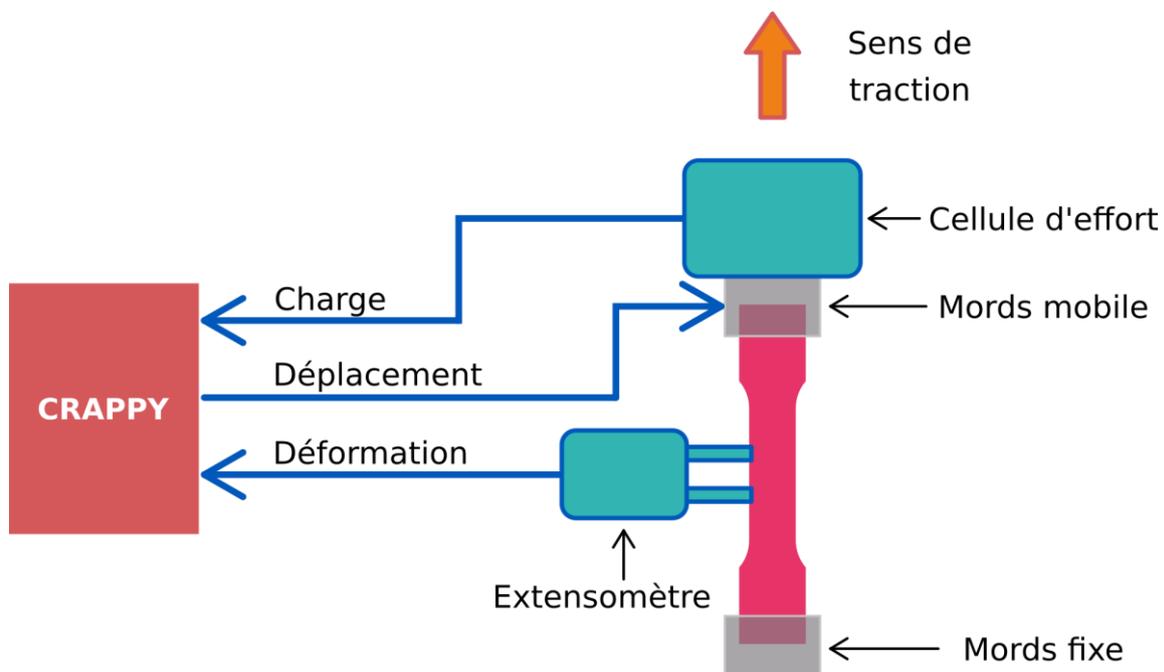


Figure 36 : Schéma du dispositif expérimental d'essais de traction monotone

Pour réaliser le pilotage des essais ainsi que l'enregistrement des données, le module Python Crappy (Command and Real-time Acquisition in Parallelized Python) est utilisé. Il s'agit d'une librairie ouverte, gratuite et développée au LaMcube. Elle prend la forme d'un environnement numérique programmable destiné à la conduite d'essais expérimentaux faisant intervenir en parallèle plusieurs commandes d'actionneurs et signaux d'acquisition.

Les éprouvettes ont été soumises à des cycles avec alternance de charges croissantes de traction et de décharges. Pour cela, la machine impose un déplacement à vitesse fixe pour soumettre la pièce à un effort de traction croissant jusqu'à un certain seuil. Une fois cette limite atteinte, le sens de déplacement est inversé et une décharge est effectuée pour revenir à effort nul. Ce cycle est répété

en augmentant à chaque fois la limite d'effort à rejoindre et ce jusqu'à rupture de l'éprouvette. Ce type de commande a été choisi car il permet d'étudier les propriétés en traction tout en observant l'évolution du module d'Young lors des différentes phases de déformations élastiques, ce qui permet de détecter une éventuelle dégradation des performances du matériau au cours de l'essai.

2.3.1.2.4.3 Résultats

Une courbe de traction caractéristique mesurée pour l'une des éprouvettes est donnée Figure 37. Elle présente la valeur de la contrainte en fonction du déplacement de la traverse. Un zoom est effectué pour mettre en évidence la plage de déformation élastique et la déformation mesurée par l'extensomètre. Le module d'Young  $E$  est obtenu par régression linéaire sur la zone repérée par la ligne verte. De même, on utilise  $Re_{0.02\%}$  pour définir la limite élastique de manière objective. Il s'agit du niveau de contrainte pour lequel la déformation plastique atteint 0.02%. Les performances obtenues avec les échantillons restants sont synthétisées dans le Tableau 4.

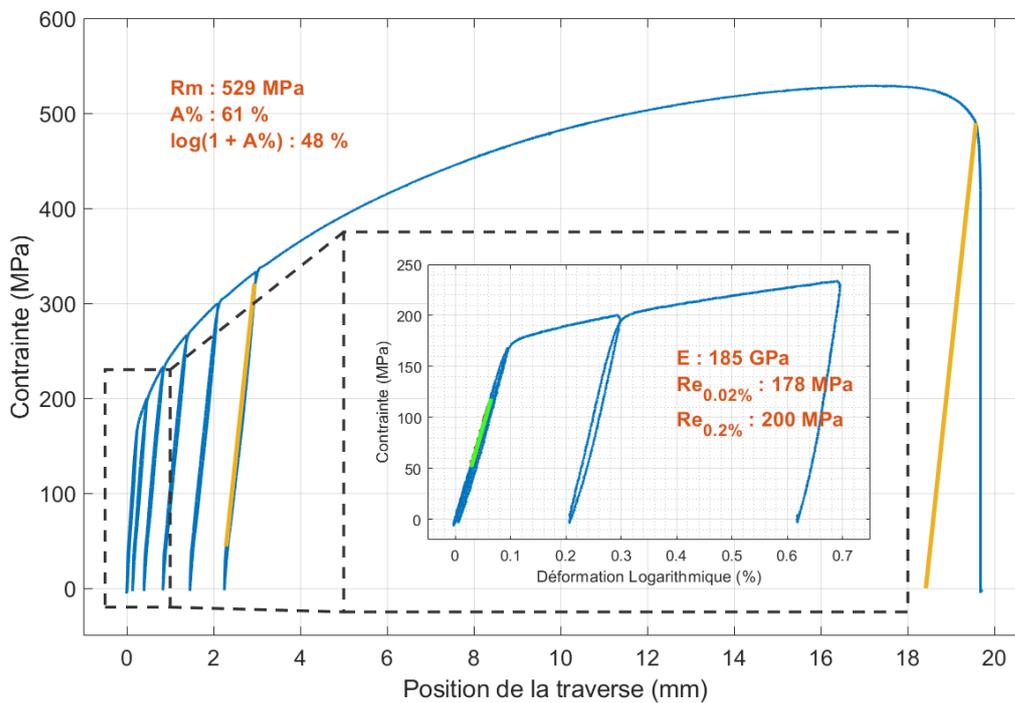


Figure 37 : Courbe de traction d'une éprouvette en acier inoxydable 316L imprimée et frittée



Figure 38 : Éprouvettes épaisses, verte (à gauche) et frittée sans polissage (à droite)



Figure 39 : Éprouvettes fines, verte (à gauche) et frittée après polissage (à droite)

Tableau 4 : Propriétés mécaniques moyennes en traction de l'acier inoxydable 316L pour différents procédés

	Procédé	Résistance à la traction Rm (MPa)	Limite élastique Re (MPa)	Module de Young E (GPa)	Allongement à rupture A% (%)
<b>Vincent Martin [manuscrit présent]</b>	<b>MIM-like</b>	<b>500 ± 60</b>	<b>125 ± 40</b>	<b>190 ± 23</b>	<b>53± 16</b>
PolyMIM	MIM	450	140	NA	40 (A10)
Gong et. al. [27]	FFF	465	167	152	31
Sadaf et. al. [28]	FFF	521 ± 16	252 ± 7	198	n. a.
Kim [29]	SLS	630	430	80 <sup>7</sup>	31
Bartolomeu et. al. [19]	Hot Press	570	290	n. a.	34
Wu et. al. [30]	WAAM	583	339	n. a.	n. a.
Wang et. al. [31]	WAAM	550	418	n. a.	n. a.

Une première comparaison des mesures avec les valeurs annoncées par le fabricant du feedstock pour des pièces produites par injection métal (seconde ligne du Tableau 4) permet de valider l'utilisation de l'impression 3D. Certes, la valeur moyenne obtenue pour la limite élastique est 10% inférieure à celle

<sup>7</sup> Cette valeur a été calculée en utilisant un relevé graphique de points à partir des graphes fournis par les auteurs.

attendue, en revanche la résistance mécanique et l'allongement à rupture dépassent les performances références de 11 % et de 32 % respectivement. La résistance à la traction mesurée se situe dans la gamme des autres techniques de fabrication qui utilisent un frittage, telles que l'impression FDM chargée métal [27], [28] SLS [29] ou les échantillons pressés à chaud [19]. En ce qui concerne la limite d'élasticité, les valeurs rapportées sont 167 MPa, 252 MPa, 430 MPa, 290 MPa. Nous pouvons remarquer que même si les quatre articles cités ont utilisé des processus de frittage similaires (en particulier les références [27] et [28]), de grandes différences sont visibles entre les différents procédés. Nos valeurs pour les échantillons frittés sous H2 montrent des valeurs plus faibles que les limites d'élasticité obtenues par SLS et sont plus proches de celles des autres procédés de dépôt suivis du déliantage et du frittage. Lorsque l'on compare avec les valeurs du procédé (WAAM), un procédé qui implique la fusion du matériau, notre résistance à la traction est proche des valeurs données (583 MPa et 550 MPa) mais la limite d'élasticité est à nouveau beaucoup plus faible que ce que l'on trouve dans la littérature (339 MPa et 418 MPa). Enfin, le module d'Young observé reste légèrement inférieur aux valeurs attendues que l'on peut trouver dans les références citées précédemment. La valeur usuelle pour un acier inoxydable 316L produit de manière classique est de 200 GPa. Ceci indique probablement la présence de porosités qui peuvent être dues à un dépôt imparfait lors de l'impression ou à un frittage incomplet. La section réelle qui doit être utilisée pour passer de la charge à la contrainte serait en fait inférieure à la section extérieure mesurée.

Néanmoins les valeurs mesurées sont très proches des caractéristiques habituelles pour l'acier inoxydable 316L. On peut donc considérer que l'étape de densification et plus généralement le procédé dans son ensemble sont validés. La fabrication MIM-like est en mesure de fabriquer des pièces dont les performances mécaniques permettent d'envisager une utilisation pour la production de pièces industrielles.

### 2.3.1.3 Conclusion intermédiaire

L'utilisation de l'impression 3D à partir de granulés pour la mise en forme des pièces vertes semble être totalement compatible avec les étapes de déliantage et de frittage. Les écarts observés avec les performances du procédé MIM annoncées restent faibles et seule la limite élastique n'est pas atteinte pour tous les échantillons. La réalisation d'une pièce dense est donc possible tout en bénéficiant de la liberté de forme offerte par la fabrication additive.

### 2.3.2 Fe3%Si

La fabrication additive de pièces en acier inoxydable 316L a permis de vérifier la possibilité d'obtenir des pièces denses présentant des propriétés mécaniques comparables à celles de la littérature et du matériau produit de manière conventionnelle. Pour continuer la validation du procédé MIM-like, les propriétés magnétiques à basse fréquence des pièces imprimées à partir d'un feedstock de granulés chargés en Fe3%Si (teneur massique) provenant du même fournisseur PolyMIM sont étudiées.

#### 2.3.2.1 Fabrication et vérification de la densification

La géométrie utilisée pour la fabrication de nos pièces en Fe3%Si est un tore de section rectangulaire. Cette forme de circuit magnétique simple permet de calculer analytiquement la distribution du champ magnétique dans le noyau. Les calculs sont présentés en annexe 3. Par conséquent, elle est souvent utilisée pour faire la caractérisation des propriétés magnétiques du matériau. Les mêmes pièces seront utilisées pour effectuer les observations et mesures de masse volumique de manière similaire à ce qui a été présenté précédemment avec l'acier inoxydable 316L. La calibration de l'imprimante et la détermination des paramètres d'impression effectuée pour le premier matériau ont permis de rapidement mettre en forme le feedstock Fe3%Si en utilisant des réglages quasiment identiques. Certains ajustements ont néanmoins été nécessaires pour permettre d'imprimer une forme cylindrique continue et régulière. Le débit et la largeur des lignes déposées ont par exemple été choisis pour ne former que des cercles concentriques et continus comme présenté sur la Figure 40. De plus, après avoir effectué une rétraction de la vis de la tête d'impression, la consigne de réarmement a été exagérée pour assurer la continuité de la matière au niveau de la couture et ne pas créer d'entrefer sur le circuit magnétique. Un tore vert en cours d'impression est visible sur la Figure 41. Les dimensions sélectionnées sont celles d'un modèle 42/26/13 (diamètre extérieur, diamètre intérieur et hauteur) du catalogue Ferroxcube<sup>8</sup>. Cette taille convient également bien au procédé et permet d'obtenir une pièce avec un nombre suffisant de murs en un peu moins d'une heure. Le cycle thermique fourni par le fabricant est légèrement différent du précédent, il comporte un palier de déliantage supplémentaire et une température de frittage à 1325°C comme le montre le cycle de la Figure 42 (voir annexe 1).

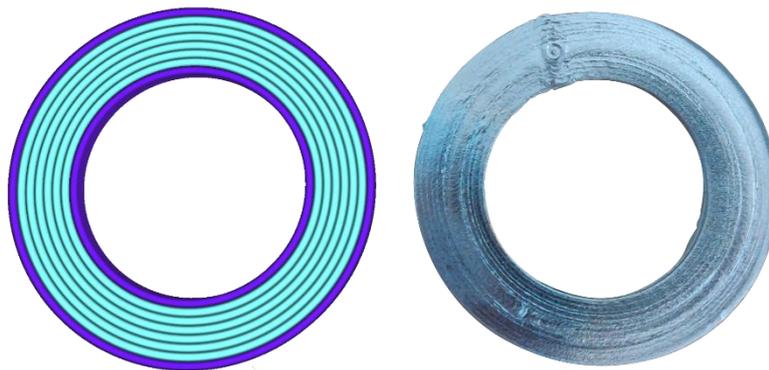


Figure 40 : Chemin de dépose des lignes de matière  
Programme d'impression (à gauche) et tore fritté (à droite)

<sup>8</sup> [1] "Download-Ferroxcube" [https://www.ferroxcube.com/en-global/download/index/product\\_catalog](https://www.ferroxcube.com/en-global/download/index/product_catalog) (accessed Dec. 31, 2022).

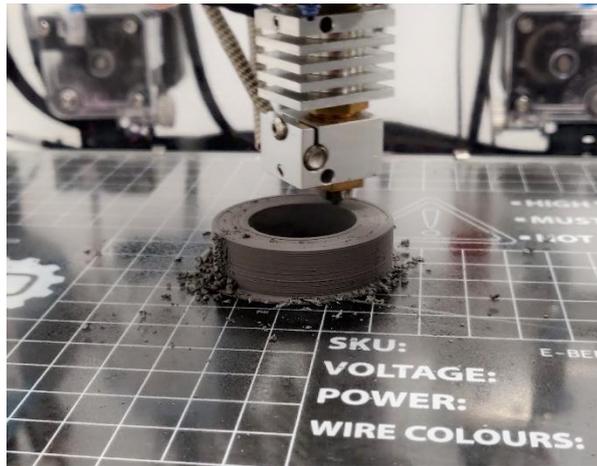


Figure 41 : Impression d'un tore à partir de granulés PolyMIM Fe3%Si en vue d'une caractérisation magnétique

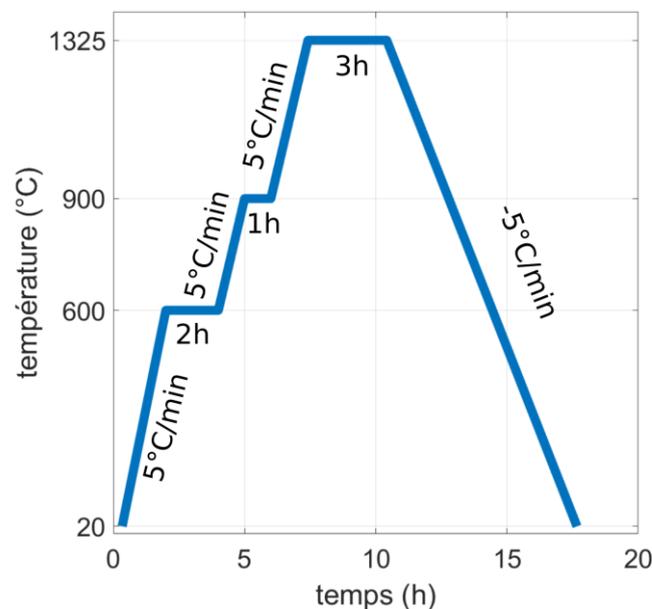


Figure 42 : Cycle de déliantage/frittage pour les granulés PolyMIM Fe3%Si

Il est important de noter que pour ces essais, des échantillons frittés sous les deux atmosphères présentées, c'est à dire H2 et RH5, ont été utilisés.

Les masses volumiques mesurées sur les différents échantillons Fe3%Si donnent une valeur moyenne de  $7.49 \text{ g/cm}^3$  pour un écart type de  $0.06 \text{ g/cm}^3$ , ce qui correspond à un écart de 0.8% avec la valeur de  $7.55 \text{ g/cm}^3$  annoncée par PolyMIM pour le procédé d'injection classique. On peut retrouver dans la bibliographie différentes valeurs de densité pour ce matériau. Par exemple, les tôles magnétiques M400-50A<sup>9</sup> produites par ArcelorMittal via laminage ont une masse volumique de  $7.7 \text{ g/cm}^3$ . D'autres travaux se penchent également sur la mise en forme de ce type d'alliages par fabrication additive. Les masses volumiques qui y sont rapportées sont également très proches de celles que nous avons obtenues par procédé MIM-like ; ce qui permet de valider la fabrication de pièces Fe3%Si denses par ce procédé. Différentes valeurs trouvées dans la bibliographie sont reportées dans le Tableau 5.

<sup>9</sup> [https://industry.arcelormittal.com/catalogue/D20/FR#grade\\_1520](https://industry.arcelormittal.com/catalogue/D20/FR#grade_1520)

Tableau 5 : Masses volumiques d'alliages Fer Silicium pour différents procédés

	Matériau	Procédé	Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )
<b>Vincent Martin [manuscrit présent]</b>	<b>Fe3%Si PolyMIM</b>	<b>MIM-like</b>	<b>7.494 ± 0.059</b>
Goll et al. [21]	Fe6.7%Si	LPBF	7.47
Bas et al. [32]	Fe3%Si	Pressage et Frittage	7.3 - 7.55
Cramer et al. [22]	Fe6.5%Si	Binder jet	7.31
Zhou et al. [33]	Fe3%Si	MIM	7.78



Figure 43 : Tore Fe3%Si imprimé et fritté

La Figure 43 montre un tore après frittage. La géométrie présentée sur cette photographie est plus fine (2mm d'épaisseur) et présente donc une section plus faible pour pouvoir réduire l'impact des courants induits sur les mesures.

### 2.3.2.2 Caractérisation magnétique basse fréquence

#### 2.3.2.2.1 Méthode de mesure

Pour pouvoir être utilisé dans une machine électrique ou un dispositif électromagnétique concret, le matériau fabriqué doit être caractérisé pour évaluer ses performances magnétiques à différents points de fonctionnement. En considérant le type d'application visée, il est décidé de réaliser ces mesures pour des fréquences de quelques dizaines de hertz. Les principales grandeurs d'intérêts sont le niveau d'induction  $B_{1000A/m}$  pour un champ de 1000 A/m, la perméabilité magnétique relative  $\mu_r$  et les pertes magnétiques. Pour obtenir ces informations, un banc de caractérisation BrockHaus est utilisé [34]. Il s'agit d'un système équipé d'un générateur de tension asservi, pouvant couvrir une large gamme de fréquences s'étendant de quelques hertz à 100 kHz, qui est couplé à différents dispositifs d'acquisition. La gamme de courant s'étend jusqu'à 10 A et la mesure de tension peut être effectuée pour quelques millivolts et jusqu'à 100 V. L'accès aux grandeurs magnétiques se fait par la mesure de la tension et du courant électrique aux bornes de deux bobines isolées mais couplées magnétiquement par le noyau. Connaissant les dimensions du noyau et les paramètres de bobinage, l'excitation de la phase primaire permet de créer un champ magnétique alternatif dans le matériau. La lecture de la tension induite au secondaire permet de remonter à l'induction créée, puis aux autres grandeurs d'intérêt. Pour réaliser une mesure correcte qui pourra être comparée, il est nécessaire d'obtenir une tension sinusoïdale au secondaire. Pour cela, la forme d'onde du courant injectée dans le primaire est automatiquement ajustée. Cet asservissement est particulièrement important pour pouvoir exploiter

les mesures de pertes sans quoi une partie de celles-ci proviendrait de la présence d'harmoniques dans le signal déformé.

Les différentes grandeurs d'intérêts sont déterminées à partir des cycles d'hystérésis B-H. La Figure 44 présente les données obtenues pour l'un des tores, 16 cycles ont été balayés pour différentes amplitudes d'excitation. Les coordonnées des points rouges représentent le champ et l'induction maximum pour chaque cycle. Cet ensemble de points permettra de tracer les courbes B(H) dites normales, présentées par la suite.

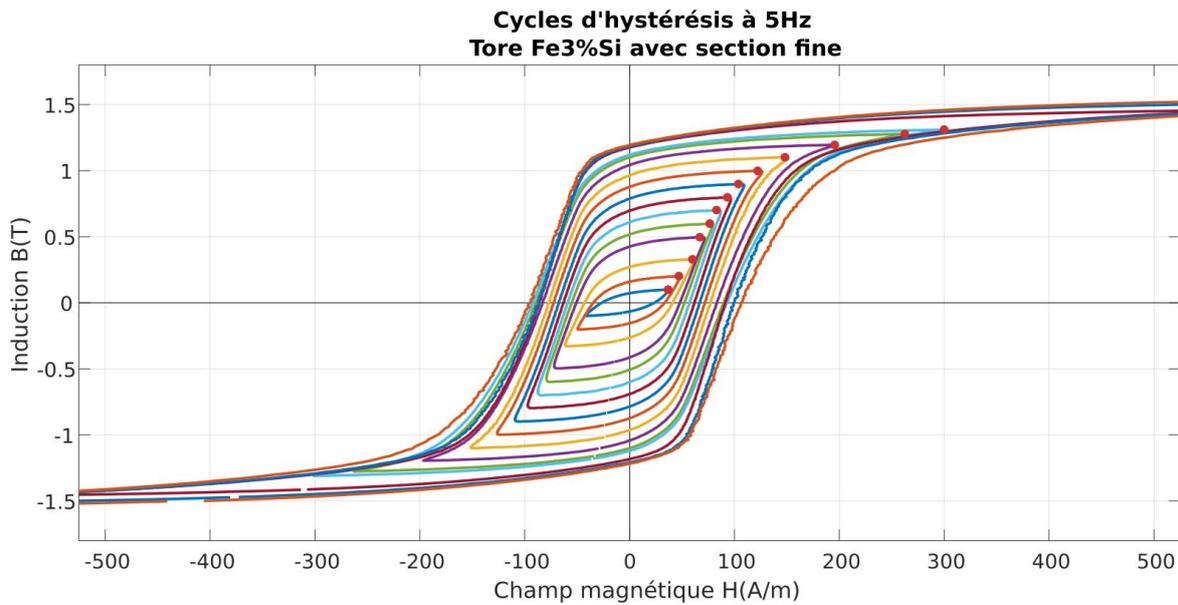


Figure 44 : Cycle d'hystérésis d'un tore Fe3%Si à 5Hz

Chaque tore est préparé de la même façon pour être caractérisé. Une première couche d'un adhésif isolant est enroulée sur le noyau pour protéger les conducteurs. En effet, la présence d'angles saillants peut facilement percer l'émail du fil de cuivre utilisé pour le bobinage, ce qui créerait un court-circuit entre spires. Par-dessus cette première isolation, un bobinage qui constitue le secondaire est réalisé. Le choix est fait de placer le secondaire au plus près du noyau pour limiter les flux de fuites qui viendraient nuire aux mesures. Cet enroulement est également recouvert d'un isolant avant d'y superposer le bobinage du primaire. Enfin, le tout est maintenu par un adhésif final pour donner une pièce de caractérisation similaire à celle visible sur la Figure 45.



Figure 45 : Tore isolé et bobiné pour la caractérisation magnétique du matériau qui compose son noyau.

### 2.3.2.2.2 Premiers résultats

Une première caractérisation sur un tore 42/26/13 fritté sous RH5 a d'abord donné des performances peu convaincantes. On peut voir Figure 46 la courbe classique B-H présentant l'induction en fonction du champ magnétique, ainsi que l'évolution de la perméabilité relative en fonction de l'induction. Par la suite, pour comparer les matériaux entre eux, on choisit de considérer l'induction pour un champ de 1000 A/m qui vaut dans ce cas 0.91 T (point rouge sur la figure). L'échantillon présente donc bien un comportement magnétique non négligeable mais l'amplitude de l'induction récupérée reste décevante pour cette gamme de matériaux. De manière similaire, la perméabilité maximum obtenue est de 1070, valeur très en deçà de ce que les alliages de fer silicium offrent dans d'autres travaux lorsqu'ils sont produits par des procédés conventionnels [35]. À titre d'exemple, pour les tôles de machines électriques de type M 400-50 A, l'induction à 2500 A/m est de 1.53 T.

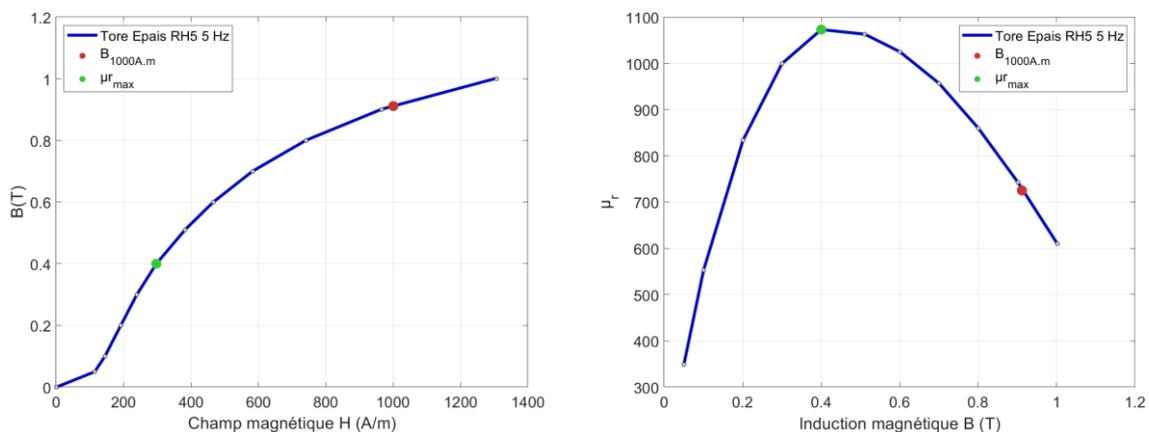


Figure 46 : Caractérisation magnétique à 5 Hz d'un tore (42/26/13) imprimé en Fe3%Si et fritté sous RH5  
Courbe B-H (à gauche) ; Perméabilité relative (à droite)

Deux points peuvent immédiatement être remis en question. Tout d'abord, la qualité du traitement thermique et plus précisément de la protection contre l'oxydation offerte par le mélange RH5. Aux températures de frittage, l'oxydation du fer et du silicium se fait rapidement et impacte directement les propriétés magnétiques et isolantes de ces alliages métalliques. De plus, le tore fabriqué possède une section importante qui favorise grandement l'apparition de courants induits puisque le matériau est massif. Conformément à loi de Lenz-Faraday, ces courants créent un champ magnétique qui s'oppose à celui qui leur a donné naissance ; ce qui pousse à sous-estimer la valeur du champ qui se développe effectivement dans le noyau.

### 2.3.2.2.3 Tores fins

Par la suite, des échantillons de section plus fine seront utilisés. Il s'agit de tores de mêmes diamètres mais avec une épaisseur de 2 mm. De plus, un frittage sous H2 est effectué pour tenter d'améliorer la protection du matériau lors du frittage. Les résultats de la caractérisation de l'un de ces échantillons sont donnés Figure 47. L'induction pour un champ magnétique de 1000 A/m est bien supérieure au frittage précédent et s'élève à 1.52 T. De même la perméabilité relative maximum relevée atteint une valeur de 6670. Ces performances permettent de rejoindre la documentation du fabricant PolyMIM qui indique une induction de 1.59 T pour un champ magnétique de 4000 A/m, là où notre matériau atteint environ 1.69 T. La perméabilité relative maximum obtenue reste cependant inférieure à la valeur annoncée de 8674.

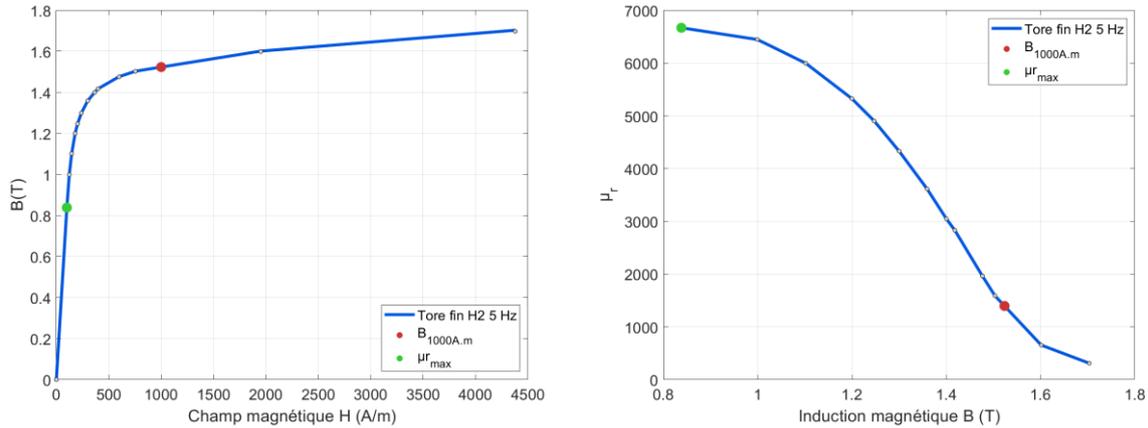


Figure 47 : Caractérisation magnétique à 5 Hz d'un tore (42/26/2) imprimé en Fe3%Si et fritté sous H2  
 Courbe B-H (à gauche) ; Perméabilité relative (à droite)

La même géométrie fine a également été frittée sous RH5 pour vérifier l'impact du gaz de manière exhaustive. On retrouve des performances du même ordre de grandeur que précédemment. Par exemple, on observe pour l'échantillon présenté sur la Figure 48, une induction  $B_{1000A/m}$  de 1.54T et une perméabilité relative maximum de 6550. Ces similarités entre différents frittages poussent à considérer que ce sont la surface de la section et l'apparition de forts courants induits qui sont à l'origine des écarts de performances déjà soulignés et non l'environnement de frittage. Le gaz RH5, plus commode d'utilisation que le H2, peut donc être utilisé pour protéger cet alliage lors du frittage.

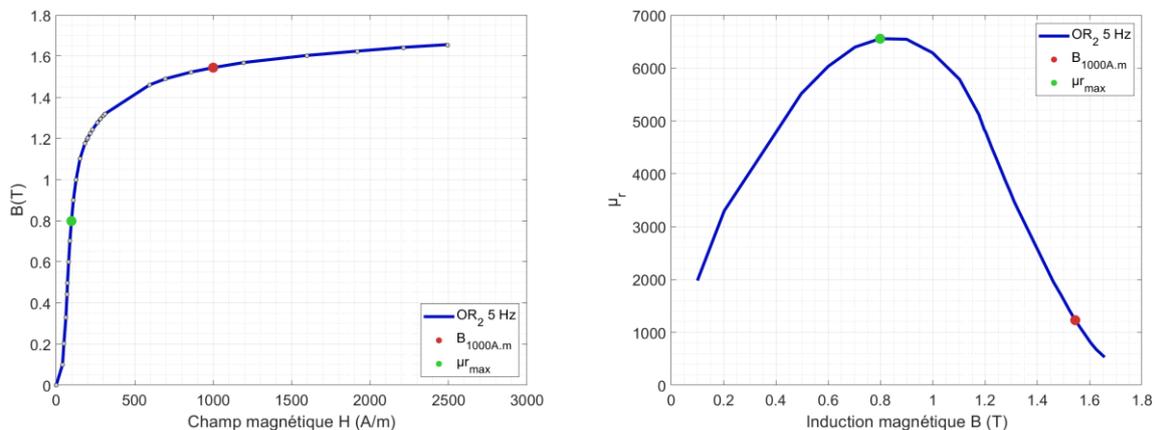


Figure 48 : Caractérisation magnétique à 5 Hz d'un tore (42/26/2) imprimé en Fe3%Si et fritté sous RH5  
 Courbe B-H (à gauche) ; Perméabilité relative (à droite)

#### 2.3.2.2.4 Variations

Il est important de souligner la présence de variations non négligeables entre les différents échantillons, bien que ceux-ci aient été imprimés à la suite, avec le même programme, et qu'ils aient été frittés en même temps. Ces écarts sont illustrés sur la Figure 49 et les données associées sont rassemblées dans le Tableau 6. De manière similaire aux variations observées sur les valeurs des propriétés mécaniques, ces écarts peuvent dépendre des différentes étapes de la fabrication (variation inopinée du débit lors de l'impression, température de frittage différente à cause du placement dans le four, oxydation lors du déliantage dans l'eau). Pour les échantillons présentés ici, ces variations correspondent à un écart-type d'un peu moins de 30% de la valeur moyenne. Les échantillons OR1,2,3,4 et P1,2 sont des tores fins identiques et imprimés avec un motif de dépôt concentrique. En

particulier, l'échantillon OR1 détériore grandement la répétabilité pour ces deux valeurs magnétiques puisque le nombre de pièces reste peu élevé.

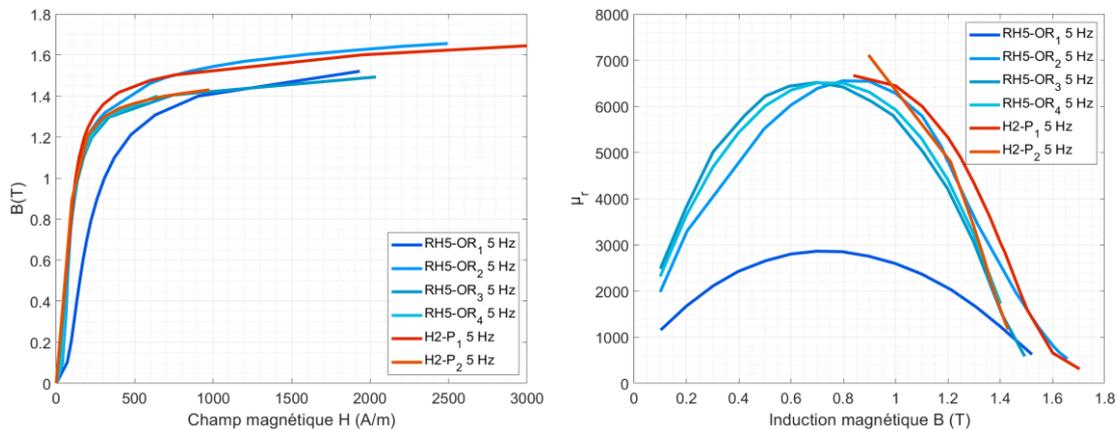


Figure 49 : Caractérisation magnétique à 5 Hz des tores (42/26/2) en Fe3%Si imprimé  
 Comparaison des frittages sous H2 et RH5 : Courbe B-H (à gauche) ; Perméabilité relative (à droite)

Tableau 6 : Valeurs moyennes et écarts-types de  $B_{1000A/m}$  et  $\mu_{r,max}$  à 5 Hz pour les frittages H2 et RH5

Gaz de frittage	Induction magnétique $B_{1000A/m}$	Perméabilité relative maximum $\mu_{r,max}$	Nombre d'échantillons
H2	1.48±0.04	6890±220	2
RH5	1.47±0.06	5610±1590	4

### 2.3.2.2.5 Pertes

Un autre critère, déterminant lors de la caractérisation magnétique, est celui des pertes liées au matériau. Leur évaluation est indispensable pour valider la fabrication de composants magnétiques par ce procédé et leur possible utilisation. Pour cela, les mesures sont effectuées à 50 Hz et à un niveau d'induction de 1,5 T. Ce point de fonctionnement, standard pour l'évaluation des pertes, est représentatif des conditions d'utilisation dans un système concret tel qu'une génératrice électrique.

Bien que la section des échantillons ait été diminuée, les pertes totales à 50 Hz restent supérieures à celles des aciers électriques conventionnels. En effet, celles-ci se situent généralement autour de quelques watts par kilogramme à 1.5 T et 50 Hz (M 400-50 A), là où les échantillons frittés sous H2 donnent des pertes totales de 15.06 W/kg en moyenne (voir Tableau 7). Pour essayer d'identifier l'origine de cette différence, on considère la décomposition des pertes magnétiques telles que proposée par le modèle de Bertotti [36] :

$$P_{fer} = k_h \cdot B_{max}^\alpha \cdot f + k_c \cdot B_{max}^2 \cdot f^2 + k_{exc} \cdot B_{max}^{\frac{3}{2}} \cdot f^{\frac{3}{2}}$$

Le premier terme de cette modélisation correspond aux pertes par hystérésis, ou pertes quasi-statiques, qui traduisent l'énergie dissipée lors du mouvement des parois de domaines magnétiques. Celles-ci dépendent principalement de la composition du matériau et de la présence de défauts dans la microstructure. Le second terme modélise les pertes par courants de Foucault, ou pertes classiques qui seront principalement influencées par la conductivité du matériau et la géométrie du dispositif.

Enfin, le troisième terme permet de prendre en compte les pertes excédentaires qui résultent de l'interaction entre différents domaines magnétiques.

Pour évaluer les pertes liées au matériau, il est possible d'écarter la contribution des pertes dynamiques dont les courants induits font partie. L'évaluation des pertes quasi-statiques est réalisée par extrapolation. Pour ne garder que le premier terme associé aux pertes par hystérésis, on considère la quantité  $\frac{P_{fer}}{f}$ , qui correspond à l'énergie spécifique. Ce terme est extrapolé linéairement en  $f = 0$  Hz afin d'obtenir  $P_{quasi-statiques}$ . Pour cela, on considère trois mesures à basse fréquence à 5, 10 et 20 Hz pour les mêmes niveaux d'induction. On compare ensuite la valeur  $P_{quasi-statiques} * 50$  avec les mesures effectuées à 50 Hz. Les mesures basses fréquences ainsi que les pertes extrapolées pour le tore à section fine OR4 qui est fritté sous RH5 sont présentés à la Figure 50.

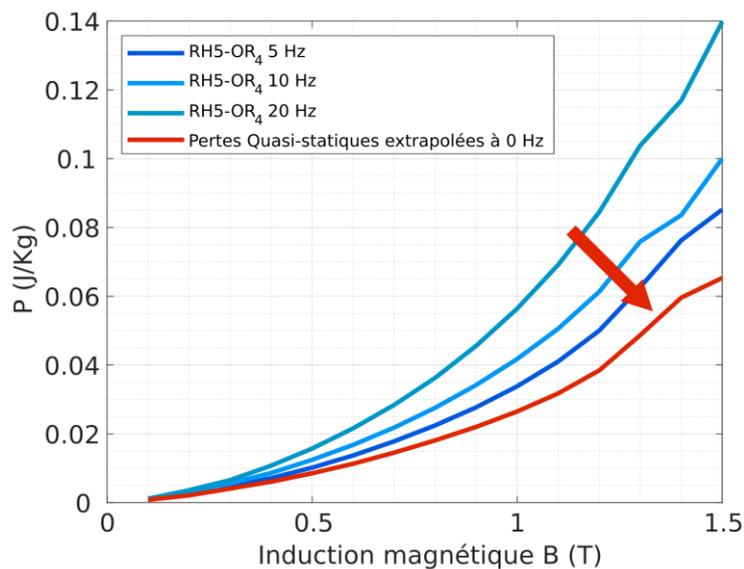


Figure 50 : Extrapolation de l'énergie spécifique  $P/f$  à fréquence nulle

La comparaison des pertes totales à 50 Hz pour les quatre échantillons est donnée à la Figure 51 et les valeurs associées sont rassemblées dans le Tableau 7. Les pertes quasi statiques moyennes à 50 Hz et 1.5 T pour ces échantillons sont de 3.95 W/Kg. Cette valeur se rapproche de l'ordre de grandeur des pertes totales rapportées plus haut pour des tôles en Fe3%Si conventionnelles. Il n'est bien sûr pas possible de comparer directement les pertes quasi-statiques extrapolées (pertes par hystérésis) de nos échantillons avec les pertes totales de tôles conventionnelles. Les pertes par hystérésis de ces dernières sont nécessairement encore inférieures à la valeur de 3.95 W/Kg. Cependant, ceci permet de considérer que les pertes totales importantes mesurées sur nos échantillons sont principalement dues aux effets dynamiques et aux dimensions, et non à une dégradation rédhibitoire du matériau.

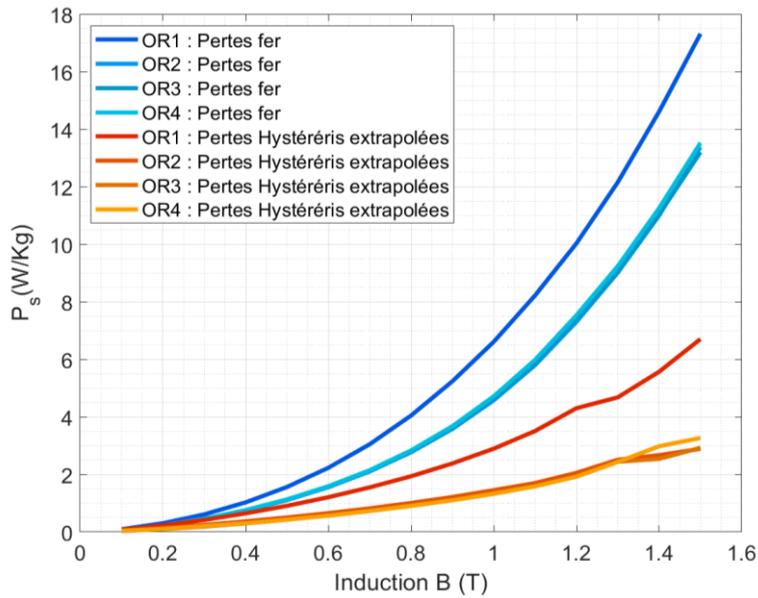


Figure 51 : Comparaison des pertes totales mesurées avec les pertes quasi-statiques extrapolées à 50Hz

L'évolution du cycle d'hystérésis du tore OR4 pour différentes fréquences de fonctionnement est donnée à la Figure 52. Celui-ci s'élargit avec la fréquence, soulignant l'augmentation de l'aire sous la courbe et donc des pertes totales.

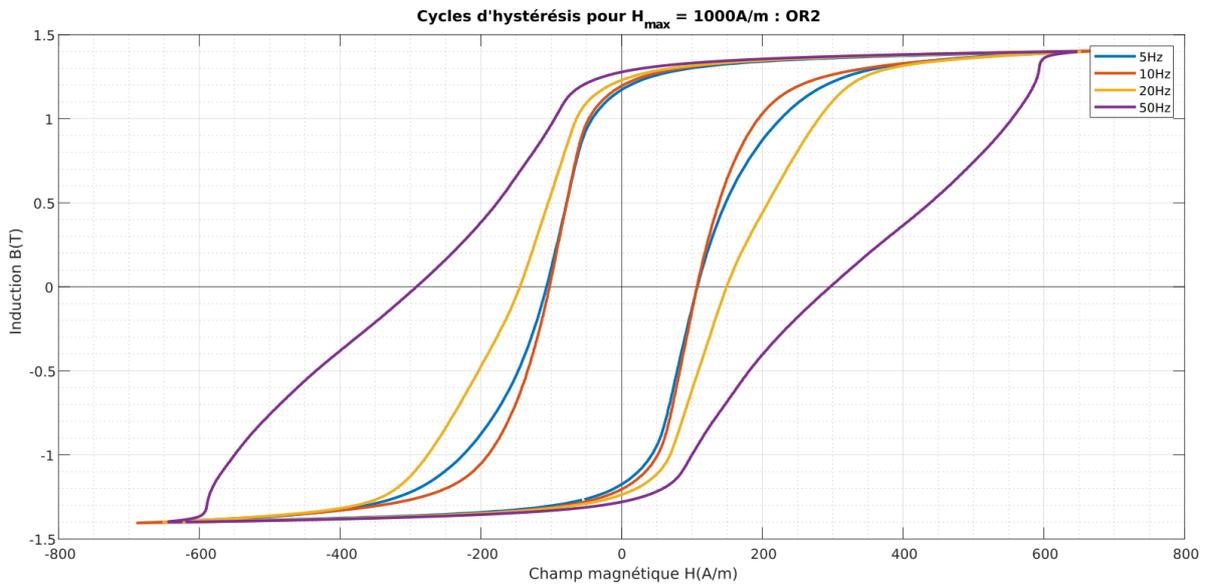


Figure 52 : Impact de la fréquence d'excitation sur le cycle d'hystérésis

Tableau 7 : Pertes totales et pertes par hystérésis à 50Hz

Gaz de frittage	Pertes totales à 50 Hz (W/Kg)	Pertes Hystérésis extrapolées à 50 Hz (W/Kg)
RH5	14.35 ± 1.71	3.95 ± 1.60
H2	15.01 ± 0.62	N.D.

## 2.4 Conclusion et résultats obtenus

Dans ce chapitre, les développements nécessaires à la mise en place de l'étape d'impression ainsi que la chaîne complète de fabrication pour le procédé MIM-like ont été introduits. Cette méthode de fabrication additive offre la possibilité de réaliser des pièces métalliques denses de façon indirecte à partir de granulés chargés. Deux feedstocks destinés à l'injection ont été utilisés pour produire des pièces de calibration ainsi que pour réaliser une série de caractérisations. En particulier, les performances mécaniques en traction ont été évaluées sur des éprouvettes imprimées en acier inoxydable 316L ; par la suite, les propriétés magnétiques ainsi que les pertes à basse fréquence ont été mesurées sur des échantillons toriques imprimés en fer silicium 3%. Ces deux matériaux métalliques utilisés pour valider la pertinence du procédé MIM-like sont chacun grandement utilisés dans leur domaine et font l'objet de développements récents dans le domaine de la fabrication additive. Après frittage, les pièces mises en forme par impression 3D présentent des performances du même ordre de grandeur que celles qui pourraient être obtenues par injection. De plus, les résultats observés sont comparables à ceux provenant de la bibliographie pour les mêmes matériaux mais produits par des procédés conventionnels ou des méthodes d'impression différentes. Un bilan des principales performances moyennes obtenues avec un frittage H2 est fait dans le Tableau 8.

Tableau 8 : Performances obtenues après frittage

316L		Fe3%Si	
Masse volumique	7.77 g/cm <sup>3</sup>	Masse volumique	7.49 g/cm <sup>3</sup>
E	190 GPa	$B_{1000A/m}$	1.48 T
Re	125 MPa	$\mu_{r,max}$	6890
Rm	500 MPa	$P_{fer}$	15.01 W/Kg

Cependant, on observe pour quelques échantillons une variabilité importante de certaines propriétés, en particulier pour les propriétés magnétiques. L'intervention de plusieurs étapes dans la fabrication constitue autant de sources de variations qui peuvent détériorer les performances. Ceci illustre la nécessité d'étudier en détail certains points spécifiques du procédé et l'impact des paramètres de fabrication. Pour cela, l'étude de l'impact de la stratégie d'impression sur la résistance mécanique en traction, puis sur les performances magnétiques à basse fréquence sera présentée à la fin du chapitre 4.

Finalement, les travaux présentés dans ce second chapitre permettent de valider la fabrication additive d'une pièce performante par notre chaîne d'impression 3D et de densification bas coût à partir d'un feedstock MIM. Bien qu'il s'agisse d'un procédé plus long, l'utilisation de la solution d'impression FGF suivie d'une étape de densification s'est révélée être une solution efficace et abordable pour réaliser les développements matériels nécessaires. Ces résultats nous donnent une base solide et indispensable pour les travaux suivants, qu'il s'agisse d'étudier le procédé en détail ou de l'exploiter pour fabriquer des pièces au comportement intéressant. De plus, l'étude réalisée sur l'acier inoxydable 316L et le Fe3%Si de chez PolyMIM permet d'envisager avec confiance l'application du procédé d'impression 3D MIM-like aux autres matériaux du génie électrique. Cette opportunité est explorée au chapitre 3 via le développement d'un feedstock pour le ferrite manganèse zinc.

## 2.5 Références bibliographiques

- [1] H. Ye, X. Y. Liu, and H. Hong, "Fabrication of metal matrix composites by metal injection molding—A review," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 200, no. 1–3, pp. 12–24, May 2008, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2007.10.066.
- [2] F. Baruffi, A. Charalambis, M. Calaon, R. Elsborg, and G. Tosello, "Comparison of micro and conventional injection moulding based on process precision and accuracy," *Procedia CIRP*, vol. 75, pp. 149–154, Jan. 2018, doi: 10.1016/j.procir.2018.04.046.
- [3] D. BERNACHE-ASSOLLANT and J.-P. BONNET, "Frittage : aspects physico-chimiques - Partie 1 : frittage en phase solide," *Ref: TIP153WEB - "Travail des matériaux - Assemblage,"* Jul. 10, 2005. <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/mecanique-th7/procedes-de-fabrication-additive-42633210/frittage-aspects-physico-chimiques-af6620/> (accessed Feb. 06, 2020).
- [4] A. Royer, "Etude, caractérisations et développement de mélanges de polymères biosourcés chargés de poudre d'Inconel 718 pour l'élaboration de composants et micro-composants via moulage par injection de poudres métalliques," p. 166.
- [5] M. J. Reich, A. L. Woern, N. G. Tanikella, and J. M. Pearce, "Mechanical Properties and Applications of Recycled Polycarbonate Particle Material Extrusion-Based Additive Manufacturing," *Materials*, vol. 12, no. 10, Art. no. 10, Jan. 2019, doi: 10.3390/ma12101642.
- [6] Z. Zhou, I. Salaoru, P. Morris, and G. J. Gibbons, "Additive manufacturing of heat-sensitive polymer melt using a pellet-fed material extrusion," *Additive Manufacturing*, vol. 24, pp. 552–559, Dec. 2018, doi: 10.1016/j.addma.2018.10.040.
- [7] S. Whyman, K. M. Arif, and J. Potgieter, "Design and development of an extrusion system for 3D printing biopolymer pellets," *Int J Adv Manuf Technol*, vol. 96, no. 9–12, pp. 3417–3428, Jun. 2018, doi: 10.1007/s00170-018-1843-y.
- [8] B. V. Reddy, N. V. Reddy, and A. Ghosh, "Fused deposition modelling using direct extrusion," *Virtual and Physical Prototyping*, vol. 2, no. 1, pp. 51–60, Mar. 2007, doi: 10.1080/17452750701336486.
- [9] B. Ravisankar, E. Jaeger, M. Meißner, A. Wirtz, P. Wiederkehr, and C. Rehtanz, "Investigation of electrical power consumption of an additive process chain and empirical modelling as feature selection for machine learning algorithms," *Procedia CIRP*, vol. 99, pp. 358–363, 2021, doi: 10.1016/j.procir.2021.03.103.
- [10] K. Kellens, E. Yasa, W. Dewulf, J. P. Kruth, J. R. Dufloy, and K. U. Leuven, "ENERGY AND RESOURCE EFFICIENCY OF SLS/SLM PROCESSES," p. 16, 2011.
- [11] V. Martin *et al.*, "Low cost 3D printing of metals using filled polymer pellets," *HardwareX*, vol. 11, p. e00292, Apr. 2022, doi: 10.1016/j.ohx.2022.e00292.
- [12] Z. Chen *et al.*, "3D printing of ceramics: A review," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 39, no. 4, pp. 661–687, Apr. 2019, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2018.11.013.

- [13] T. Kurose *et al.*, "Influence of the Layer Directions on the Properties of 316L Stainless Steel Parts Fabricated through Fused Deposition of Metals," *Materials*, vol. 13, no. 11, p. 2493, May 2020, doi: 10.3390/ma13112493.
- [14] J. Damon, S. Dietrich, S. Gorantla, U. Popp, B. Okolo, and V. Schulze, "Process porosity and mechanical performance of fused filament fabricated 316L stainless steel," *RPJ*, vol. 25, no. 7, pp. 1319–1327, Aug. 2019, doi: 10.1108/RPJ-01-2019-0002.
- [15] F. Xie, X. He, S. Cao, and X. Qu, "Structural and mechanical characteristics of porous 316L stainless steel fabricated by indirect selective laser sintering," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 213, no. 6, pp. 838–843, Jun. 2013, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2012.12.014.
- [16] B. Vergnes and S. Puissant, "Extrusion - Extrusion monovis (partie 1)," *Techniques de l'ingénieur*, no. AM3650 V1, 2002.
- [17] D. R. Hinrichs and L. U. Lilleleht, "A modified melting model for plastifying extruders," *Polym. Eng. Sci.*, vol. 10, no. 5, pp. 268–278, Sep. 1970, doi: 10.1002/pen.760100504.
- [18] P. Parenti, S. Cataldo, A. Grigris, M. Covelli, and M. Annoni, "Implementation of hybrid additive manufacturing based on extrusion of feedstock and milling," *Procedia Manufacturing*, vol. 34, pp. 738–746, Jan. 2019, doi: 10.1016/j.promfg.2019.06.230.
- [19] F. Bartolomeu *et al.*, "316L stainless steel mechanical and tribological behavior—A comparison between selective laser melting, hot pressing and conventional casting," *Additive Manufacturing*, vol. 16, pp. 81–89, Aug. 2017, doi: 10.1016/j.addma.2017.05.007.
- [20] W. Wu, J. Xue, Z. Zhang, and P. Yao, "Comparative study of 316L depositions by two welding current processes," *Materials and Manufacturing Processes*, vol. 34, no. 13, pp. 1502–1508, Oct. 2019, doi: 10.1080/10426914.2019.1643473.
- [21] D. Goll *et al.*, "Additive manufacturing of soft magnetic materials and components," *Additive Manufacturing*, vol. 27, pp. 428–439, May 2019, doi: 10.1016/j.addma.2019.02.021.
- [22] C. L. Cramer *et al.*, "Binder jet additive manufacturing method to fabricate near net shape crack-free highly dense Fe-6.5 wt.% Si soft magnets," *Heliyon*, vol. 5, no. 11, Nov. 2019, doi: 10.1016/j.heliyon.2019.e02804.
- [23] T. Q. Pham, H. Suen, P. Kwon, and S. N. Foster, "Characterization of Magnetic Anisotropy for Binder Jet Printed Fe<sub>93.25</sub>Si<sub>6.75</sub>," in *2019 IEEE Energy Conversion Congress and Exposition (ECCE)*, Baltimore, MD, USA, Sep. 2019, pp. 745–752. doi: 10.1109/ECCE.2019.8913105.
- [24] M. Galati and P. Minetola, "Analysis of Density, Roughness, and Accuracy of the Atomic Diffusion Additive Manufacturing (ADAM) Process for Metal Parts," *Materials*, vol. 12, no. 24, p. 4122, Dec. 2019, doi: 10.3390/ma12244122.
- [25] B. N. Turner and S. A. Gold, "A review of melt extrusion additive manufacturing processes: II. Materials, dimensional accuracy, and surface roughness," *Rapid Prototyping Journal*, vol. 21, no. 3, pp. 250–261, Apr. 2015, doi: 10.1108/RPJ-02-2013-0017.
- [26] S. Rolere, U. Soupremanien, M. Bohnke, M. Dalmaso, C. Delafosse, and R. Laucournet, "New insights on the porous network created during solvent debinding of powder injection-molded (PIM)

parts, and its influence on the thermal debinding efficiency," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 295, p. 117163, Sep. 2021, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2021.117163.

[27] H. Gong, D. Snelling, K. Kardel, and A. Carrano, "Comparison of Stainless Steel 316L Parts Made by FDM- and SLM-Based Additive Manufacturing Processes," *JOM*, vol. 71, no. 3, pp. 880–885, Mar. 2019, doi: 10.1007/s11837-018-3207-3.

[28] M. Sadaf, M. Bragaglia, and F. Nanni, "A simple route for additive manufacturing of 316L stainless steel via Fused Filament Fabrication," *Journal of Manufacturing Processes*, vol. 67, pp. 141–150, Jul. 2021, doi: 10.1016/j.jmapro.2021.04.055.

[29] K.-T. Kim, "Mechanical performance of additively manufactured austenitic 316L stainless steel," *Nuclear Engineering and Technology*, p. S1738573321004642, Jul. 2021, doi: 10.1016/j.net.2021.07.041.

[30] W. Wu, J. Xue, L. Wang, Z. Zhang, Y. Hu, and C. Dong, "Forming Process, Microstructure, and Mechanical Properties of Thin-Walled 316L Stainless Steel Using Speed-Cold-Welding Additive Manufacturing," *Metals*, vol. 9, no. 1, Art. no. 1, Jan. 2019, doi: 10.3390/met9010109.

[31] L. Wang, J. Xue, and Q. Wang, "Correlation between arc mode, microstructure, and mechanical properties during wire arc additive manufacturing of 316L stainless steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 751, pp. 183–190, Mar. 2019, doi: 10.1016/j.msea.2019.02.078.

[32] J. A. Bas, J. A. Calero, and M. J. Dougan, "Sintered soft magnetic materials. Properties and applications," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 254–255, pp. 391–398, Jan. 2003, doi: 10.1016/S0304-8853(02)00934-4.

[33] C. Zhou, H. Jiang, C. Liu, B. Yan, and P. Yan, "Microstructure features of high performance soft magnetic alloy Fe-3 wt.% Si prepared by metal injection molding," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 273, p. 125068, Nov. 2021, doi: 10.1016/j.matchemphys.2021.125068.

[34] H. Helbling *et al.*, "Effect of industrial impregnation process on the magnetic properties of electrical steels," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 531, p. 167942, Aug. 2021, doi: 10.1016/j.jmmm.2021.167942.

[35] T. N. Lamichhane, L. Sethuraman, A. Dalagan, H. Wang, J. Keller, and M. P. Paranthaman, "Additive manufacturing of soft magnets for electrical machines—a review," *Materials Today Physics*, vol. 15, p. 100255, Dec. 2020, doi: 10.1016/j.mtphys.2020.100255.

[36] G. Bertotti, *Hysteresis in Magnetism: For Physicists, Materials Scientists, and Engineers*. 1998.

### 3 Développement d'un feedstock ferrite Manganèse Zinc

3	Développement d'un feedstock ferrite Manganèse Zinc.....	99
3.1	État de l'art.....	100
3.1.1	Ferrites magnétiques.....	101
3.1.2	Matériaux et ferrimagnétisme .....	105
3.2	Formulation pour granulés.....	110
3.2.1	Travail de formulation .....	110
3.2.2	Matière première .....	113
3.2.3	Validation du feedstock.....	114
3.2.4	Essais d'impression et déliantage chimique.....	115
3.2.5	Conclusion sur les travaux de formulation CIM-like .....	117
3.3	Formulation DLP .....	119
3.3.1	Procédé DLP : Principe résine liquide chargée.....	119
3.3.2	Prérequis au fonctionnement du feedstock.....	122
3.3.3	Granulométrie et sélection des poudres.....	124
3.3.4	Mélange et paramétrage de l'impression .....	127
3.3.5	Conclusion sur les travaux de formulation DLP.....	129
3.4	Détermination du cycle thermique .....	131
3.4.1	Détermination des paliers de températures.....	131
3.4.2	Caractérisations.....	137
3.5	Perspective : contrôle de la pression partielle en oxygène lors du frittage.....	146
3.6	Synthèse et Conclusion .....	148
3.7	Références.....	149

Les développements et les procédés d'impression 3D présentés jusqu'ici ont été mis en œuvre et validés avec des matériaux métalliques (acier inoxydable 316L et fer silicium 3%). Cette première étape indispensable a permis d'accéder à des feedstocks granulés intéressants pour le génie électrique qui ont l'avantage d'être disponibles commercialement. Par ailleurs, le procédé PIM-like permet également d'imprimer des céramiques (on utilisera CIM-like dans le cas du matériau céramique considéré dans ce chapitre). Ces dernières constituent une autre grande famille de matériaux qui intervient dans divers domaines industriels et dont la mise en forme par voie additive représente un enjeu important pour de nombreuses applications. En particulier, le génie électrique fait appel à un type de céramique magnétique très utilisée dans les applications à haute fréquence : les ferrites doux. Toutefois, aucun produit sous forme de granulés disponible à l'achat n'a pu être trouvé pour ce matériau. C'est pourquoi nous avons entrepris le développement d'un feedstock. Dans ce chapitre, nous nous intéresserons plus particulièrement au ferrite manganèse zinc (Mn-Zn) et tenterons de l'imprimer via deux procédés de mise en forme différents : Le procédé CIM-like et le procédé DLP (Digital Light Processing).

### 3.1 État de l'art

Les céramiques sont habituellement caractérisées par un procédé de fabrication qui fait intervenir une étape de mise en forme suivie d'un frittage à très haute température. Elles sont souvent employées pour leur dureté, leur haut point de fusion, ou leur biocompatibilité grâce à une bonne stabilité chimique [1]. Ainsi, ces matériaux peuvent intervenir dans des environnements sensibles ou corrosifs, l'alumine et la zircone sont par exemple très utilisées dans le domaine médical où elles sont employées pour la réalisation d'éléments de prothèses [2] ou d'implants dentaires [3], [4]. D'autres applications exploitent la faible résistance thermique de l'alumine et sa faible réactivité pour réaliser des matériaux poreux qui pourront servir de réacteurs chimiques catalytiques [5], de filtres [6] ou encore de supports pour effectuer des traitements thermiques. Les systèmes électroniques bénéficient également de l'utilisation de tels matériaux pour fabriquer des isolants électriques ou des dissipateurs de chaleur comme illustré par les travaux de Cramer et al. [7], ou encore ceux d'Ayat et al. [8] qui ont créé une bobine de cuivre encapsulée dans de l'alumine via un procédé multi-matériaux.

En outre, le domaine du génie électrique s'intéresse grandement aux ferrites depuis le début des années 70 pour la réalisation des composants d'électronique de puissance [9], [10]. Il s'agit de céramiques magnétiques qui présentent des propriétés intéressantes à haute fréquence et qui sont particulièrement utilisées pour la création d'éléments inductifs retrouvés dans les systèmes de conversion d'énergie. Le fait de fabriquer ces matériaux par voie additive présente un double intérêt. Cela permet tout d'abord de créer des formes plus complexes que celles réalisables par des procédés conventionnels. Enfin, les temps de développement et de production pour une nouvelle pièce se trouvent grandement réduits grâce à la grande flexibilité de prototypage de la fabrication additive.

Quelle que soit l'application, la fabrication rapide de pièces personnalisées et la création de topologies complexes représentent souvent la principale motivation pour la fabrication additive de matériaux céramiques [11], [12]. Diverses méthodes d'impression ont été explorées dans la bibliographie, les principales étant des techniques basées sur l'extrusion de matière comme la fabrication par filaments fondus ou le robocasting qui consiste à déposer une pâte visqueuse à l'aide d'un piston. Par exemple, le robocasting a été utilisé pour imprimer des noyaux magnétiques en ferrite à partir d'une pâte chargée en poudre et a permis de construire une inductance torique présentant plusieurs zones de perméabilités différentes pour unifier la distribution de l'induction magnétique [13]. Une technique

d'extrusion similaire a été utilisée par Peng et al. pour des matériaux magnétiquement durs en ferrite de baryum [14]. Une limite habituellement rencontrée avec ce procédé est la précision du dépôt. En effet, celle-ci est diminuée par le fait que la matière première a une faible viscosité. Pour cette raison, les géométries qui présentent des éléments en surplomb ne peuvent pas être imprimées. Une extrusion plus contrôlée peut être obtenue en utilisant un polymère thermoplastique au lieu de la résine, comme l'illustrent les travaux de Wang et al. sur les composites Ni-Zn ferrite/ABS [15] ou ceux de Gonzalez et al. [16] qui explorent différents types de feedstocks chargés. Toutefois, ces technologies restent limitées par la taille des buses, généralement proche du demi-millimètre.

On trouve également l'utilisation de technologies par projection de lumière comme la stéréolithographie, utilisée par Griffith et al. pour mettre en forme de la silice [17] ou l'impression de Zircon via DLP par He et al. [18]. Pour ces procédés, il est courant pour le DLP d'utiliser des projecteurs UV dont la taille des pixels est inférieure à 50  $\mu\text{m}$ . Par ailleurs, les résines photosensibles étant disponibles dans le commerce, il devient possible de se concentrer sur la préparation des poudres pour la formulation ainsi que sur les paramètres d'impression pour obtenir une pièce en ferrite magnétique via DLP. On trouve enfin quelques travaux utilisant un procédé direct comme le frittage laser [19].

Dans ce chapitre, l'application de deux procédés de fabrication additive au ferrite manganèse zinc est présentée. Il s'agit de deux procédés faisant intervenir une mise en forme intermédiaire suivie d'une densification. En parallèle de l'impression FGF, le procédé DLP est utilisé pour créer la pièce verte à partir d'un feedstock sous forme de résine chargée. La mise en place préalable de ces deux technologies d'impression a permis de concentrer les efforts de recherche sur le développement de feedstock. En effet, ces derniers ne sont pas disponibles commercialement pour le matériau visé.

Après un état de l'art bibliographique sur la ferrite et ses spécificités, le développement d'un feedstock granulés pour l'impression FGF est présenté. Par la suite, la technologie DLP et ses caractéristiques seront détaillées ainsi que la mise en place d'un feedstock résine. Pour finir, nous étudierons la détermination et la validation du cycle thermique, ainsi que le contrôle de l'atmosphère de frittage, éléments indispensables pour l'obtention de performances mécaniques et magnétiques.

### 3.1.1 Ferrites magnétiques

#### 3.1.1.1 Applications et enjeux

L'intégration de la fabrication additive dans la chaîne de création d'un composant peut profiter à diverses disciplines du génie électrique [20] et en particulier aux systèmes de l'électronique de puissance [21], [22]. Depuis l'apparition des premiers semi-conducteurs, les innovations dans ce secteur ont permis une amélioration importante des rendements de conversion d'énergie pour les dispositifs de forte puissance qui passe également par la fabrication de composants passifs plus performants. De plus, l'électrification croissante de nos modes de vie promet une augmentation de la nécessité de mettre en place des solutions efficaces pour ce type d'applications. Un bon exemple de cette demande est la croissance rapide de la mobilité électrique [23]. En effet, c'est un domaine qui fait intervenir à la fois des solutions de stockage, de recharge et des actionneurs qui seront tous alimentés par un système d'électronique de puissance. De manière similaire l'augmentation du nombre d'actionneurs électriques dans l'aviation civile permet d'amener une réponse aux problématiques de poids, de taille et de fiabilité pour des composants qui sont souvent redondants. En effet, au cours des vingt dernières années, l'encombrement des dispositifs de la conversion d'énergie a été considérablement réduit grâce à un rétrécissement de leurs composants passifs. Ceci

est rendu possible par une augmentation de plusieurs ordres de grandeurs des fréquences de fonctionnement, ce qui permet d'atteindre les mêmes niveaux de puissance pour un volume moindre.

Les composants inductifs sont particulièrement impactés par ce fonctionnement à haute fréquence, principalement à cause du développement de courants induits dans les éléments qui présentent une conduction électrique élevée. Par conséquent, l'utilisation d'une autre classe de matériaux que celle des métaux utilisés par l'électrotechnique classique est nécessaire. Les ferrites magnétiques en sont un bon exemple et font partie des solutions les plus couramment utilisées dans les systèmes d'alimentation modernes [24]. Il s'agit de matériaux céramiques qui présentent un comportement ferrimagnétique (à ne pas confondre avec le ferromagnétisme) et une conductivité électrique très faible. En outre, ils sont caractérisés par des niveaux d'induction et de perméabilité relative moyennement élevés (de l'ordre de 0.5T et de quelques milliers d'unités), mais peuvent conserver ces propriétés pour des fréquences s'élevant à plusieurs dizaines de mégahertz. Ils peuvent par conséquent être utilisés pour fabriquer des inductances et autres circuits magnétiques de transformation désormais communs dans tous les systèmes d'alimentation.

Qu'il s'agisse de la préparation des matériaux ou directement des procédés de mise en forme, la fabrication conventionnelle de ces composants a fait l'objet de nombreuses améliorations qui ont orienté leur production vers un modèle dédié aux très larges séries. Cette rationalisation a permis d'assurer un approvisionnement mondial massif nécessaire à la généralisation de l'utilisation des systèmes d'électronique de puissance. Naturellement, cette évolution s'est accompagnée d'une standardisation des modèles, permettant peu de souplesse lors de l'intégration dans un système complet. De plus, les procédés de mise en forme conventionnels procèdent par moulage ou pressage, ce qui limite grandement les géométries qu'il est possible de créer. Ces limites s'accompagnent aujourd'hui de temps d'approvisionnement longs qui peuvent s'étendre à plusieurs dizaines de semaines, même lorsqu'il s'agit de produire une forme classique mais avec des dimensions hors catalogue. Comme nous l'avons dit au premier chapitre, la fabrication additive peut répondre à ces défis en amenant une plus grande souplesse de fabrication et une liberté géométrique supplémentaire. Son application sera d'autant plus intéressante lorsqu'il s'agira de produire de petites séries en faisant drastiquement baisser le coût unitaire [25].

Ces enjeux de flexibilité sont particulièrement importants pour tout industriel. En effet, la fonction de prestation auprès de clients pour le développement de solutions personnalisées est freinée par la difficulté rencontrée pour créer des prototypes de noyaux magnétiques, en particulier à cause du temps que requiert l'usinage d'un moule. Par conséquent, l'objectif pour ces travaux de thèse est de parvenir à imprimer une pièce dense et qui présente un comportement magnétique proche de celui des ferrites conventionnels.

### *3.1.1.2 Fabrication conventionnelle*

Le ferrite est une famille de matériaux céramiques grandement employée pour la fabrication de noyaux magnétiques qui sont dédiés aux applications d'électronique de puissance. Les plus répandus pour ces systèmes sont les ferrites nickel zinc ( $\text{Ni}_x \text{Zn}_{1-x} \text{Fe}_2\text{O}_4$ ) et manganèse zinc ( $\text{Mn}_x \text{Zn}_y \text{Fe}_z \text{Fe}_2\text{O}_4$  avec  $x+y+z = 1$ ). Ces matériaux sont des composés ioniques qui présentent une structure cristallographique spinelle de formule générale  $\text{MeFe}_2\text{O}_4$ , où Me représente un ou plusieurs ions métalliques. La structure caractéristique des spinelles est présentée à la Figure 1. Celle-ci est formée

d'un réseau cubique à faces centrées qui, dans le cas des ferrites, est constitué d'anion<sup>1</sup> oxygène (en rouge sur la figure). Cet arrangement atomique comporte deux types de sites interstitiels (des sites tétraédriques A, en vert, et des sites octaédriques B, en bleu) dans lesquels viennent se loger les différents cations métalliques. Cette répartition héberge deux réseaux de moments magnétiques opposés, caractéristiques des matériaux ferrimagnétiques. La présence d'une aimantation résultante provient de la différence de moment magnétique entre les cations présents dans les sites octaédriques et ceux présents dans les sites tétraédriques. Dans le cas d'un ferrite manganèse zinc, les sites B ne peuvent accueillir que les ions fer et manganèse alors que les sites A peuvent accueillir les ions zinc en plus des deux premiers.

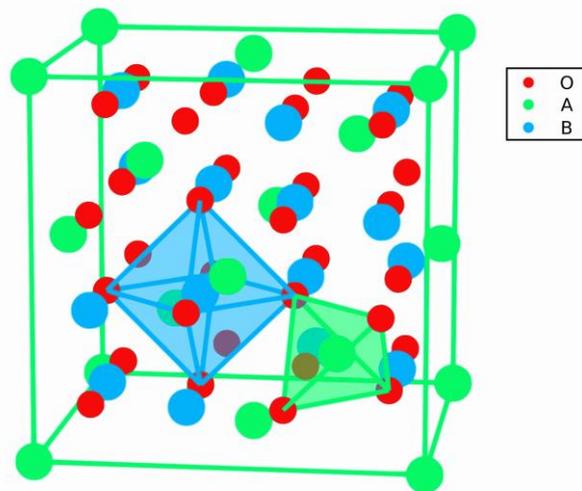


Figure 1 : Réseau spinelle caractéristique des ferrites Mn Zn

Différents procédés de fabrication existent pour synthétiser et mettre en forme les ferrites. Les composants inductifs que l'on considère ici sont fabriqués grâce aux techniques dites de « Conventional Ceramic Technique ». Les différentes étapes qui les composent sont détaillées sur la Figure 2. Après plusieurs traitements qui permettent de produire et de préparer les poudres, celles-ci sont le plus souvent pressées dans un moule pour créer la forme désirée. Une faible quantité de liant est ajoutée à la matière afin d'assurer le maintien mécanique de cette pièce verte jusqu'à ce qu'elle soit densifiée par frittage. Enfin, il est possible de reprendre la géométrie des pièces pour satisfaire les diverses exigences dimensionnelles. Au-delà du respect des ajustements pour permettre l'intégration dans un système, le réglage de l'épaisseur et de l'état de surface de l'entrefer est un point crucial pour le fonctionnement du composant. Cette dimension est souvent reprise par polissage pour atteindre une précision d'un centième de millimètre afin d'effectuer un réglage précis de la valeur d'inductance.

Avant les opérations de mise en forme, plusieurs étapes sont nécessaires à l'obtention d'une poudre « prête à presser » et certains points sont indispensables au bon fonctionnement du frittage. Le déroulement de cette préparation est détaillé sur la Figure 2 [26]. Un premier aspect critique consiste en la synthèse de la phase spinelle à partir des matières premières. Il s'agit de poudres contenant les oxydes des différents éléments constitutifs du ferrite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MnO}$  et  $\text{ZnO}$  dans notre cas). Pour

<sup>1</sup> Un anion est un ion de charge électrique négative. C'est un atome qui a gagné un ou plusieurs électrons. À l'inverse, un cation a une charge électrique positive.

provoquer cette réaction, les éléments précurseurs sont mélangés dans les proportions désirées et soumis à un traitement thermique appelé le chamottage. Celui-ci va permettre la formation en phase solide d'une partie de la phase spinelle en maintenant les réactifs à température élevée (entre 900 et 1100°C selon le type de ferrite) et sur une durée de deux à quatre heures [27]. Ceci facilitera l'obtention du matériau final lors du frittage. Cette étape permet également de brûler d'éventuelles impuretés et de réduire le retrait lié au frittage, cependant elle aura un effet important sur les propriétés finales du matériau comme rapporté par Su et al. [28]. Une étape supplémentaire de broyage est ensuite nécessaire pour défaire les agglomérats qui se seront formés et ainsi garder une poudre qui présente une faible granulométrie et donc une réactivité importante [29]. Il est également important de contrôler la répartition granulométrique des poudres. En effet, la bibliographie rapporte qu'une distribution bimodale est optimale pour favoriser la croissance des grains lors du frittage. De plus, l'utilisation d'une poudre assez fine, dont la distribution est peu dispersée, est nécessaire pour que le produit pressé retienne tous les détails du moule et qu'il puisse maintenir sa forme jusqu'au frittage.

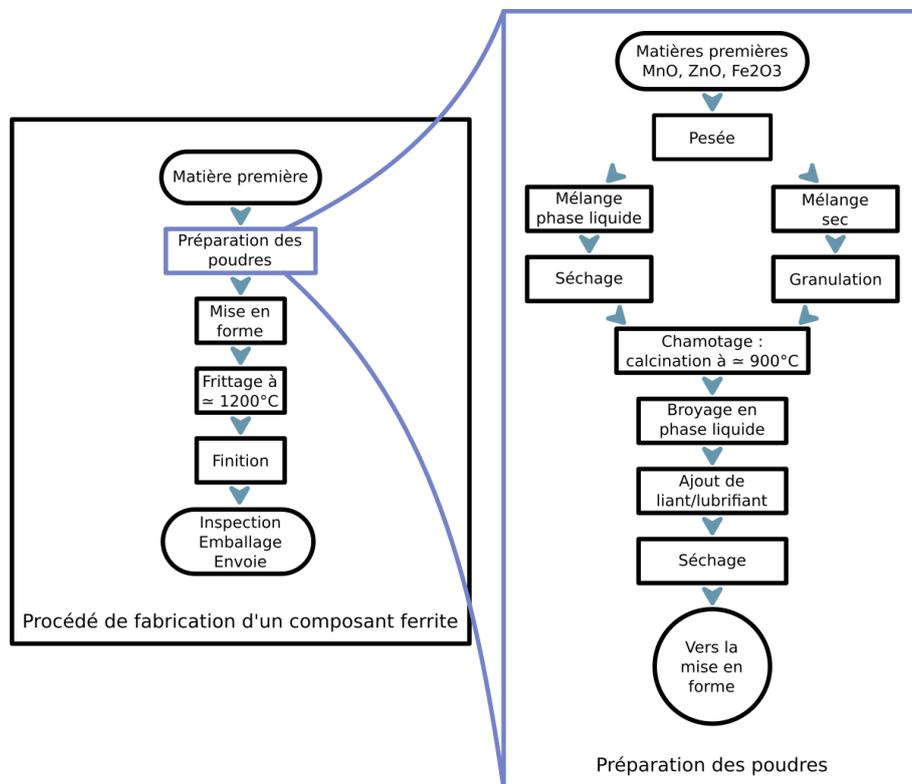


Figure 2 : Procédé de fabrication conventionnelle d'une pièce en ferrite magnétique à partir de poudre, par pressage et frittage.

Cette méthode conventionnelle est limitée dans les géométries qu'elle peut produire car la mise en forme se fait par moulage. Cependant des modèles aux formes très variées sont d'ores et déjà produits de cette façon grâce au développement de moules complexes. En plus de pouvoir déployer de très grandes séries, cette méthode est en mesure de proposer des pièces très fines (certains noyaux comportent des éléments de l'ordre du millimètre et n'en mesurent qu'une dizaine) et ce avec une grande répétabilité. Par conséquent, l'application de la fabrication additive a ici un objectif complémentaire : elle permettra d'accélérer les temps de développement et d'apporter une réponse à des problèmes spécifiques.

### 3.1.2 Matériaux et ferrimagnétisme

Pour bien situer les enjeux du frittage qui seront présentés par la suite, rappelons succinctement le comportement d'un matériau magnétique et plus précisément les spécificités du ferrimagnétisme.

#### 3.1.2.1 Moment magnétique

Un atome est formé d'un noyau autour duquel gravitent des électrons. Chacun de ces électrons est porteur de deux moments magnétiques qui résultent de ses mouvements. Le moment magnétique orbital d'une part, qui est dû aux déplacements de l'électron autour du noyau ; et le moment magnétique de spin d'autre part, qui peut être représenté par la rotation de l'électron sur lui-même. La somme des moments magnétiques de l'ensemble des électrons qui forment le nuage électronique de l'atome constitue un moment global appelé le moment magnétique atomique (Figure 3).

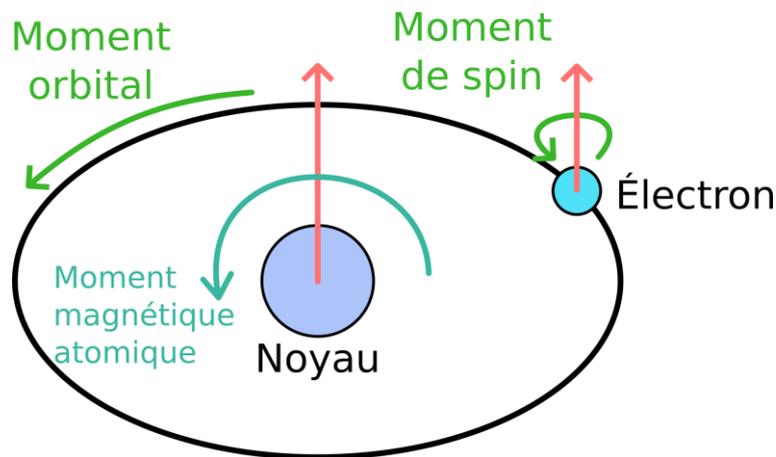


Figure 3 : Moment magnétique

Chaque atome peut être considéré comme un dipôle magnétique (autrement dit un aimant) dont l'orientation peut varier. Le champ magnétique qu'il produit va interagir à la fois avec celui des autres atomes qui l'entoure, et avec tout champ magnétique extérieur qui pourrait être appliqué. Il faut noter que bien que celui-ci interagisse avec le réseau cristallin, l'orientation du moment magnétique d'un atome n'est pas nécessairement identique à celle du grain de matière dans lequel il se trouve. Enfin, les éléments atomiques qui présentent un moment magnétique non nul sont ceux qui possèdent des électrons non appariés sur leur couche électronique externe. En effet, le moment magnétique des autres électrons s'annule puisque ceux-ci s'associent par paires de spins de sens opposés. Les éléments concernés sont par exemple les métaux de transition (Ti, Cr, V, Mn, Fe, Co, Ni, Zn). La Figure 4 présente le remplissage des sous-couches électronique du manganèse, du fer et du zinc ainsi que de de leurs ions. Seules les sous-couches incomplètes 4s et 3d sont représentées, ce sont ces atomes qui influent sur le moment magnétique global de l'élément.

#### 3.1.2.2 Ordre magnétique

On peut caractériser énergétiquement l'interaction de nature magnétique qui intervient entre deux atomes voisins. Pour cela on utilise l'énergie d'échange [30] définie par  $E_{ech} = -2 \cdot I_{ech} \cdot \vec{S}_i \cdot \vec{S}_j$ . Avec  $I_{ech}$  l'intégrale d'échange et  $\vec{S}_i$  et  $\vec{S}_j$  les moments magnétiques atomiques. Pour minimiser cette quantité, deux dipôles magnétiques auront tendance à s'aligner. De proche en proche, on voit apparaître un ordre magnétique qui va se propager dans la matière. Cette organisation va former des zones dans lesquelles tous les moments magnétiques seront alignés comme le montre la Figure 6. On

peut alors observer une aimantation moyenne mésoscopique même en l'absence d'une excitation magnétique externe, c'est le ferromagnétisme. Ces zones sont appelées domaines de Weiss. Les interfaces qui séparent deux domaines d'orientation magnétique différente sont appelées des parois de Bloch. La Figure 5 schématise la structure d'un matériau ferromagnétique en faisant apparaître les domaines magnétiques de Weiss, séparés par les parois de Bloch, au sein des grains de matière [30]. Comme le montre la Figure 7, les parois de Bloch sont des zones de transition d'une épaisseur de quelques atomes au sein desquelles les moments passent d'une orientation à l'autre.

	4s	3d				
30 65.39 <b>Zn</b> Zinc Métaux de transition [Ar] 3d <sup>10</sup> 4s <sup>2</sup>	↑↓	↑↓	↑↓	↑↓	↑↓	↑↓
28 65.39 <b>Zn</b> <sup>2+</sup> Zinc Métaux de transition [Ar] 3d <sup>10</sup> 4s <sup>2</sup>	□	↑↓	↑↓	↑↓	↑↓	↑↓
26 55.85 <b>Fe</b> Fer Métaux de transition [Ar] 3d <sup>6</sup> 4s <sup>2</sup>	↑↓	↑↓	↑	↑	↑	↑
23 55.85 <b>Fe</b> <sup>3+</sup> Fer Métaux de transition [Ar] 3d <sup>5</sup> 4s <sup>2</sup>	□	↑	↑	↑	↑	↑
25 54.94 <b>Mn</b> Manganèse Métaux de transition [Ar] 3d <sup>5</sup> 4s <sup>2</sup>	↑↓	↑	↑	↑	↑	↑
23 54.94 <b>Mn</b> <sup>2+</sup> Manganèse Métaux de transition [Ar] 3d <sup>5</sup> 4s <sup>2</sup>	□	↑	↑	↑	↑	↑

Figure 4 : Configurations électroniques de la couche externe des cations du ferrite Mn-Zn

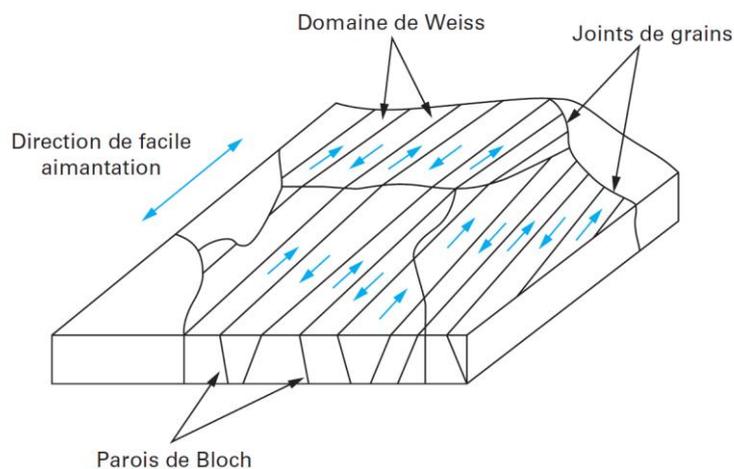


Figure 5 : Domaine magnétique de Weiss d'un acier Fe3%Si [30]

### Chapitre 3 : Développement d'un feedstock ferrite Manganèse Zinc

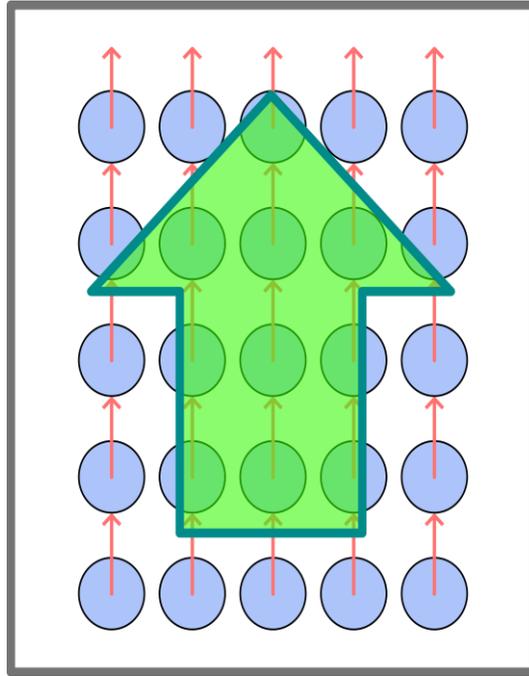


Figure 6 : Arrangement des moments magnétiques atomiques dans un matériau ferromagnétique et aimantation résultante

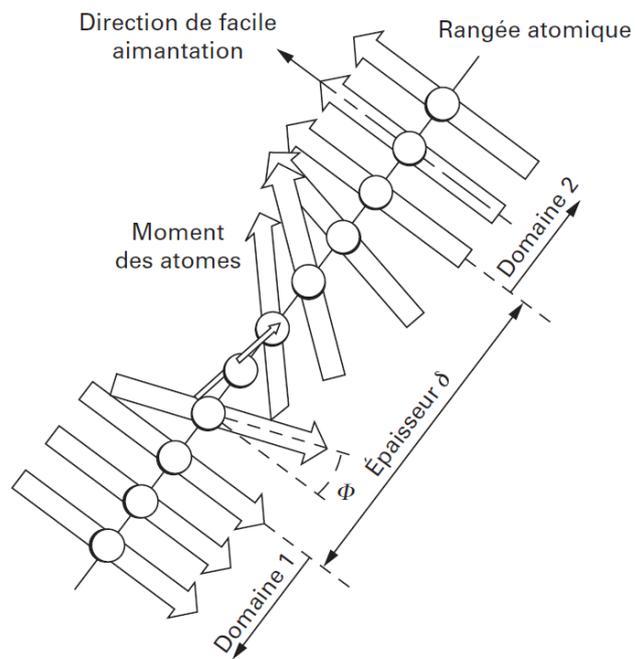


Figure 7 : Parois de Bloch [30]

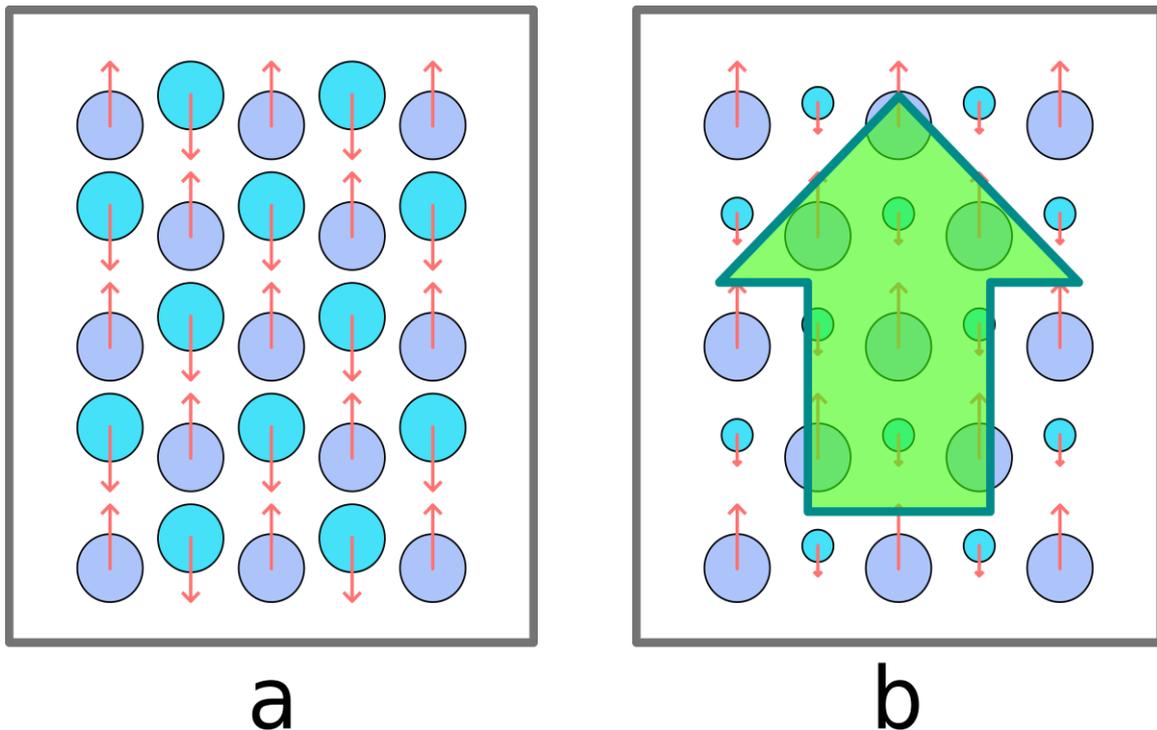


Figure 8 : Arrangement des moments magnétiques atomiques dans un matériau antiferromagnétique (a) et ferrimagnétique (b)

Sous l'effet d'un champ magnétique externe, les différents domaines magnétiques auront tendance à s'orienter de la même façon que ce champ. À l'échelle macroscopique, on observe une aimantation résultante du matériau dans le sens moyen des moments magnétiques de domaine. Le matériau est alors aimanté. Après la suppression du champ externe, les interactions entre atomes gênent le retour des moments magnétiques et donc le retour des domaines vers la configuration initiale. Au repos, on observe ainsi la conservation d'une structure en domaines magnétiques dont l'aimantation moyenne n'est pas nulle. Le matériau possède alors une aimantation résiduelle intrinsèque.

On parle d'antiferromagnétisme lorsqu'il existe deux sous réseaux atomiques dont les orientations des moments magnétiques respectifs sont opposées. En effet, pour minimiser l'énergie d'échange, deux atomes proches peuvent également être alignés anti-parallèlement. Dans le cas où les deux sous réseaux sont porteurs de moments magnétiques de même valeur, ils se compensent, et l'aimantation globale du matériau est nulle (Figure 8.a). On peut donner l'exemple du chrome et de certaines céramiques. Si on considère un matériau antiferromagnétique mais que l'un des réseaux présente un moment magnétique plus important que le second, alors l'aimantation résultante n'est pas nulle (Figure 8.b) et le matériau est qualifié de ferrimagnétique.

Dans la phase spinelle du ferrite, les deux réseaux d'aimantation sont constitués par les ions en insertion dans les deux types de sites. Un réseau pour les sites octaédriques et un autre pour les sites tétraédriques. L'aimantation magnétique résultante dépend de la différence entre les moments magnétiques provenant des deux réseaux. Les propriétés magnétiques observées sont donc impactées par la nature des éléments d'alliage et par leur proportion. Le Tableau 1 présente les moments magnétiques résultant pour différents types de cation en insertion.

### Chapitre 3 : Développement d'un feedstock ferrite Manganèse Zinc

Tableau 1 : Aimantation à saturation à 0 K en magnéton de Bohr ( $\mu_B$ ) par unité de formule pour les principaux ferrites simples à structure spinelle [29]

Ferrite	Cations en site A	Cations en site B	Moment magnétique site A	Moment magnétique site B	Moment calculé (Néel) ( $\mu_B$ )	Moment observé ( $\mu_B$ )
MnFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	Fe <sup>3+</sup> / Mn <sup>2+</sup>	Mn <sup>2+</sup> / Fe <sup>3+</sup>	5	5+5	5	4.6
FeFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	Fe <sup>3+</sup>	Fe <sup>2+</sup> / Fe <sup>3+</sup>	5	4+5	4	4.1
CoFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	Fe <sup>3+</sup>	Co <sup>2+</sup> / Fe <sup>3+</sup>	5	3+5	3	3.7
LiFe <sub>5</sub> O <sub>8</sub>	Fe <sup>3+</sup>	Li <sup>+</sup> / Fe <sup>3+</sup>	5	0+7.5	2.5	2.6
NiFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	Fe <sup>3+</sup>	Ni <sup>2+</sup> / Fe <sup>3+</sup>	5	2+5	2	2.3
CuFe <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	Fe <sup>3+</sup>	Cu <sup>2+</sup> / Fe <sup>3+</sup>	5	1+5	1	1.3

Différents travaux de la bibliographie étudient l'évolution des performances magnétiques des ferrites en fonction de leur composition [31] ou des conditions de frittage [32]–[34]. Lors de la préparation de ces matériaux, il est possible d'y ajouter certains éléments dopants en faibles quantités afin d'améliorer les performances de certaines propriétés telles que la perméabilité initiale, les pertes magnétiques ou la résistivité du matériau [35], [36].

## 3.2 Formulation pour granulés

Afin de réutiliser les développements du procédé MIM-like présentés au chapitre 2, des feedstocks sous forme de granulés chargés en poudres de ferrite ont été produits. Pour cela, différentes formulations polymères ont été réalisées à l'aide d'une extrudeuse bi-vis. Ces mélanges ont ensuite été soumis à des tests d'imprimabilité, de déliantage et de frittage.

### 3.2.1 Travail de formulation

Le développement d'un feedstock pour le procédé CIM-like doit être mené en considérant les différentes étapes de fabrication. La formulation doit tout d'abord être imprimable par la machine qui a été développée. Il doit présenter un point de fusion relativement bas et une viscosité compatible avec le procédé par dépose de fil fondu. Les granulés doivent évidemment avoir une taille adaptée mais également rester relativement similaires pour assurer un comportement continu et prévisible de l'extrusion lors de l'impression. Enfin, l'homogénéité du mélange est un facteur essentiel pour éviter la formation de défauts qui dégraderaient la pièce lors du frittage.

Pour réaliser le mélange des trois ingrédients du feedstock (liant primaire, liant secondaire et poudre), une extrudeuse bis vis Process 11 de la marque Fischer Scientific a été utilisée. La machine et l'ensemble des éléments sont représentés sur la Figure 9.a. Cet équipement fait partie du laboratoire Unité de Catalyse et de Chimie du Solide (UCCS) qui nous a permis de l'utiliser par l'intermédiaire de Jérémy Dhainaut, Chargé de recherche au CNRS ; et de Sébastien Royer, Professeur des Universités à l'université de Lille. Pour la mise en place de nos premiers essais, nous avons bénéficié de l'aide précieuse de Fanny Bonnet, Directrice de Recherche CNRS ; Serge Bourbigot, Professeur des Universités à Centrale Lille Institut ; et Pierre Bachelet, Ingénieur d'Etudes à Centrale Lille Institut. Tous trois sont membres de l'Unité Matériaux et Transformations (UMET) et nous ont permis de rapidement prendre en main les équipements et de mieux cerner les problématiques liées à la formulation. L'ensemble des travaux de formulation, les essais d'impression et les tests de déliantage ont été menés avec l'aide de Roxanne Baron dans le cadre de ses travaux de stage de fin d'étude soutenu financièrement par la Fédération Lilloise de Mécanique (FLM), le LaMcube et l'UMET ; ainsi qu'avec l'aide de Arthur Dewilde dans le cadre de son stage de césure au L2EP.

La Process 11 est une machine dédiée à la formulation des polymères pour des quantités intermédiaires de l'ordre du kilogramme. L'extrusion du matériau fondu est réalisée grâce à deux vis placées l'une à côté de l'autre et qui tournent dans le même sens. Différentes zones sont placées tout au long de la vis d'extrusion. Des zones de convoyage (cadre rouge sur la Figure 9.b) permettent de créer une augmentation de pression grâce à leur forme hélicoïdale pour faire progresser la matière. En plus de cela, des zones de cisaillement (cadre bleu) ont pour but d'homogénéiser le mélange grâce à leur forme perpendiculaire à la direction d'extrusion. Ces vis sont situées dans un compartiment dont la température est contrôlée via huit secteurs de chauffe. Chacune d'entre elles est capable d'atteindre jusqu'à 250°C et un circuit froid alimenté par un cryostat permet d'appliquer des gradients de température importants entre deux secteurs. L'utilisateur peut donc régler le profil de température le plus adapté aux produits à extruder.

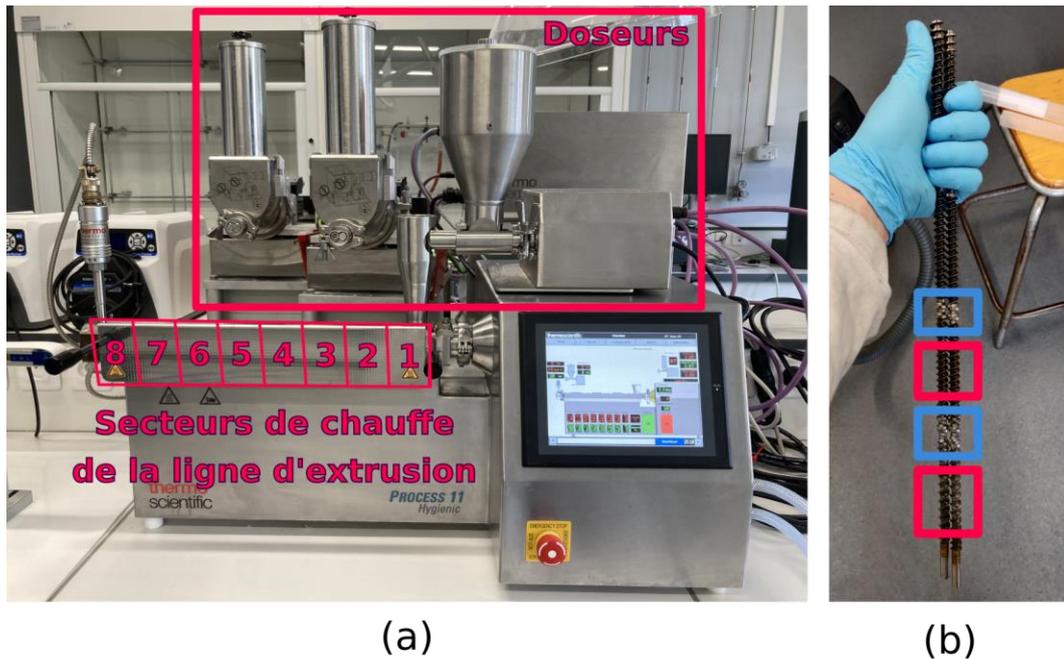


Figure 9 : (a) Extrudeuse bi-vis Process 11

(b) Vis d'extrusion : Zone de cisaillement pour améliorer l'homogénéité du mélange (en bleu) et zone de convoyage (en rouge)

(c) Jonc extrudé à partir pour une formulation ferrite

L'insertion des matériaux se fait par plusieurs trémies qui peuvent être placées à différents endroits en fonction de la position des éléments de mélange sur la vis. Au-dessus de celles-ci sont positionnés deux doseurs, pilotés en vitesse, qui imposent un débit constant en poussant les éléments du mélange à l'aide d'une vis sans fin. Au niveau des doseurs, les matériaux sont à l'état solide et peuvent être utilisés sous forme de granulés, de flocons ou de poudres fines. L'obtention des proportions désirées pour une formulation, comme par exemple le taux de charge, se fait en réglant le rapport des débits entre chaque doseur. Ceux-ci sont préalablement calibrés pour faire le lien entre la consigne de vitesse de rotation de l'extrudeuse et la masse de matériau réellement extrudée.

Pour réaliser notre formulation, il a d'abord été choisi d'assigner un doseur par élément de la formulation : un premier pour le liant primaire, un second pour le liant secondaire et le polymère de mouillage et enfin un doseur pour les poudres. Cependant, l'ajout d'une trémie revient à créer une ouverture sur le passage des éléments fondus. A cet endroit, l'augmentation de pression est perdue et les éléments déjà fondus ont une forte tendance à sortir et à créer un bouchon en refroidissant, ce

qui empêche l'ajout d'un produit supplémentaire. Pour réduire ce problème, nous avons finalement choisi de mélanger à l'avance les différents éléments polymères pour qu'ils soient directement insérés ensemble au début de la vis par le premier doseur. Pour cela, les masses de granulés sont introduites de manière à respecter le bon rapport puis mélangé à la main. Seul un second doseur est utilisé pour ajouter la poudre de ferrite après la première zone de mélange. Il n'y a donc moins d'ouverture sur la ligne d'extrusion.

Le diamètre du jonc récupéré en sortie de l'extrudeuse est contrôlé par le diamètre de la buse. La Figure 9.c présente la sortie de l'extrudeuse. Il est directement déposé sur un tapis roulant qui permet de l'étaler, sans le déchirer, pour le faire refroidir au fur et à mesure qu'il est extrudé. Une fois refroidi, il présente un comportement solide mais fragile qui permet de le passer dans une granuleuse comme le présente la Figure 10. La vitesse de rotation de l'élément coupant par rapport à l'avance du jonc détermine la hauteur des granulés cylindriques.



Figure 10 : Granuleuse

Le premier objectif de ces essais de formulation est d'obtenir des granulés homogènes avec un taux de charge le plus élevé possible. En effet, bien qu'un feedstock peu chargé soit plus simple à imprimer, les étapes de déliantage et de frittage seront, quant à elles, plus complexes à réaliser, principalement à cause de la quantité importante de liant à éliminer et du fort retrait volumique que subira la pièce. A l'inverse, lors de l'extrusion, l'ajout de poudre modifie grandement le comportement rhéologique et thermique du mélange. Il augmente sa viscosité et la capacité thermique du matériau tout en réduisant la cohésion du produit. Pour des concentrations de poudre trop élevées, ceci se traduit par un jonc qui se déchire dès qu'il est extrudé et qui ne peut donc pas être granulé. Le réglage du profil de température a lui aussi un impact non négligeable. Une température trop basse ne permet pas d'obtenir un mélange homogène et augmente grandement la viscosité des polymères qui peuvent alors bloquer la vis. A l'inverse, si la matière est trop chaude, il n'est pas possible de récupérer un jonc manipulable car celui-ci est trop liquide et ne peut pas être étalé pour refroidir. Le profil qui a été choisi chauffe donc la matière progressivement afin de favoriser le mélange. La Figure 11 présente le profil de température utilisé pour les différentes sections. La température augmente depuis la première trémie et jusqu'à la dernière zone de cisaillement, proche de l'insertion du ferrite. La température diminue ensuite au niveau de la buse de sortie (secteur 8) pour obtenir un filament de matière suffisamment visqueuse.

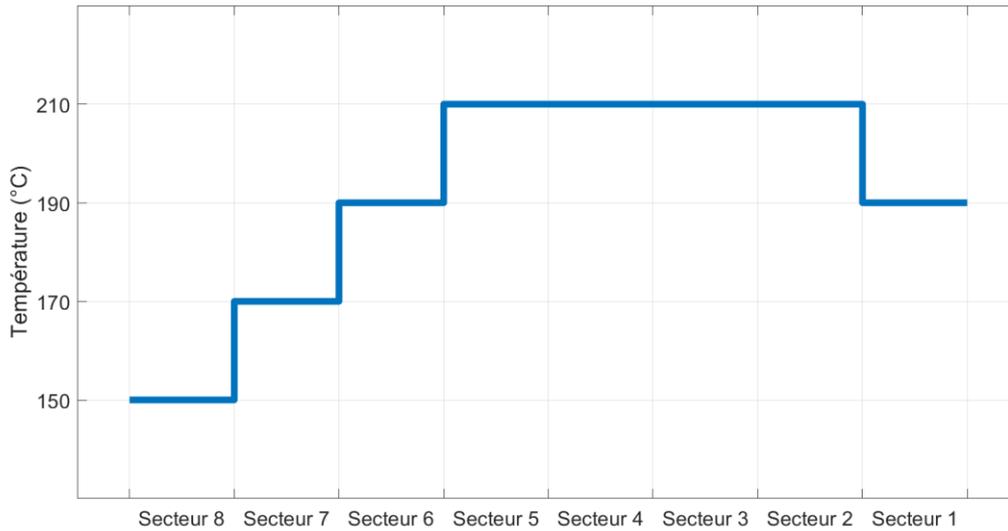


Figure 11 : Profil de températures de la ligne d'extrusion

Ces réglages sont faits de manière empirique en observant d'une part l'aspect et le comportement du produit extrudé et d'autre part en suivant les paramètres de couple imposé sur le moteur et de pression dans la filière d'extrusion. Ceux-ci permettent d'observer une augmentation rapide de la viscosité ou la formation d'un bouchon. Finalement, il a été possible de régler les différents débits de matière pour produire de manière stable un jonc chargé. Différents taux de charge ont pu être formulés, allant de 30% à 50% volumique. Plus le taux de charge est faible et plus la formulation est facile à réaliser. En effet, le mélange est peu visqueux et présente une bonne cohésion qui permet de former un jonc en sortie de buse. Malheureusement, un taux de charge trop faible occasionnera un fort retrait lors du frittage et on préfère chercher à produire un feedstock le plus chargé possible. Cependant, un mélange avec une fraction en poudre de 50 % oblige à travailler en limite d'extrusion et la machine peut se bloquer inopinément pour les raisons énoncées. Ceci réduit l'efficacité du travail de formulation et risque de créer un feedstock dont la charge n'est pas homogène pour chaque granulé. Finalement, les feedstocks granulés utilisés par la suite sont chargés à 30% ou 40% volumique. Les différents mélanges réalisés sont résumés dans la section 3.2.4.

#### 3.2.2 Matière première

Pour notre application, un mélange de polymères utilisés habituellement pour l'impression 3D a été formulé. De l'acide polylactique (PLA) et de l'alcool polyvinylique (PVOH) ont été dosés en quantités égales, le premier comme liant squelette, le second comme liant secondaire soluble dans l'eau. D'autres liants ont également été essayés, en particulier à partir de polypropylène (PP) et de polyéthylène glycol (PEG), deux polymères utilisés couramment dans des formulations pour les procédés d'injection de poudres [37]. Ceux-ci ne seront pas abordés car l'ensemble du procédé n'a été mené qu'avec la formulation PLA/PVOH/ferrite. La poudre utilisée dans ces formulations est un produit du fabricant Ferroxcube (FMS 0.05) destiné au procédé céramique conventionnel présenté précédemment et visible sur la Figure 12. Il s'agit d'un ferrite Mn Zn dont la composition est présentée au Tableau 2. La granulométrie de la poudre, visible sur la Figure 13, s'étend de 1 à 100 microns avec un  $d_{10}$  de  $4\mu\text{m}$  et un  $d_{90}$  de  $62\mu\text{m}$ . Sa masse volumique mesurée à l'aide d'un pycnomètre est de  $5.0579 \pm 0.019 \text{ g/cm}^3$ . Les masses volumiques considérées pour le PLA et le PVOH sont respectivement  $1.25 \text{ g/cm}^3$  et  $1.2 \text{ g/cm}^3$ .

Tableau 2 : Composition de la poudre de ferrite

Élément	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	MnO (%)	ZnO (%)
Proportion	71.0 ± 3.0	20.7 ± 2.0	8.3 ± 2.0



Figure 12 : Poudre de ferrite

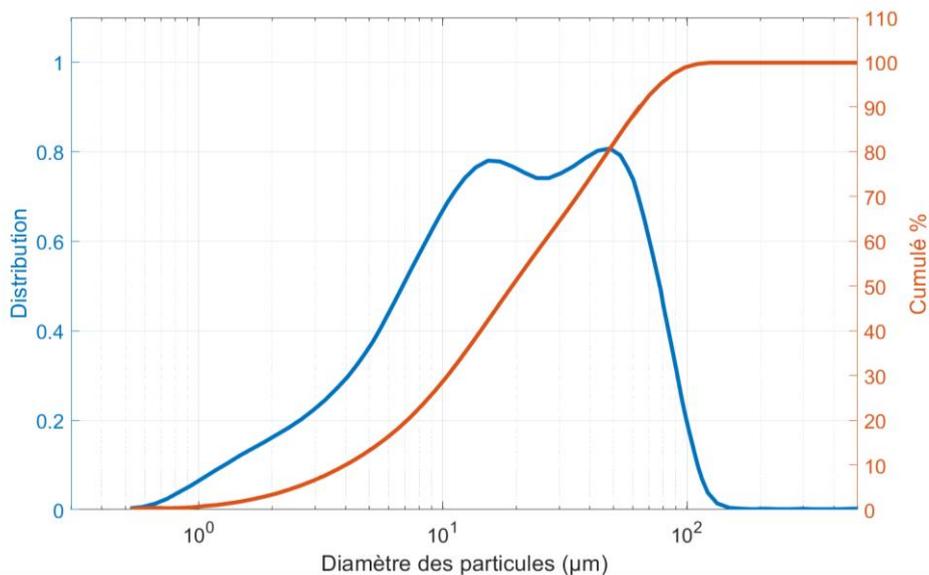


Figure 13 : Analyse granulométrique de la poudre de ferrite Ferritox

### 3.2.3 Validation du feedstock

Pour que le procédé MIM-like ou CIM-like puisse fonctionner, le feedstock doit répondre à plusieurs critères en lien avec les différentes étapes du procédé, le premier étant qu'il soit imprimable. Certaines études de la bibliographie étudient le comportement rhéologique de ce type de matière pour les procédés d'injection ou d'impression. Duty et al. [38] propose par exemple de lier les différentes grandeurs physiques qui caractérisent une matière viscoélastique à plusieurs critères mathématiques qui permettront de déterminer son imprimabilité. Une mise au point efficace du feedstock consisterait donc à réaliser de petites quantités de compositions différentes et à les évaluer en amont des premières impressions afin de trouver les meilleures proportions pour concilier imprimabilité et taux

de charge élevé. Cependant, dans la plupart des cas, la préparation du type de feedstock étudié ici ne peut se faire que pour des quantités relativement importantes. En effet, lors de la formulation, la mise en place d'un débit stable pour un mélange donné, requiert de laisser le processus atteindre un régime stationnaire. Le convoyage des polymères et des poudres par les vis d'extrusion prend plusieurs dizaines de secondes. Par exemple, on n'observe l'impact de la modification des débits des doseurs que plusieurs minutes après le réglage. Par conséquent, une fois un mélange stable atteint, il est préférable de produire une quantité importante de feedstock qui permettra d'imprimer plusieurs pièces. Les différents travaux d'extrusion que nous avons réalisés ont produit entre 500 g et 1 Kg par journée d'extrusion. Cependant, la mise en place d'essais d'impression nous est très facile grâce à la chaîne d'impression présentée précédemment. Il est donc plus souhaitable de soumettre directement le feedstock à différents essais d'impression qui permettront d'identifier les paramètres adéquats. De plus, l'extrudabilité du matériau est déjà validée par la formation d'un jonc correct lors de l'étape de formulation qui se fait dans des conditions de températures et de débits proches de celles de l'impression. Finalement, le réglage de l'impression de matériaux complexes ne se résume pas à identifier la température de fusion et la viscosité du matériau. D'autres aspects, tels que l'identification du débit, les variations d'extrusion ou les consignes de rétraction représentent des temps de préparation incompressibles et doivent être paramétrés pour une imprimante donnée.

#### 3.2.4 Essais d'impression et déliantage chimique

Certains des polymères employés pour la formulation des granulés sont souvent utilisés en impression 3D filament, en particulier le PLA et le PVOH. La détermination des paramètres d'impression s'est donc faite aisément en utilisant de petits parallélépipèdes comme pièce de calibration (Figure 14). Cette forme a également été sélectionnée pour garder une faible épaisseur et évaluer le déliantage chimique dans des conditions similaires à celles préconisées pour les feedstocks PolyMIM. Hormis une différence de réglage de débit pour les formulations ayant différentes charges, tous les feedstocks granulés que nous avons formulés présentent une très bonne imprimabilité et une faible viscosité malgré la charge en poudre. En outre, les difficultés d'adhérence entre couches, mentionnées précédemment pour les granulés PolyMIM, ne se sont pas du tout manifestées.

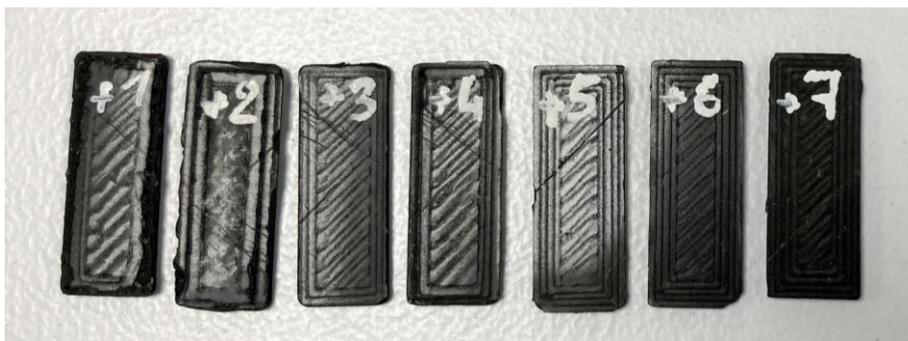


Figure 14 : Échantillons utilisés pour calibrer l'impression et le déliantage chimique

Par la suite, les mêmes échantillons ont été soumis à différents essais de déliantage dans de l'eau. La principale difficulté a résidé dans le fait qu'une partie des poudres de ferrite se détachait de l'échantillon et partait avec le polymère soluble. En effet, des résidus de la couleur du ferrite, visible sur la Figure 15, ainsi qu'une perte de masse trop importante pour être uniquement due au polymère sont observés. Pour pallier cette difficulté, il est décidé de réaliser un mélange en deux fois.

Premièrement, on réalise un master batch à l'aide de l'extrudeuse, c'est à dire une formulation PLA + poudre de ferrite. Ce premier mélange est granulé puis utilisé pour réaliser un deuxième mélange, en passant une seconde fois dans l'extrudeuse et en y ajoutant le liant secondaire PVOH. Cela a pour but d'empêcher que des grains de poudre ne soient liés qu'avec le polymère soluble. La proportion de liant secondaire a également été diminuée pour tenter de diminuer la présence de défauts tels que les délaminages importants qui ont pu être observés sur les premiers échantillons. La quantité importante de PVOH présent dans la matrice avait aussi causé des déformations de warping.



Figure 15 : Résidus de matière après déliantage, visiblement constitués de ferrite

Les différents mélanges effectués avec un master batch sont résumés dans le Tableau 3. Finalement ces actions ont eu un effet bénéfique sur la qualité du déliantage et ont permis d'obtenir des échantillons parés pour le cycle thermique.

Tableau 3 : Composition des formulations réalisées pour un feedstock de granulés chargés en ferrite (% volumique)

Mélanges simples			Mélanges avec Master Batch		
PLA	PVOH	Ferrite	PLA	PVOH	Ferrite
<b>30 %</b>	<b>30 %</b>	<b>40 %</b>	31.5 %	40 %	28.5 %
25.65 %	25.65 %	48.7 %	<b>42 %</b>	<b>20 %</b>	<b>38 %</b>

Le temps nécessaire ainsi que la température du déliantage ont été déterminés par essais successifs sur les mêmes pièces et en intensifiant ces deux paramètres sans toutefois atteindre des températures qui pourraient commencer à ramollir la matrice polymère. L'enchaînement des essais est résumé sur la Figure 16.

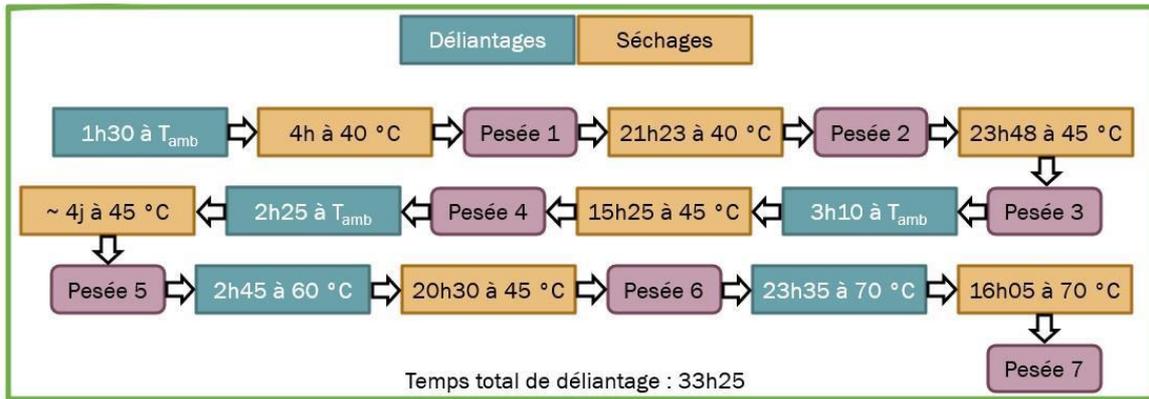


Figure 16 : Essais de déliantage successifs en vue d'obtenir les conditions les plus efficaces

La dissolution du polymère soluble est faite par une pesée entre chaque étape. Dans le cas de la formulation PLA/PVOH/ferrite, il a été possible de retirer entre 60 et 80% de la masse de PVOH avec les conditions finales déterminées. On retient finalement un déliantage de 10 h à 70°C pour les mélanges simple et Master Batch.

### 3.2.5 Conclusion sur les travaux de formulation CIM-like

Les différents essais de formulation ont permis d'obtenir des feedstocks pour différents teneurs de liant et de poudre. Ces mélanges peuvent être imprimés assez facilement à l'aide de l'imprimante pour granulés qui a été développée. Les principales difficultés rencontrées résident dans la réalisation d'un jonc solide qui peut être granulé tout en atteignant un taux de charge élevé, ainsi que dans la perte de poudres de ferrite lors du déliantage. Une solution à ce deuxième point a pu être apportée grâce à l'utilisation d'un mélange en deux étapes qui a pour but de favoriser la cohésion entre les grains de poudre et le liant primaire. La fabrication de petites pièces a permis de vérifier l'imprimabilité et de réaliser les tests de déliantage. Par la suite, ces pièces seront utilisées pour mettre en place l'étape de frittage. Enfin, des tores tels que celui présenté sur la Figure 17 sont également imprimés en prévision des essais de caractérisation magnétique. Bien que les 4 feedstocks obtenus aient été utilisés pour produire des pièces, les formulations PLA 30%/PVOH 30%/Ferrite 40% par mélange simple et PLA 42%/PVOH 20%/ Ferrite 38% par master batch sont celles qui ont pu être produites dans les plus grandes quantités et ont permis d'effectuer le plus d'essais. En effet, elles représentent un bon compromis entre facilité de formulation et taux de charge.



*Figure 17 : Pièce verte imprimée avec une formulation granulée chargé à 40% en ferrite (mélange simple)*

### 3.3 Formulation DLP

En parallèle de la préparation de granulés chargés, il a été décidé d'entreprendre la mise en place d'un procédé d'impression complémentaire qui utilise un feedstock sous forme de résine liquide. La plus connue de ces technologies, appelée SLA ou « Stéréolithographie », a été l'une des premières solutions de fabrication additive à être développées au milieu des années 80 [39]. Elle se caractérise par l'utilisation de polymères thermodurcissables mis en forme par réticulation d'une résine lorsque celle-ci est éclairée avec un rayonnement Ultra-Violet (UV). Dans le cas des machines SLA, ce rayonnement prend la forme d'un laser dont le parcours va dessiner les couches horizontales successives de l'objet. Pour nos travaux, une méthode similaire est employée à l'aide d'une imprimante DLP (Digital Light Processing) pour laquelle l'image des différentes tranches est projetée par une matrice de LED. L'utilisation de résines chargées en poudre a été explorée par plusieurs auteurs de la bibliographie pour produire des objets en céramique [18], [40], [41]. Ces procédés permettent d'atteindre des définitions d'impression inférieures au dixième de millimètre. Il est donc possible de réaliser des pièces bien plus fines que celles envisageables par extrusion de matière tout en restant plus abordable qu'un procédé direct. L'objet imprimé sera également soumis à un déliantage suivi d'un traitement de densification par frittage.

Les problématiques de préparation du feedstock et d'impression sont très différentes de celles rencontrées avec les granulés et c'est finalement la possibilité d'éviter certaines difficultés inhérentes à la préparation des matériaux thermoplastiques qui a motivé le recours à cette technique en début de projet. Dans cette section, les points spécifiques à la fabrication DLP sont d'abord présentés. Le cheminement suivi pour la préparation du feedstock résine est ensuite détaillé, ainsi que les différentes solutions mises en place pour permettre l'utilisation d'une résine chargée en ferrite.

#### 3.3.1 Procédé DLP : Principe résine liquide chargée

Le procédé DLP fait intervenir une résine photo-polymérisable qui consiste en une matière liquide principalement constituée de monomères et de photo-initiateurs. Les premiers sont les composants chimiques élémentaires qui, après réaction, formeront les maillons d'une chaîne polymère ; les seconds sont des molécules sensibles aux rayonnements ultraviolets. Lorsqu'ils sont exposés à une telle lumière, les photo-initiateurs vont libérer des radicaux libres, par dissociation chimique ou clivage. Ces éléments hautement réactifs permettront ensuite d'amorcer la réaction de photopolymérisation qui va lier les monomères entre eux. Ceci a pour effet de déclencher une réticulation de la matière, c'est-à-dire la création d'un réseau tridimensionnel formé de macromolécules reliées entre elles par des liaisons covalentes fortes qui va mener à la solidification de la résine [42], [43].

Pour exploiter ce phénomène dans un système de fabrication additive, une fine couche de résine est illuminée afin de la solidifier localement, l'opération est ensuite répétée pour fabriquer la couche suivante. Les couches sont polymérisées l'une après l'autre, de manière séquentielle, pour être liées avec la précédente. À chaque étape, le dessin projeté varie pour ainsi former la géométrie de la pièce. Dans le cas du procédé SLA, la résine est photopolymérisée par un laser ; ce qui peut présenter un certain intérêt lorsqu'il est nécessaire d'imprimer des formes arrondies ou pour de faibles dimensions. Cependant, la création de larges surfaces sera beaucoup plus longue puisqu'elles devront être entièrement balayées par le faisceau lumineux. L'utilisation d'une matrice, comme dans le procédé DLP, est mieux adaptée à ce type de pièce puisque toutes les LED de rayonnement ultraviolet peuvent être activées en parallèle.

L'un des premiers intérêts du procédé DLP, par rapport aux procédés utilisant des granulés, est sa grande précision dimensionnelle. En effet, celle-ci est directement liée à la résolution du projecteur utilisé. Dans le cas de la machine utilisée pour ces travaux de thèse, la surface d'impression fait 96 par 54 mm pour une matrice d'une définition standard full-HD de 1920 par 1080 pixels. La taille du plus petit élément qui pourra être imprimé (un pixel) est donc de 50  $\mu\text{m}$  ; ce qui est environ 5 fois plus fin que ce que propose dans le meilleur des cas la dépose de feedstock fondu pour une buse de 0.25 mm. Très récemment, des écrans LED de plus haute définition sont devenus disponibles sur le marché pour des prix très abordables. On voit ainsi apparaître des imprimantes MSLA (Masked Stereolithography Apparatus) d'entrée de gamme, uniquement dédiées aux polymères certes, mais qui proposent des dalles d'une définition 8K (7680 par 4320 pixels) pour les plus récentes. Ceci permet à l'une d'entre elles d'offrir une surface d'impression de 220 sur 123 mm avec une taille de pixel de 28.5  $\mu\text{m}^2$ .

Dans une machine classique, telle que celles qui s'adressent à la communauté des Makers, la résine est simplement versée dans un réservoir transparent au fond duquel se situe l'écran qui va projeter les couches d'impression successives. Une plaque, sur laquelle sera imprimé l'objet, est montée sur un axe et déplacée par un moteur pas à pas et constitue le seul élément mobile de l'ensemble. Celle-ci est plongée dans le réservoir jusqu'à ce que sa distance avec le fond soit égale à l'épaisseur d'une couche. C'est alors que l'écran est allumé pour photopolymériser la résine aux endroits voulus. Après cela, le moteur remonte la plateforme pour laisser le bain de résine se replacer au-dessus de l'écran avant de réitérer l'opération pour la couche suivante.

De manière similaire à ce qui est fait pour le procédé CIM-like, la résine photo-polymérisable peut être chargée d'une poudre pour réaliser une barbotine. Les grains de poudre de nature métallique ou céramique se retrouveront piégés lors de la solidification et les étapes de déliantage et de densification pourront être appliquées à la pièce verte sortie d'impression comme présenté au chapitre 2. Les résines polymères classiques sont très fluides et n'opposent que peu d'efforts aux déplacements de la plaque. Cependant, l'ajout d'une poudre à la phase liquide augmente grandement sa viscosité. Ce comportement rhéologique nécessite d'adapter la façon dont la machine approvisionne la zone d'impression en résine. L'imprimante DLP utilisée pour ces travaux est l'Admaflex 130 vendue par l'entreprise Admatec. C'est un équipement haut de gamme dédié à l'impression DLP de feedstocks chargés. Les différents éléments de la zone d'impression sont décrits sur la Figure 18 et le fonctionnement du procédé d'impression est détaillé Figure 19.

L'apport du feedstock se fait ici grâce au déplacement d'un film plastique transparent qui est tiré de la droite vers la gauche par un premier moteur. Ce film passe d'abord sous un réservoir rempli de la barbotine puis par-dessus la vitre du projecteur au niveau de la zone d'impression. Le réservoir n'a pas de fond et la résine est directement emportée par le film. Sur le côté gauche du réservoir une lame verticale est située à une distance précise du film et racle l'excédent de barbotine afin de déposer une bande dont l'épaisseur est contrôlée. Cette barbotine est amenée au niveau de la zone d'impression (étape 2 sur la Figure 19) et la plaque support d'impression est plongée dans le lit de résine par un deuxième moteur. Après une pause de quelques secondes pour laisser la résine se répartir uniformément, la surface à imprimer est illuminée (étape 3). Enfin, la plaque remonte, emportant avec

---

<sup>2</sup> [1] "ELEGOO Saturn 2 Resin 3D Printer with 10" 8K Mono LCD -[Pre-order]," ELEGOO Official. <https://www.elegoo.com/products/elegoo-saturn-2-8k-10-lcd-3d-printer-pre-order> (accessed Aug. 29, 2022).

### Chapitre 3 : Développement d'un feedstock ferrite Manganèse Zinc

elle les parties du mélange photopolymérisé qui forment la couche nouvellement imprimée (étape 4). Le reste de la barbotine qui est resté liquide continue avec le déplacement du film.

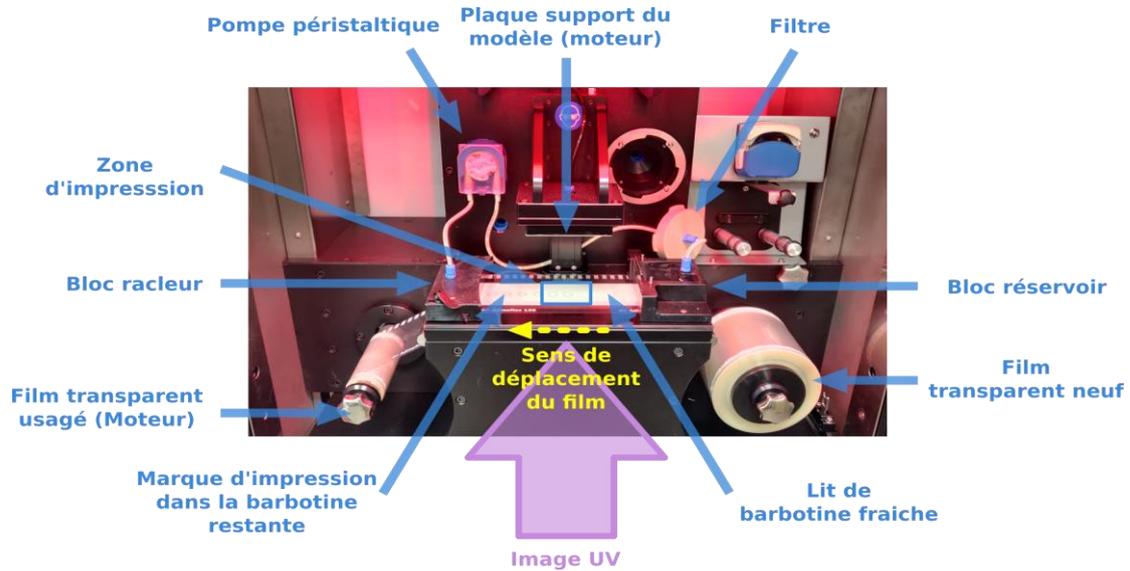


Figure 18 : Éléments constitutifs de l'imprimante DLP Admaflex 130

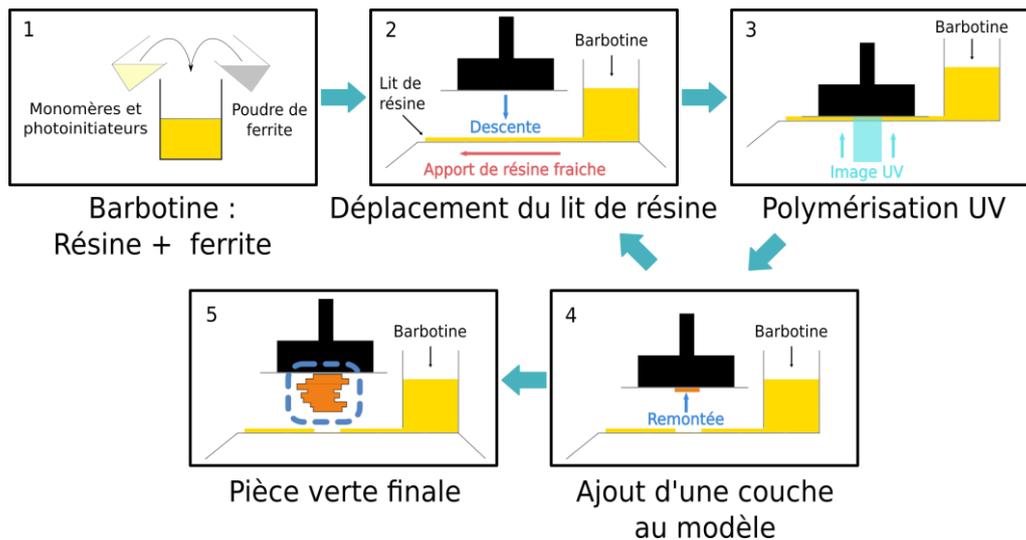


Figure 19 : Procédé d'impression DLP

La répétition de ces étapes permet de construire l'objet et la réalisation de chaque couche prend environ 30 secondes. À gauche de la zone d'impression se trouve un bloc muni d'un racleur qui permet de nettoyer le film de la résine encore liquide afin de la récupérer. Un tube relié à une pompe péristaltique permet d'aspirer le liquide et de le renvoyer jusqu'au réservoir. Le film plastique usagé est enroulé à gauche pour ensuite être jeté. La présence d'un filtre vise à améliorer la réutilisation de la barbotine. En effet, la présence de débris (poussières ou éléments polymérisés qui n'auraient pas accroché) dans le réservoir risque de boucher une partie de la lame, ce qui créerait une ligne de manque dans le lit et compromettrait l'impression.

Amener le feedstock sous forme de bande jusqu'à la zone d'impression permet d'utiliser un mélange chargé en poudre qui présente une viscosité importante, là où plonger une large surface dans un bac de résine profond imposerait un effort important sur le moteur qui gère le déplacement vertical. La tenue de la résine sur la bande est rendue possible par son comportement rhéofluidifiant. Ceci permet

de l'étaler lors du passage sous la lame et de la récupérer grâce au racleur, tout en gardant une bande suffisamment visqueuse pour qu'elle conserve sa forme lors du convoiement sur le film. De plus, ceci réduit l'impact de la sédimentation des poudres qui causerait une forte inhomogénéité si un réservoir classique était utilisé, en particulier pour des granulométries élevées.

### 3.3.2 Prérequis au fonctionnement du feedstock

Différents mélanges ont été essayés afin de préparer un feedstock ferrite pour l'imprimante DLP. Pour guider ces essais, il est possible de considérer certains critères spécifiques au procédé. Ces vérifications sont habituellement mises en place par le fabricant pour ses propres matériaux. Elles permettent d'évaluer le bon comportement des formulations de résine chargées de poudres, ainsi que leur imprimabilité avant de lancer une impression.

#### 3.3.2.1 Épaisseur de polymérisation

Lors de l'impression d'une couche, le rayonnement UV est projeté pendant quelques secondes pour provoquer la réticulation de la résine. Cependant, cette illumination doit rester suffisamment courte pour que la réaction de photopolymérisation soit incomplète. En effet, pour permettre l'adhésion des différentes couches entre elles, il est nécessaire qu'une partie des monomères de l'épaisseur actuelle reste non photopolymérisée. Cette dernière sera complètement photopolymérisée par la suite, lors de la création de la couche suivante. Ainsi, un objet en polymère thermodurcissable est créé de proche en proche. Pour permettre cette photopolymérisation « différée », il est nécessaire que les rayons UV puissent atteindre au moins deux épaisseurs pour que la nouvelle se lie avec la précédente. Cette condition est schématisée sur la Figure 20.

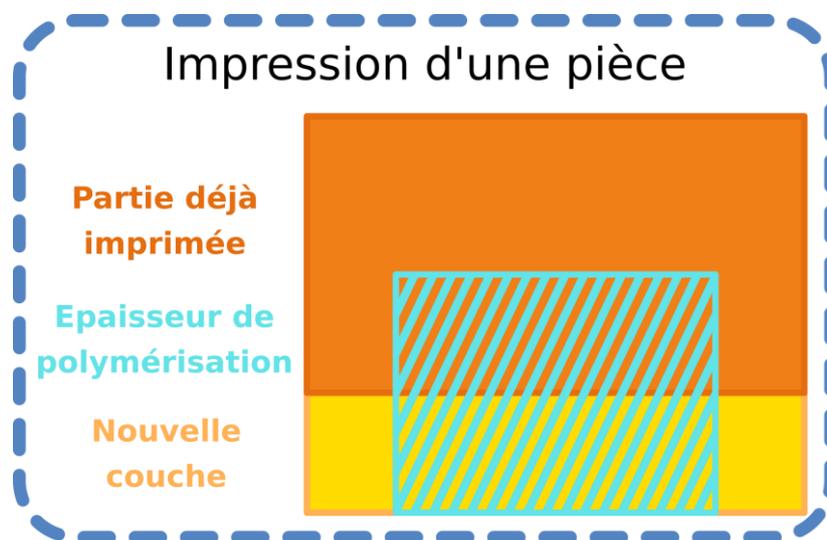


Figure 20 : Épaisseur de polymérisation

Il s'agit du premier critère pour évaluer l'imprimabilité d'une résine chargée, si l'épaisseur de polymérisation est trop faible la pièce pourra présenter des défauts de délamination ou des manques dans la géométrie. Dans la pratique, une épaisseur de polymérisation tout juste égale à deux fois l'épaisseur d'une couche peut également ne pas suffire ; ce qui se traduit par des morceaux de matière polymérisée qui n'adhèrent pas du tout au modèle imprimé et restent collées sur le film de transport.

La capacité des rayons UV à traverser la barbotine dépend grandement de la nature des poudres et tout d'abord de leur couleur. Un matériau sombre qui absorbe les rayons UV limitera grandement leur

propagation. De manière similaire, des grains qui présentent un profil anguleux réfléchiront moins bien les rayons lumineux réduisant d'autant plus l'épaisseur atteinte par le rayonnement. Dans le cas du ferrite qui nous intéresse, les poudres sont d'un noir profond et subissent un broyage post-chamottage comme il a été dit plus haut. Comme on peut le voir sur la Figure 21, ceci leur donne une forme facettée. Cette matière première est donc peu favorable à la pénétration de la lumière.

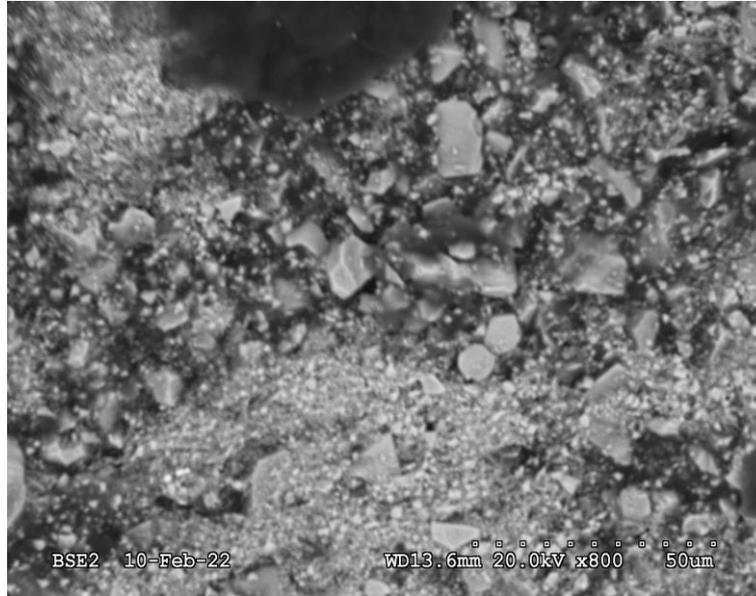


Figure 21 : Poudre de ferrite dans une pièce verte, image obtenue au microscope électronique à balayage

La granulométrie choisie pour les poudres est un autre paramètre qui a un fort impact. Plus celle-ci comprendra des particules de petites tailles et plus le chemin que la lumière aura à parcourir sera long. La Figure 22 illustre également le fait que l'utilisation de grains de poudres dont les diamètres sont très différents permet de remplir efficacement le volume et limite donc aussi le passage de la lumière. Pour finir, la fraction volumique en poudre représente le premier levier qui influe sur l'opacité du mélange. De manière similaire aux travaux de formulation pour les granulés, on cherche à augmenter le taux de charge du feedstock mais on détériore sa capacité à être imprimé par la même occasion.

#### Pénétration des rayons UV

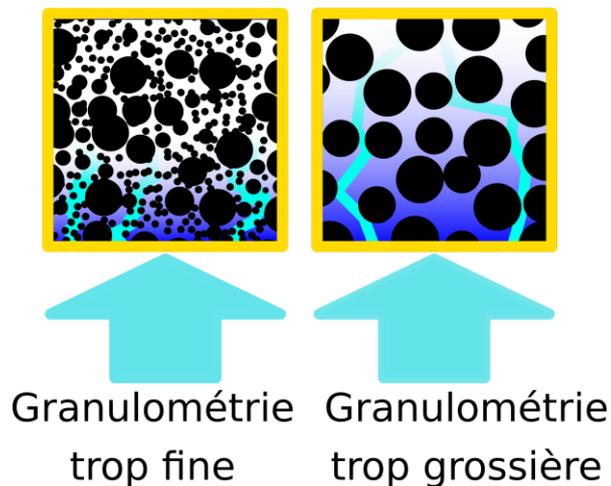


Figure 22 : Pénétration de la lumière dans le feedstock résine

### 3.3.2.2 Sédimentation

Il est important de remarquer qu'essayer d'améliorer chacun de ces paramètres pour augmenter l'épaisseur de polymérisation aura également un effet antagoniste sur d'autres aspects du procédé. Pour commencer, s'il est vrai que des grains de poudres sphériques favorisent la réflexion et la pénétration de la lumière, le rapport surface sur volume de ceux-ci sera bien plus faible que pour une morphologie anguleuse. Ceci aura pour effet de réduire les forces de frottement avec la résine pour un grain de même masse et donc d'accélérer les phénomènes de sédimentation. La vitesse de sédimentation augmente également lorsqu'une granulométrie plus grossière est sélectionnée pour essayer de raccourcir le chemin que la lumière doit parcourir. En effet, les effets d'échelles font que le volume d'une sphère (et donc la masse) augmente plus rapidement que sa surface, augmentant la contribution du poids au détriment des forces frottement avec la résine. De plus, ce procédé est conçu pour fonctionner avec des épaisseurs de couches variant entre trente et une centaine de microns, or certaines poudres peuvent présenter des tailles de grains du même ordre de grandeur. La présence d'un trop grand nombre de grains de cette taille réduira alors la cohésion d'une couche.

### 3.3.2.3 Viscosité

Un autre aspect important est la viscosité du mélange. Celle-ci doit être suffisamment élevée pour permettre la création d'un lit de quelques dixièmes de millimètre de hauteur, pour que celui-ci reste homogène et pour qu'il conserve sa forme, sans couler, jusqu'à la zone d'impression. Cependant, ce comportement entre en concurrence avec la pénétration des rayons UV. Enfin, au-delà de l'étape d'impression, le déliantage pourra aussi souffrir d'une fraction en poudre trop faible car ceci représente une quantité de liant à retirer plus importante. Devoir déliantier une plus grande quantité est d'autant plus compliqué du fait que les polymères thermodurcissables sont plus difficiles à dégrader thermiquement. Un compromis doit donc être trouvé entre ces différents points.

### 3.3.3 Granulométrie et sélection des poudres

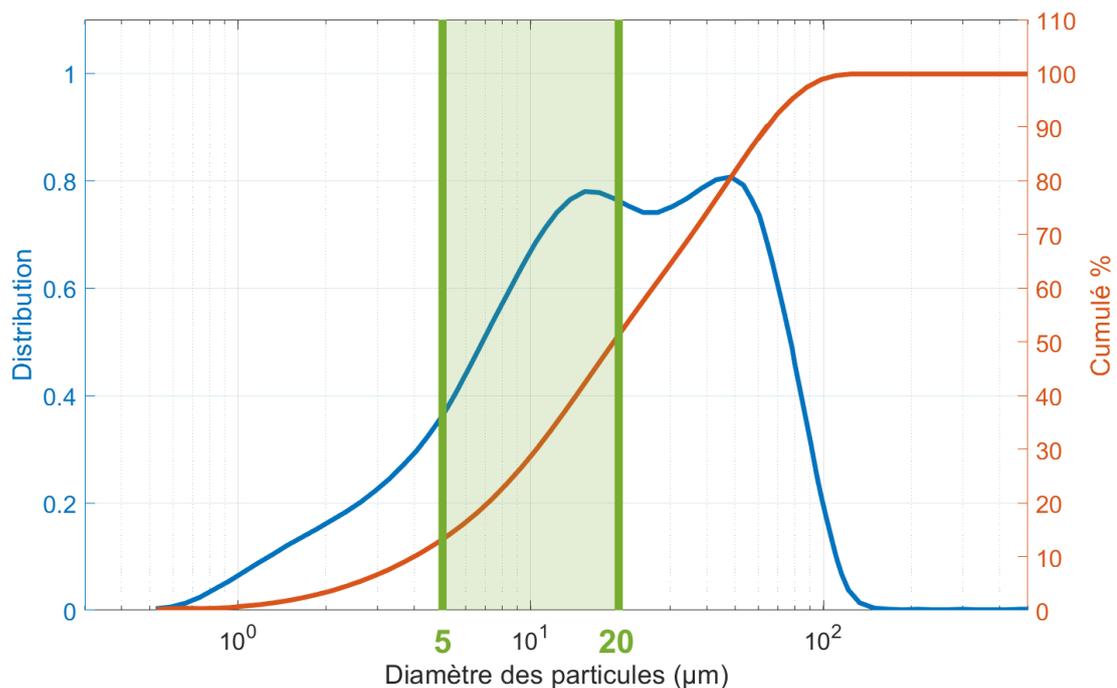


Figure 23 : Répartition granulométrique de la poudre initiale et gamme visée

### Chapitre 3 : Développement d'un feedstock ferrite Manganèse Zinc

Comme nous l'avons dit, la distribution des tailles de grains de poudres est l'un des paramètres les plus importants pour réussir une impression résine chargée. Avec le taux de charge, c'est le seul paramètre sur lequel il est assez aisé de jouer à partir d'une poudre donnée. Dans le cas du ferrite, il a été décidé de faire une sélection des grains de poudre pour en modifier la distribution granulométrique. Une première gamme a été choisie entre 5 et 20  $\mu\text{m}$  sur les conseils des ingénieurs responsables du développement feedstock chez Admatec. La Figure 23 représente la répartition granulométrique de la poudre de ferrite d'origine FMS0.05 de Ferroxcube ainsi que la portion qui correspond à cette sélection.

Pour réaliser un tri à des grandeurs aussi fines, une méthode de séparation par élutriation est nécessaire. Elle a pu être mise en place en ayant recours à un prestataire, la société Hosokawa Alpine. Le dispositif utilisé est semblable à celui présenté par le schéma de la Figure 24. Cette technique consiste à faire circuler la poudre dans un fluide en mouvement (ici de l'air) pour séparer les grains en fonction de leur vitesse de sédimentation. En effet, cette dernière dépend principalement du poids de chaque particule et donc de leur taille si on considère des grains faits du même matériau. Par exemple, en injectant la poudre d'origine dans un flux d'air vertical ascendant qui se déplace à une vitesse donnée, il est possible d'emporter seulement une partie des particules. Les grains qui sont assez lourds pour sédimenter à une vitesse supérieure à celle du flux d'air retombent en bas du dispositif. On obtient ainsi une coupure qui peut être contrôlée par la vitesse du fluide. Ce type de séparation est utile pour trier des tailles de grains de l'ordre du micromètre et permet également d'obtenir une coupure très nette grâce à un retraitement des poudres. Cependant, elle nécessite de traiter plusieurs kilos en une fois pour être intéressante. Une opération de sélection permet de couper une poudre en deux paquets dont le diamètre des grains sera inférieur ou supérieur à la valeur choisie.

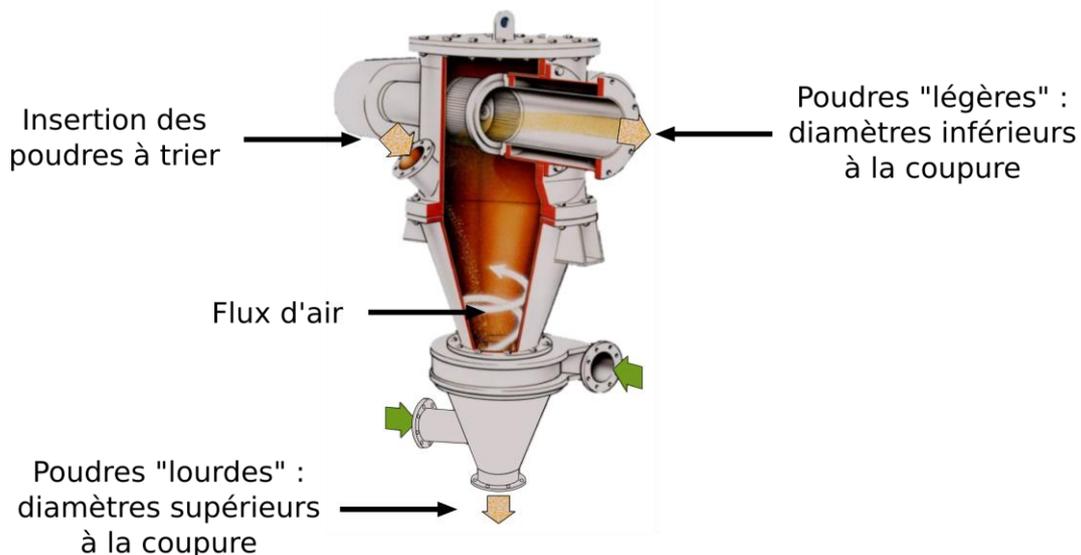


Figure 24 : Schéma d'un séparateur à air

Pour sélectionner une bande comprise entre 5 et 20  $\mu\text{m}$ , il est nécessaire de procéder en deux fois comme le présente la Figure 25. Ainsi, une première coupure est effectuée à 20  $\mu\text{m}$ , puis le paquet des poudres inférieures à 20  $\mu\text{m}$  est à nouveau séparé autour de 5  $\mu\text{m}$  et les poudres de diamètre supérieur (encadré en vert) à la coupure constituent la granulométrie visée. La Figure 26 représente la répartition granulométrique des poudres après la sélection. Les poudres « déchets » (encadré en orange) qui se trouvent en dehors de cette gamme peuvent également être récupérées pour d'autre utilisation.

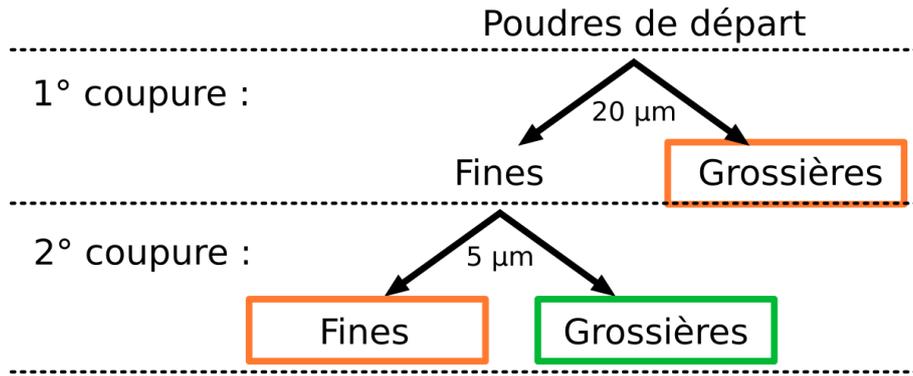


Figure 25 : Processus de sélection des poudres en deux coupures

D'autres sélections pour des granulométries plus élevées ont été réalisées en utilisant une méthode de tamisage conventionnelle. Dans ce cas de figure, des tamis de finesses croissantes sont superposés sur une plateforme vibrante pour réaliser les coupures désirées comme le montre la Figure 27. La poudre d'origine est placée en haut de l'empilement et les grains tombent par effet de la gravité. Les différentes gammes de granulométries sont déterminées par les différentes tailles de tamis sélectionnées. Les vibrations permettent d'éviter que les tamis ne se bouchent pendant l'opération. Cette méthode nous a permis d'obtenir des résultats rapidement puisqu'il s'agissait d'équipements appartenant au laboratoire UCCS présent dans les locaux de Centrale Lille. Pour cela, nous avons bénéficié de l'aide et des conseils précieux de Nouria Fatah, Professeur des Universités à Centrale Lille Institut. Cette méthode de tamisage est toutefois inadaptée pour les poudres fines, la sélection la plus basse que nous ayons pu réaliser avec succès étant de 45  $\mu\text{m}$ . Des essais ont été faits avec un tamis de 20  $\mu\text{m}$  mais celui-ci s'est très rapidement bouché et n'a permis de récupérer que des quantités dérisoires de quelques grammes et ne conviennent donc pas pour notre application.

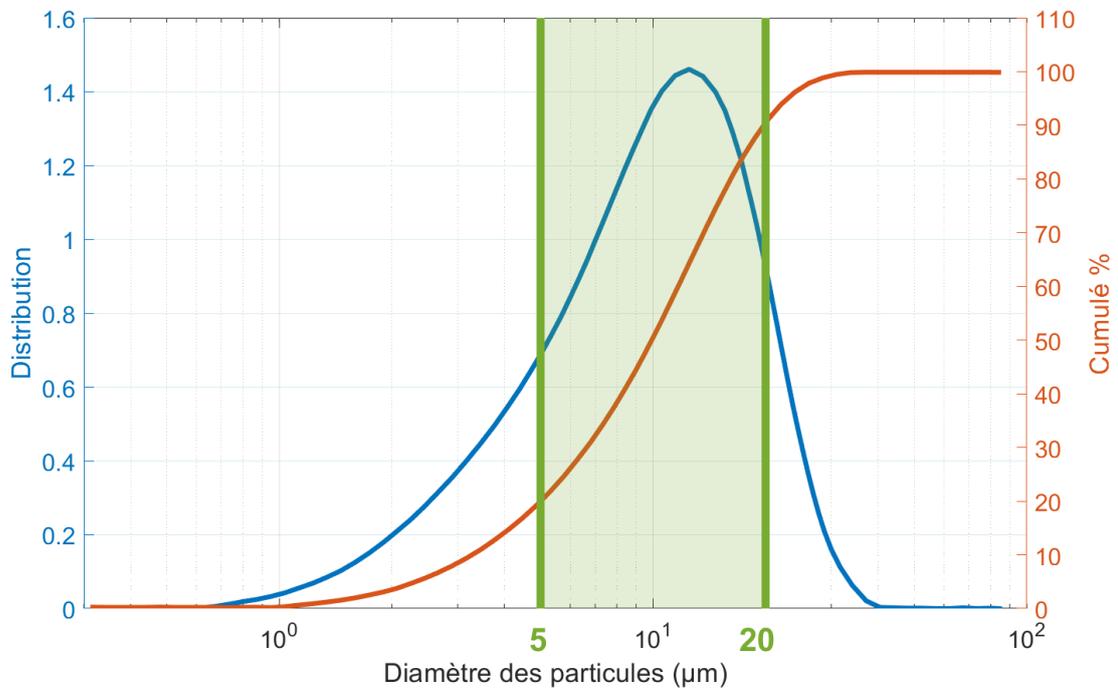


Figure 26 : Répartition granulométrique de la poudre après sélection dans le séparateur à air

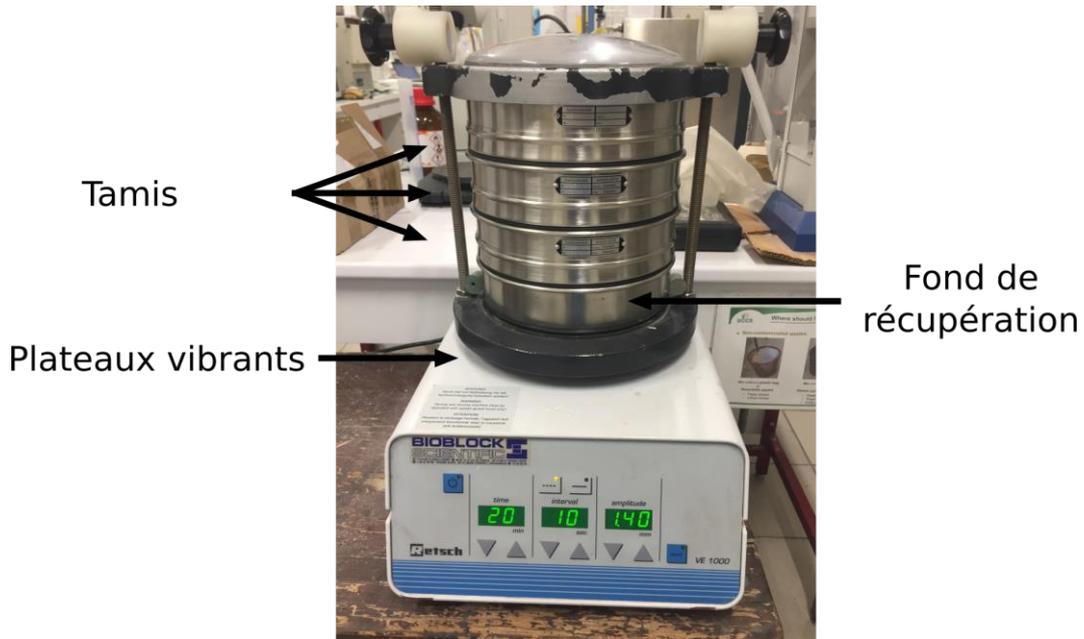


Figure 27 : Tamis sur une plateforme vibrante

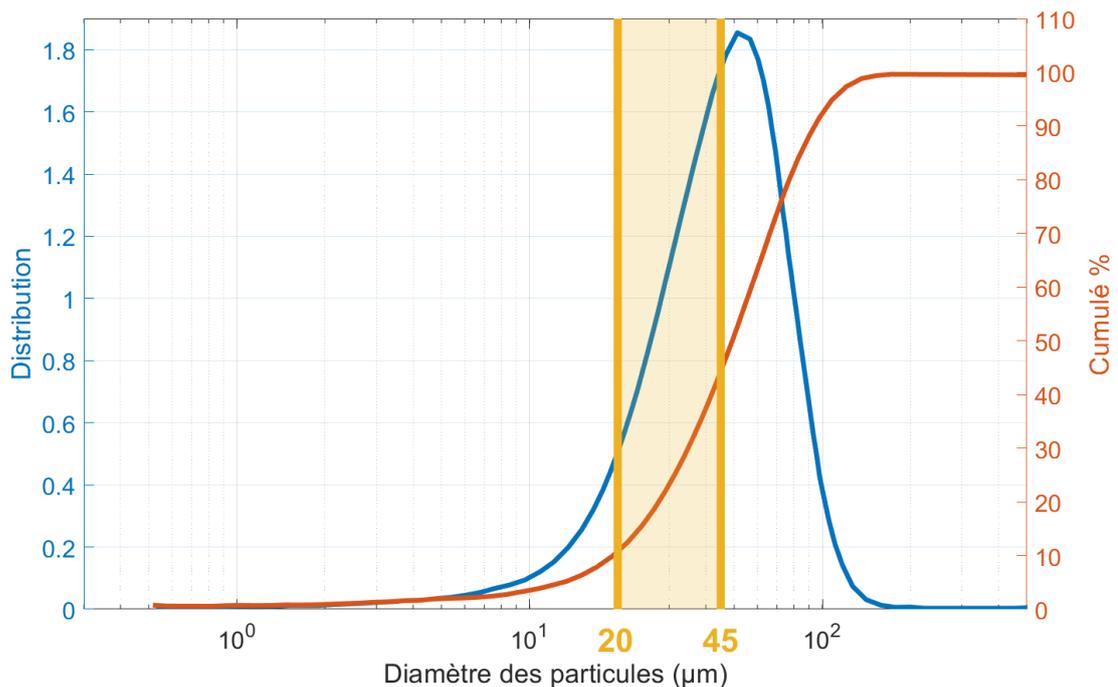


Figure 28 : Répartition granulométrique de poudre déchets et gamme visée par tamisage

### 3.3.4 Mélange et paramétrage de l'impression

La résine utilisée pour les mélanges est fournie par le fabricant de l'imprimante, Admatec. Il s'agit d'un mélange de monomères dédié aux barbotines céramiques et similaire à celui présent dans les autres feedstocks de leur gamme. Cette résine se présente sous la forme d'un liquide transparent très liquide dont la viscosité augmentera à l'ajout des poudres. La réalisation des mélanges s'est faite dans une salle isolée dans laquelle toute source d'UV est filtrée (éclairage, lumière extérieure) et où le taux d'humidité est contrôlé. Les quantités de résine et de poudre nécessaires sont préalablement mesurées par pesée puis sont agitées à la main. L'homogénéité est vérifiée visuellement dans le

réceptif du mélange et en étalant la barbotine. Le mélange est également passé une à deux fois dans une chambre à vide pour retirer d'éventuelles bulles d'air. Afin de mesurer l'épaisseur de polymérisation, une petite quantité de résine chargée est déposée sur du film transparent au niveau de la zone d'impression. La tâche est ensuite illuminée avec un pattern en damier pendant trente secondes, suite à quoi la partie encore liquide est essuyée pour révéler la matière polymérisée qui est restée accrochée au film. La Figure 29 présente la polymérisation du damier à partir de la tâche de barbotine chargée. La hauteur de cette dernière est enfin mesurée à l'aide d'un micromètre pour connaître l'épaisseur polymérisable.



Figure 29 : Pattern en damier pour réaliser un test de polymérisation

L'impact de la fraction volumique en poudre et de la granulométrie sur la pénétration de la lumière et sur le comportement de la résine pour différents essais est résumé dans le Tableau 4. On s'aperçoit que pour chaque cas, l'épaisseur qui peut être polymérisée atteint le double de la limite haute de la distribution granulométrique sélectionnée. Ceci devrait permettre de réaliser une impression, mais pour des poudres comprises entre 5 et 20  $\mu\text{m}$ , il n'a pas été possible de finir une pièce avec un feedstock chargé à plus de 20% volumique.

La solution pour parvenir à imprimer une pièce avec un taux de charge plus important a été d'utiliser une granulométrie comprise entre 20 et 45  $\mu\text{m}$  (Figure 28). Celle-ci a été sélectionnée par tamisage conventionnel à partir des poudres « déchets » renvoyées par le prestataire et qui avaient un diamètre supérieur à 20  $\mu\text{m}$ . Il a été possible d'atteindre une quantité de poudre légèrement supérieure à 30% volumique. Néanmoins, d'autres difficultés apparaissent lorsque la taille des grains augmente, en particulier la poudre présente dans la barbotine sédimente bien plus vite. Pour contrer cela, l'espace qui sépare deux couches sur le lit de barbotine a été augmenté. C'est-à-dire qu'une zone plus grande de barbotine liquide est laissée à chaque étape 2 (apport de résine) de la Figure 19. Par conséquent, la distance parcourue par le lit de feedstock est plus importante. Ceci permet d'amener du feedstock homogène directement depuis le réservoir sans que celui-ci ne doive attendre immobile la fin de la polymérisation des couches qui la précèdent. En effet, la barbotine commence à sédimenter lorsqu'elle est sur le film plastique. Dans le réservoir, elle est remuée par les mouvements du film. De cette manière, une quantité plus importante de matière est perdue, mais la charge de poudre présente dans le mélange a moins de temps pour sédimenter avant que la prochaine couche ne soit polymérisée.

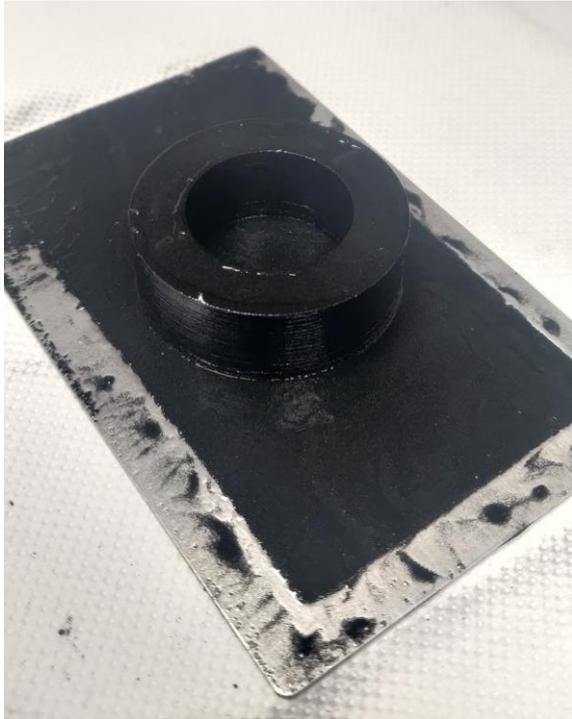
Tableau 4 : Résumé des principaux essais d'impression

Taille de poudre	Fraction en poudre	Épaisseur polymérisée	Observations
5 – 20 µm	30 %vol 40 %vol	40/50 µm	Épaisseur de polymérisation trop faible. Accroche de la première couche incomplète.
5 – 20 µm	20 %vol	50/60 µm	Augmentation de l'épaisseur de polymérisation. Impression réussie.
20 - 45 µm	40 %vol	80 µm	Apparition d'une sédimentation au bout de quelques dizaines de secondes, présence de défauts. Meilleure accroche mais toujours incomplète.
20 - 45 µm	30 %vol	90 µm	Augmentation de l'épaisseur de polymérisation. Possible d'imprimer en amenant de la barbotine fraîche qui n'a pas le temps de sédimenter. Impression réussie.

Une autre difficulté consiste en un manque d'adhésion des nouvelles couches au modèle en cours d'impression. En effet, le système de récupération de la barbotine restée intacte après passage sur la zone d'impression peut laisser passer des débris malgré la présence du filtre. Ces morceaux de polymères solides se retrouvent dans le bloc réservoir et peuvent détériorer l'uniformité du lit en se coinçant et en faisant apparaître un manque dans celui-ci. Pour écarter ce risque, la récupération n'a pas été mise en place pour ces essais, nous obligeant à préparer de plus grandes quantités de mélange.

### 3.3.5 Conclusion sur les travaux de formulation DLP

Ces travaux de formulation pour permettre l'impression d'une pièce verte par DLP ont nécessités de nombreux essais, la difficulté principale résidant dans le contrôle de la granulométrie des poudres. Cette voie reste très intéressante car l'accès à la résine vierge permet de retirer une partie des difficultés de préparation et ainsi d'explorer les possibilités différentes offertes par un autre procédé d'impression. Finalement, un feedstock avec un taux de charge volumique de 30 % a permis d'imprimer avec succès de petites pièces et des tores. Cette charge permet d'envisager l'obtention d'une pièce dense via le processus de frittage. Cependant, peu de pièces complètes ont pu être imprimées. Les quelques échantillons complets et utilisables, comme celui présenté sur la Figure 30, sont tous exploités par la suite pour paramétrer les étapes de densification.



*Figure 30 : Tore vert en ferrite imprimée par DLP sur plaque support (à gauche) et après déliantage chimique (à droite)*

### 3.4 Détermination du cycle thermique

Au terme des travaux de formulation et de calibration des imprimantes, la fabrication de pièces vertes a été réussie pour les feedstocks CIM-like et DLP. Le déliantage chimique préalable a également été validé pour les deux procédés d'impression, la perte de matière ferrite résiduelle pour les granulés chargés ayant été suffisamment réduite. Les essais qui suivent ont pour objectif de déterminer les bonnes conditions de déliantage et de frittage thermique.

L'identification des températures auxquelles la pièce doit être maintenue est faite à l'aide d'une Analyse Thermogravimétrique (ATG). Cette mesure permet de peser un échantillon pendant que celui-ci est soumis à une rampe de température. Au cours de la chauffe, l'évolution de la masse va permettre d'identifier les températures de dégradation, de certaines réactions ou des changements d'état vers la phase gazeuse, puisqu'une partie de la matière ne sera plus pesée par l'appareil. En parallèle, une DSC<sup>3</sup>, ou calorimétrie différentielle à balayage, est aussi effectuée pour observer la différence de flux de chaleur entre l'échantillon et une référence. Ces variations permettent de localiser les températures pour lesquelles la matière absorbe ou libère de l'énergie suite à une réaction ou à une transition de phase. En particulier, il est possible de déterminer la température de fusion du matériau. Ces deux mesures sont réalisées en même temps et permettront par la suite de déterminer les différents paliers du cycle de déliantage. L'identification des bonnes températures est indispensable pour retirer le liant polymère sans endommager la pièce.

Une fois les températures de palier estimées, des essais devront être effectués directement dans le four pour valider ou affiner ces valeurs. En particulier, la cinétique de décomposition des polymères n'ayant pas été étudiée, les durées de maintien seront estimées à partir de la bibliographie et des consignes trouvées pour d'autres feedstocks commerciaux similaires (notamment des feedstocks pour l'impression de céramique). De plus, les données recueillies via les analyses thermiques dépendent de plusieurs paramètres difficilement modifiables qui diffèrent des conditions de frittage réelles. Par exemple, le gaz utilisé pour protéger les éléments de supports des échantillons dans le dispositif utilisé pour l'ATG doit nécessairement être de l'argon pour la gamme de températures balayée ici. Or les frittages ne seront pas nécessairement réalisés sous argon, ce qui pourra avoir un impact sur les résultats. De manière similaire, la vitesse de chauffe est choisie suffisamment élevée pour faire apparaître des changements d'état nets et facilement repérables, mais ceci peut décaler certaines valeurs de transition à cause des effets d'inertie thermique. Enfin, il est arrivé que l'échantillon réagisse avec le creuset ou le traverse bien que ce dernier soit en alumine. Ces facteurs nous poussent à prendre une marge de sécurité, en particulier pour les résultats obtenus à haute température qui visent à déterminer la température de fusion. Par la suite, la réussite de ces étapes sera vérifiée a posteriori par des mesures de densité, des observations au microscope et la caractérisation des propriétés magnétiques des composants en ferrite.

#### 3.4.1 Détermination des paliers de températures

##### 3.4.1.1 ATG/DSC

Pour réaliser les mesures thermiques, un échantillon de quelques milligrammes doit être placé dans un creuset cylindrique en alumine. De la poudre seule a d'abord été utilisée, puis, pour mesurer les températures de transition du matériau tel qu'il sera placé dans le four, des éclats sont arrachés à

---

<sup>3</sup> Differential Scanning Calorimetry

différentes pièces imprimées et déliantées dans l'eau. Le tout est placé dans une enceinte balayée par un flux d'argon pour y subir une rampe de chauffe jusqu'à 1600°C à une vitesse de 10°C/min. L'ajout du gaz inerte permet de protéger l'appareillage de l'oxydation.

La Figure 31 présente les courbes ATG et DSC pour une mesure effectuée sur la poudre seule. Sur la courbe de la DSC, on observe tout d'abord le puit endothermique (encadré en rouge) qui est caractéristique de la fusion d'un matériau. En effet, lors de cette réaction, la matière absorbe de l'énergie sous forme de chaleur pour permettre le changement d'état. Le pic débute vers 1525°C et constitue donc une limite à ne pas dépasser lors de nos futurs traitements. Par la suite, nos traitements de frittage seront donc effectués à des températures inférieures à 1450°C.

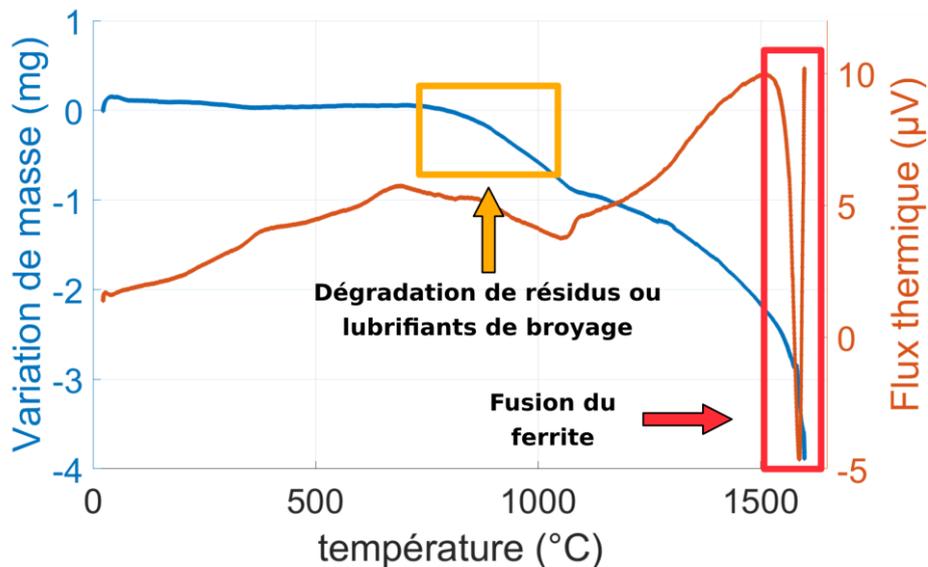


Figure 31 : ATG et DSC sur la poudre de ferrite Mn-Zn seule

La courbe ATG fait apparaître une perte de masse qui débute aux alentours de 750°C (encadré jaune). Comme on pourra l'observer par la suite, des variations similaires sont visibles sur les ATG des formulations CIM-like et DLP pour les mêmes gammes de température. Ainsi, il est fort probable que cette perte de masse corresponde à la dégradation de corps déjà présents dans le ferrite tels que des résidus provenant des étapes de préparation de la poudre ou des lubrifiants utilisés pour le broyage.

La Figure 32 et la Figure 33 présentent respectivement les courbes des ATG et DSC obtenues pour une formulation CIM-like constitué d'un mélange de PLA/PVOH chargé en poudre de ferrite à 40% volumique. L'importante variation de masse observée à basse température, et encadrée en vert sur la Figure 32, permet d'identifier clairement la dégradation du liant polymère entre 250 et 300°C. Il s'agira de placer la température du palier à ce niveau pendant un temps suffisant pour permettre la dégradation complète du polymère. Cependant, d'autres paliers peuvent être nécessaires pour réussir le déliantage.

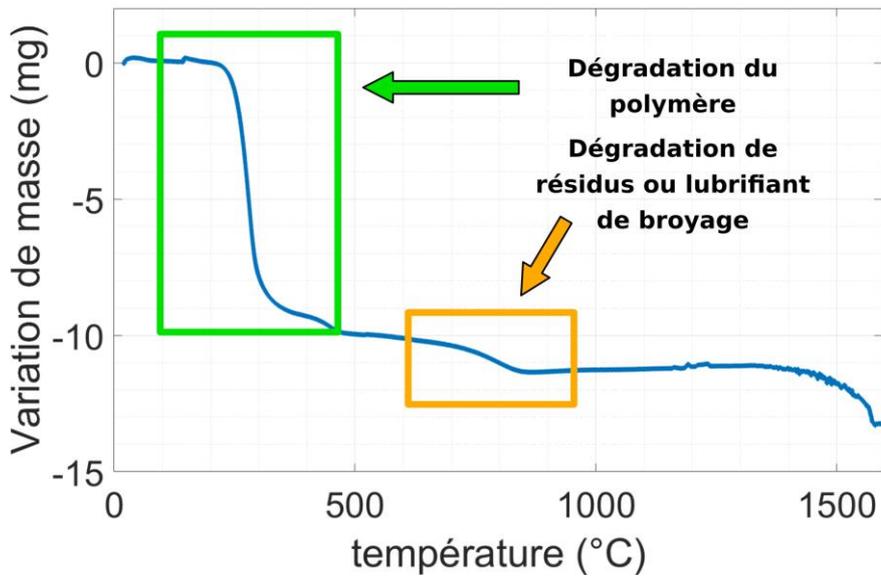


Figure 32 : Analyse Thermogravimétrique (ATG) sur une pièce imprimée par procédé CIM-like avec des granulés de polymères chargés 40%vol de ferrite

Ainsi, la courbe de DSC de la Figure 33 fait apparaître 5 pics endothermiques qui s'étalent de 50°C à presque 500°C. Ces températures de transition d'état ne correspondent pas forcément toutes au mécanisme de dégradation thermique. En particulier, les premiers pics sont sans doute révélateurs de la transition vitreuse, de la cristallisation et de la fusion caractéristiques des polymères thermoplastiques semi-cristallins. Néanmoins, il peut être nécessaire de placer des paliers ou des montées très lentes au niveau de ces températures car imposer des variations trop brusques pourrait produire des contraintes qui endommageraient la géométrie de la pièce. Le troisième pic tombe quant à lui pratiquement à la même température que la variation de masse. Enfin, bien que l'origine des deux derniers pics ne soit pas clairement identifiée, il sera préférable d'y placer un palier également.

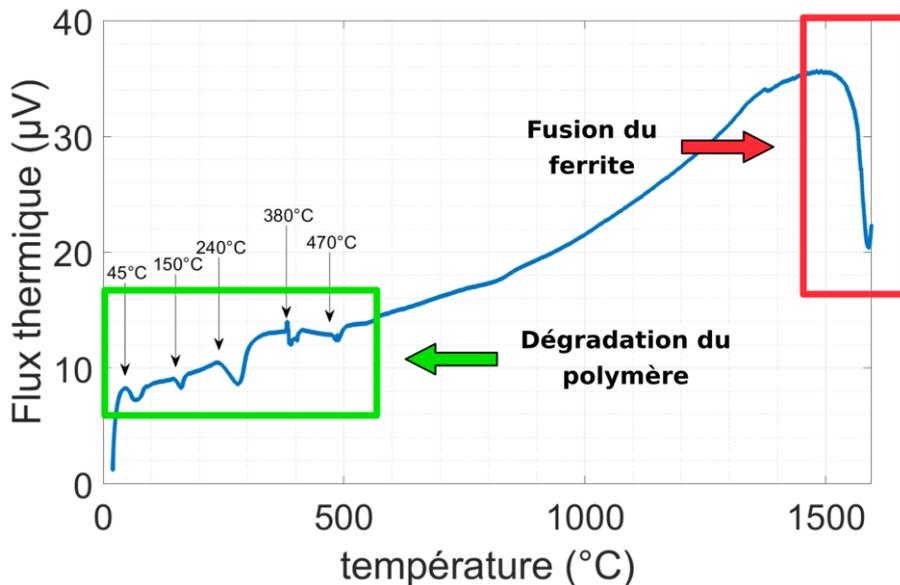


Figure 33 : Calorimétrie Différentielle à balayage (DSC) sur une pièce imprimée par procédé CIM-like avec des granulés de polymères chargés 40%vol de ferrite

De manière similaire, pour la formulation DLP, la courbe ATG de la Figure 34 permet d'identifier une perte de masse conséquente entre 300°C et 450°C. Cependant, la DSC présentée à la Figure 35 n'affiche pas de variation conséquente du flux thermique dans cette gamme de température.

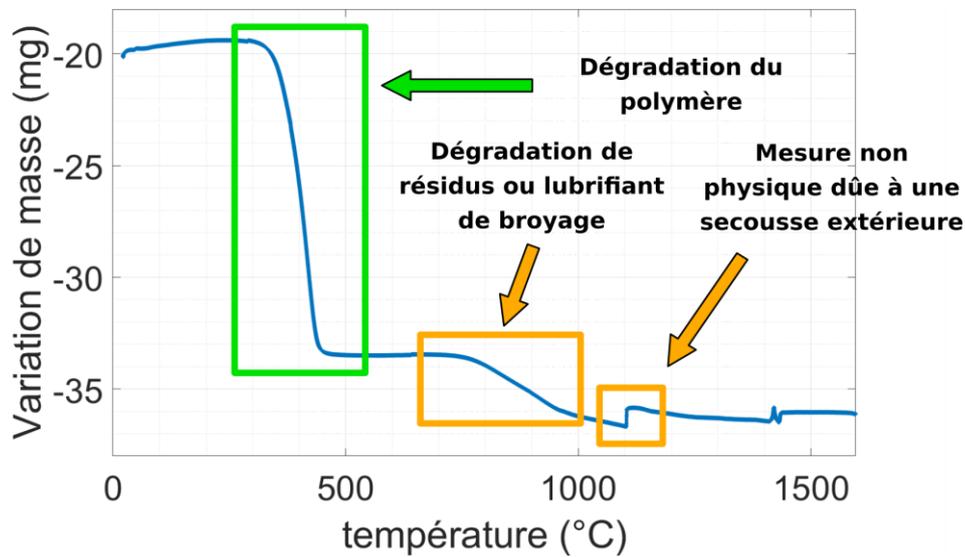


Figure 34 : Analyse Thermogravimétrique (ATG) sur une pièce imprimée par procédé DLP avec une résine chargée 30% vol de ferrite

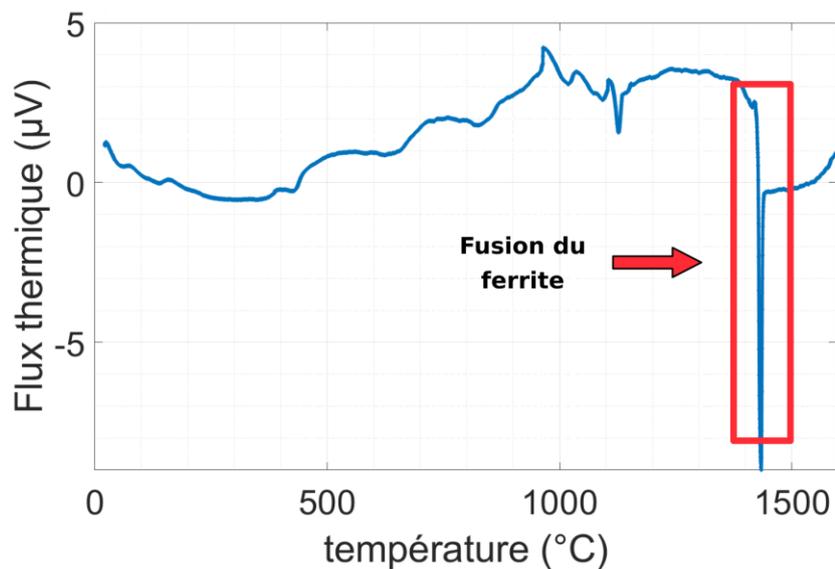


Figure 35 : Calorimétrie Différentielle à balayage (DSC) sur une pièce imprimée par procédé DLP avec une résine chargée 30% vol de ferrite

Pour choisir les températures des paliers, il est habituel de considérer le début de la perte de masse ou des phénomènes de changement d'état. De cette façon, la cinétique de la réaction ou de la transition peut être respectée en amenant la matière à la température juste nécessaire et en utilisant un palier assez long. Pour rappel, l'objectif est de ne pas créer de défauts sur la pièce lors de ces étapes. Les températures de déliantage sélectionnées pour la formulation des granulés PLA/PVOH sont : 150, 240, 380 et 470°C. Pour la formulation DLP, les températures ont été choisies en nous appuyant sur la documentation donnée par le fabricant pour le déliantage de leur feedstock alumine, avec deux paliers à 150° et 500°C. Un palier intermédiaire à 300°C a également été ajouté pour tenir compte de la perte de masse observée sur les courbes ATG.

Pour finir, les DSC aux Figure 33 et Figure 35 permettent également d'identifier la fusion du matériau qui avait été observée avec la mesure sur poudre seule. Cependant, les résultats de la formulation DLP donnent une valeur différente et, pour ne pas risquer de la dépasser, les premiers traitements de frittage seront effectués avec une marge de sécurité supplémentaire.

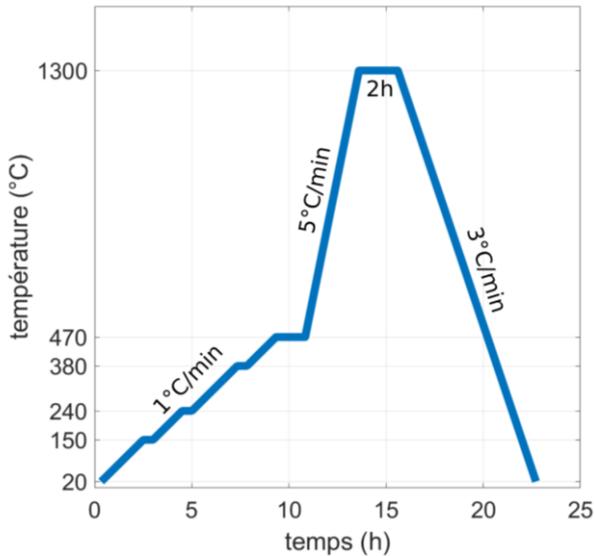


Figure 36 : Cycle de déliantage/frittage  
Formulation CIM-like ferrite

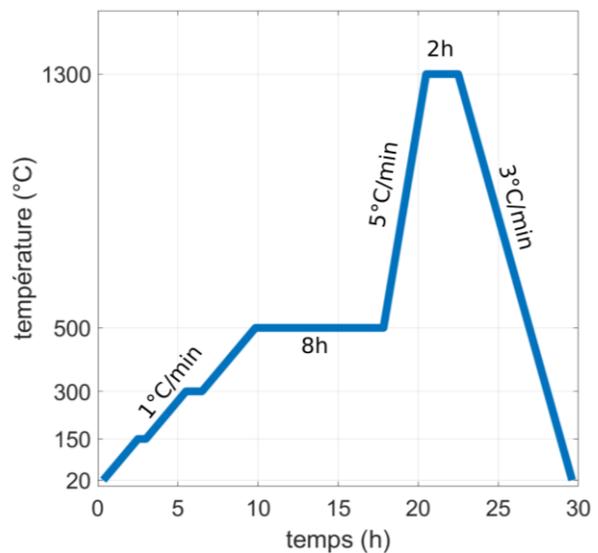


Figure 37 : Cycle de déliantage/frittage  
Formulation DLP ferrite

Les cycles thermiques complets sont présentés sur la Figure 36 et la Figure 37 pour les formulations granulés et DLP respectivement. Les durées des paliers utilisés pour le déliantage ont été choisies en concertation avec le CRITT Matériaux Innovation de Charleville-Mézières et le fabricant Admatec. On peut remarquer que les paliers de déliantage sont bien plus longs pour le feedstock résine. En effet, les polymères thermodurcissables présentent une cinétique de dégradation bien plus lente que celles des thermoplastiques. Les temps de frittage compris entre deux et trois heures ont été utilisés. Ceux-ci correspondent aux informations rapportées par la bibliographie et par Admatec. Des essais pour différentes températures de frittage ont également été mis en place par la suite.

#### 3.4.1.2 Essais sous atmosphère simple

Les premiers essais de traitement thermique sont effectués sous air sur des pièces de petite dimensions et de faible épaisseur pour lesquelles la quantité de liant à retirer est faible. L'objectif est tout d'abord de valider le déliantage thermique et la densification des échantillons. Pour le premier, il est possible de n'effectuer qu'un traitement de déliantage thermique seul et de peser ensuite la pièce brune pour estimer la perte de matière organique. Cet essai a été effectué sur deux pièces DLP car les paliers de températures n'ont pas été clairement identifiés par la DSC. Il s'agit de morceaux chargés à 30% volumique mais trop abimés lors du décrochage de la plaque d'impression pour être exploités autrement. Le cycle utilisé est le même que présenté sur la Figure 37 mis à part le fait que le palier final n'atteint que les 800°C pendant 30 minutes afin d'obtenir une pièce suffisamment résistante mécaniquement pour être manipulée. Les pertes de liant polymère sont respectivement de 80% et 83% et les pièces ne présentent pas de déformations ou de défauts à la fin de cette étape. Ceci permet de valider le déliantage pour les formulations DLP. Ces essais n'ont pas été effectués sur les formulations CIM-like car les températures de dégradations apparaissent clairement sur la courbe de DSC.

Différents essais de frittage sous air ont ensuite été réalisés avec des échantillons imprimés. Pour la formulation CIM-like, les pièces qui ont servi au test de déliantage chimique à la fois avec et sans master batch ont été utilisées en premier lieu. Par la suite, des échantillons de forme torique destinés à la caractérisation magnétique ont également été employés. Les développements pour l'impression DLP s'étant révélés moins fructueux avec peu de pièces vertes complètement imprimées, les essais de frittage ont directement été réalisés sur deux tores. Les masses volumiques obtenues pour les différents procédés d'impression sont détaillées avec les températures de frittage et le type de feedstock dans le Tableau 5.

Tableau 5 : Comparatif des différents essais de frittage

	Procédé	Température de frittage (°C)	Forme de l'échantillon ; observation	Atmosphère	Masse volumique frittée (g/cm <sup>3</sup> )
1	Poudre seule	1300	Poudre déposée dans un creuset en alumine	N2	4.71
2	CIM-like	1350	3 Parallélépipèdes plats Mélange simple chargé à 40%	Sous air, sans balayage <sup>4</sup>	4.86
3	CIM-like	1350	1 étoile Mélange simple chargé à 48.7%	Sous air, sans balayage	4.55
4	CIM-like	1350	5 Parallélépipèdes plats Master batch chargé à 38%	Sous air, sans balayage	3.92
5	CIM-like	1400	4 Parallélépipèdes plats Mélange simple chargé à 40%	Sous air, sans balayage	5.08
6	CIM-like	1400	1 tore Mélange simple chargé à 40%	Sous air, sans balayage	5.19
7	CIM-like	1400	Parallélépipèdes plats Master batch chargé à 38%	Sous air, sans balayage	4.81
8	CIM-like	1300	1 Tore Master batch chargé à 38%	N2, 2L/min	N.D

<sup>4</sup> L'enceinte n'est pas traversée par de l'oxygène, mais simplement fermée.

9	CIM-like	1450	1 Tore Master batch chargé à 28.5%	Sous air, sans balayage	5.592
10	DLP	1300	1 Tore chargé à 20%	N2	5.254
11	DLP	1350	1 Tore chargé à 30%	N2	5.091

Les résultats de frittages sont analysés dans le paragraphe suivant à l'aide de mesures de densité et d'observations des pièces au MEB. Le comportement magnétique est également observé en considérant l'induction et de la perméabilité magnétique.

### 3.4.2 Caractérisations

#### 3.4.2.1 Densité

Le premier critère utilisé est celui de la masse volumique. Pour chaque pièce, on cherche à se rapprocher de la valeur du matériau dense. En ce qui concerne les formulations granulés, on peut observer une variation importante de la masse volumique lorsqu'un master batch est utilisé. Ce premier résultat est décevant car cette formulation avait permis de réduire la perte de poudre lors du déliantage et avait pour objectif de moins dégrader la pièce. Cependant, il semble que l'absence de poudre dans une partie de la matrice polymère provoque la création de porosités dans la pièce brune qui ne sont pas résorbées lors du frittage. On obtient finalement de meilleurs résultats avec la formulation simple. En outre, les masses volumiques mesurées pour chaque échantillon imprimé par procédé CIM-like augmentent avec la température de frittage comme attendu. Elles donnent des valeurs proches de celles mesurées au pycnomètre qui était de 5.06 g/cm<sup>3</sup>. On peut remarquer que cette tendance semble ne pas être observée pour les échantillons imprimés par le procédé DLP. Cependant, le nombre réduit d'échantillons ne permet pas de conclure sur cette observation.

Un autre résultats surprenant vient du fait que certaines mesures de masse volumique dépassent la valeur de 5.0579 g/cm<sup>3</sup> qui avait été mesurée au pycnomètre sur la poudre vierge et que nous avons prise comme référence pour le matériau ferrite. Les échantillons concernés sont en particulier les tores frittés à 1300 °C, 1400 °C et 1450 °C (et ce malgré le fait que ce dernier soit une formulation master batch). Une première explication peut venir du fait que la mesure ait été réalisée sur une poudre prête à presser qui peut contenir une petite partie de liant ainsi que des restes de lubrifiants de broyage. Ceci peut fausser à la baisse la valeur obtenue. En effet, celle-ci correspond à la moyenne des masses volumiques des éléments présents dans la poudre et ces produits (liant et/ou lubrifiant de broyage) sont plus légers. Une autre raison peut être liée à la qualité du frittage. Comme on le verra par la suite, un frittage sans contrôle fin de l'atmosphère conduira obligatoirement à une modification des phases en présence dans le matériau. Les échantillons qui présentent les plus grandes masses volumiques pourraient ne pas être constitués de ferrite spinelle.

La Figure 38 présente quelques échantillons avant et après frittage. Dans la plupart des cas, la géométrie est conservée et peu de déformations apparaissent malgré le retrait. Cependant, des résidus foncés restent présents sur les plaques supports de frittage en alumine. De plus, certaines pièces plus massives présentent des affaissements ou des fissures comme on peut le voir sur la Figure 39. Ces défauts indiquent que le déliantage peut être trop rapide pour ces pièces car elles présentent un volume de liant plus importants. Ceci peut également remettre en question une partie des mesures

de masse volumique, en particulier celles qui ont été réalisées sur les tores. Par la suite, il sera nécessaire de réaliser des coupes afin d'observer l'intérieur des échantillons.

Les résultats présentés dans cette section montrent un frittage plus difficile à mettre en place que pour les formulations utilisées au chapitre 2. Néanmoins, les masses volumiques mesurées sur les pièces frittées ainsi que la présence d'un fort retrait attestent du fait que nous avons pu obtenir une densification conséquente qui permet de se rapprocher fortement de la masse volumique de 5.06 g/cm<sup>3</sup> du matériau cible. Pour le CIM-like, la formulation chargée à 40% par un mélange simple semble également être la meilleure. Malgré les difficultés de mise en place des mélanges et des traitements thermiques, l'impression à partir des granulés s'est révélée la plus intéressante à mettre en place. Pour le DLP, trop peu d'essais ont pu être effectués, mais les deux formulations chargées à 20 et 30% ont conduit à des pièces de masse volumique similaire aux résultats du CIM-like.

Ces échantillons pourront être utilisés pour réaliser des caractérisations magnétiques. Cependant, certains d'entre eux qui sont de plus grande taille peuvent présenter des fissures et des irrégularités. En effet, ceux-ci se trouvent au niveau des limites d'épaisseur de parois pour les pièces vertes qui sont préconisées par le fabricant de feedstock. Par la suite, des améliorations pourront être apportées aux paramètres des traitements thermiques pour améliorer le déliantage.

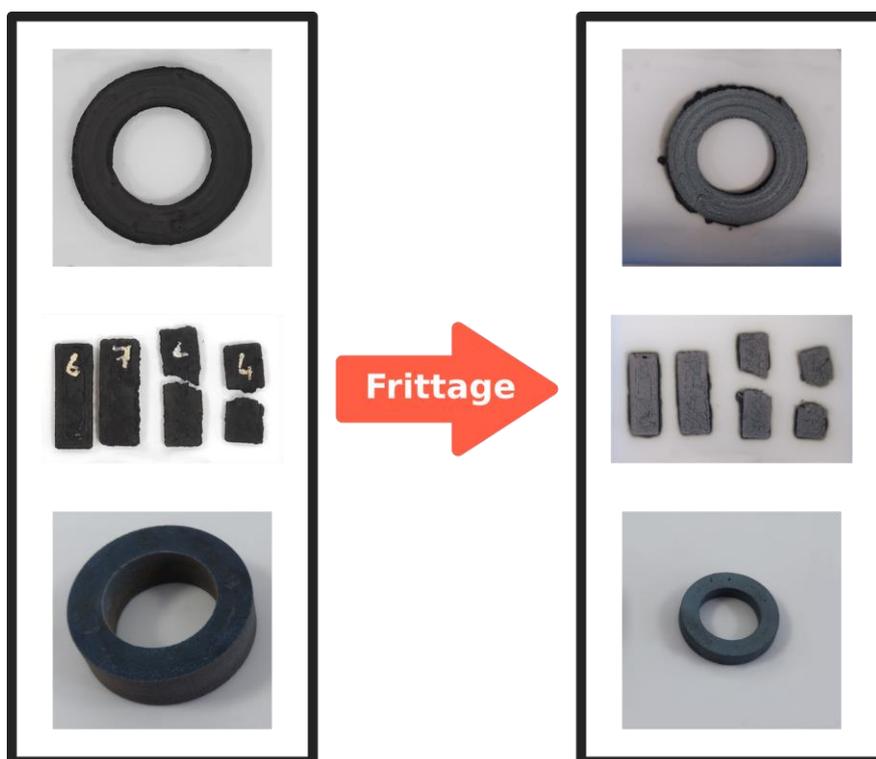


Figure 38 : Pièce avant et après impression : tore PLA/PVOH ferrite, parallélépipède PLA/PVOH/ferrite et tore résine/ferrite



Figure 39 : Apparition de défauts lors du traitement thermique PLA/PVOH/ferrite en haut et résine/ferrite en bas

#### 3.4.2.2 MEB/EDS

Un autre moyen de caractériser le frittage consiste à réaliser une observation du matériau au Microscope Électronique à Balayage (MEB). Pour obtenir une image claire, le matériau étudié doit être suffisamment conducteur de l'électricité, ce qui pourra être gênant pour l'observation de ferrite. Il est néanmoins possible de préparer la surface de l'échantillon en y déposant un fin revêtement en or ou en platine à l'aide d'un métalliseur. Dans notre cas, l'observation des pièces frittées a d'abord pour objectif de repérer d'éventuels défauts ou porosités dus à une mauvaise diffusion de la matière lors d'un frittage incomplet. Les différentes observations sont faites sur le dessus ou la tranche des échantillons. La Figure 40 et la Figure 41 présentent des pièces avec un frittage satisfaisant pour une pièce CIM-like et pour une pièce DLP (échantillons 9 et 10 dans le Tableau 4). La structure en granulés disparaît et on observe peu de porosité ou de fissures. Les images BSE, sur la droite, montrent une matière très homogène avec malgré tout quelques résidus sur la pièce CIM-like. Ces images ont été sélectionnées car elles sont représentatives de l'ensemble de la surface des pièces observées. Néanmoins, toutes les pièces présentent des zones où se concentrent des défauts. Ceux-ci prennent la forme de porosités localisées ou d'une matière irrégulière comme il est visible sur le cinquième cliché de la Figure 40.

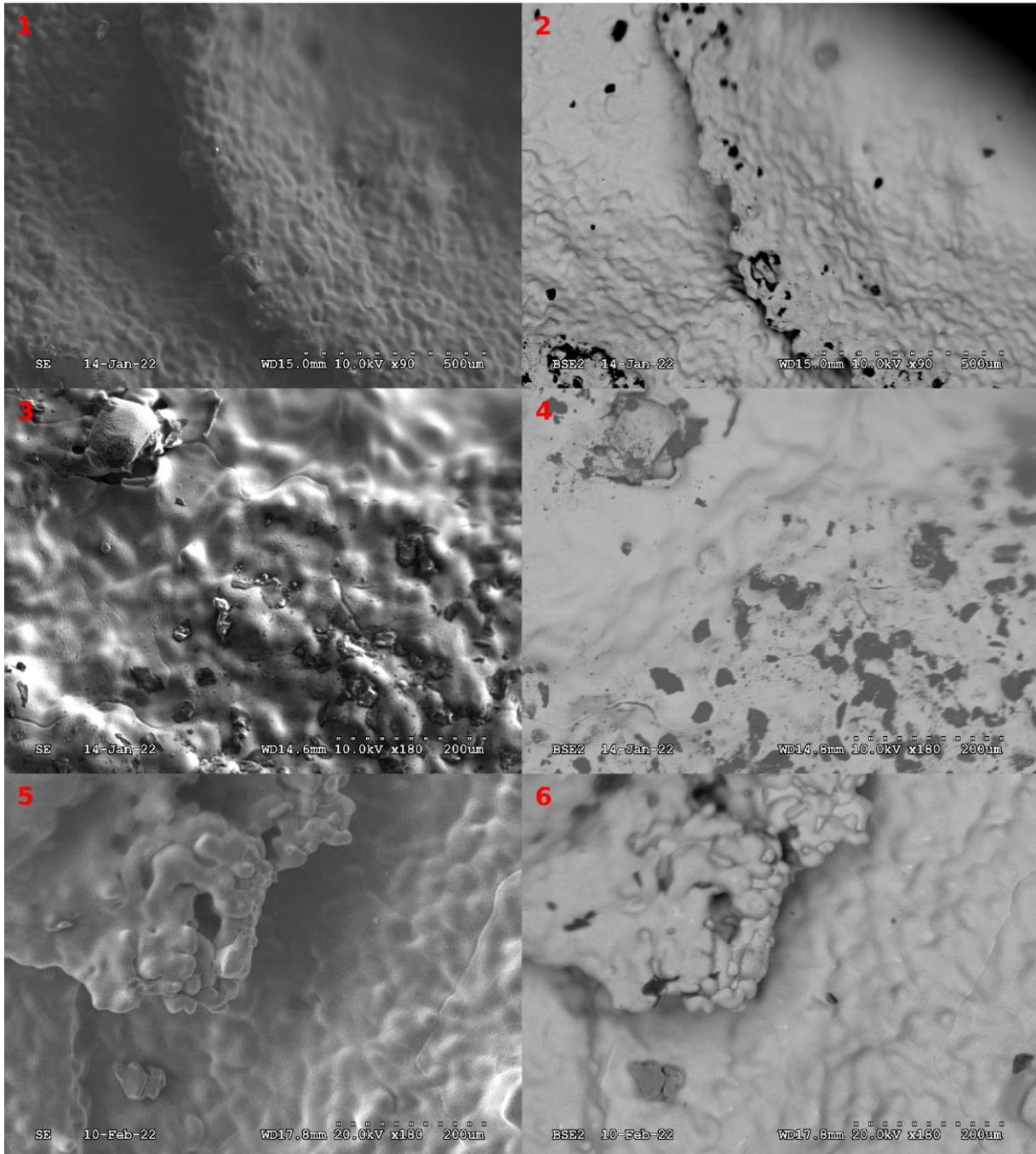


Figure 40 : Images MEB SE et BSE d'un échantillon CIM-like chargé à 30% et fritté de manière satisfaisante à 1450°C sous air

La Figure 42, la Figure 43 et la Figure 44 permettent d'observer des frittages moins réussis sur un échantillon de poudre frittée seule, sur une pièce CIM-like et une pièce DLP (respectivement pour les échantillons 1, 8 et 11 du Tableau 4). Dans le cas de la poudre frittée sans liant, une petite quantité de ferrite (6.7 g) a été disposée dans un creuset bateau en alumine. La poudre n'a pas subi de traitement de compression particulier. De nombreux pores sont visibles et la structure en grains de la poudre est toujours apparente malgré le fait que les températures de frittage soient similaires à celles de la pièce DLP de la Figure 41. Cependant, une différence majeure réside dans la granulométrie utilisée. Celle de la pièce DLP précédente a été sélectionnée entre 5 et 20µm alors que celle de la Figure 42 et de la Figure 43 correspondent à la poudre originale avec une répartition des tailles de grain allant de 1 µm

### Chapitre 3 : Développement d'un feedstock ferrite Manganèse Zinc

à plus de 100  $\mu\text{m}$ . L'échantillon de la Figure 44 quant à lui a été préparé avec des poudres d'une granulométrie comprise en 20 et 45  $\mu\text{m}$ .

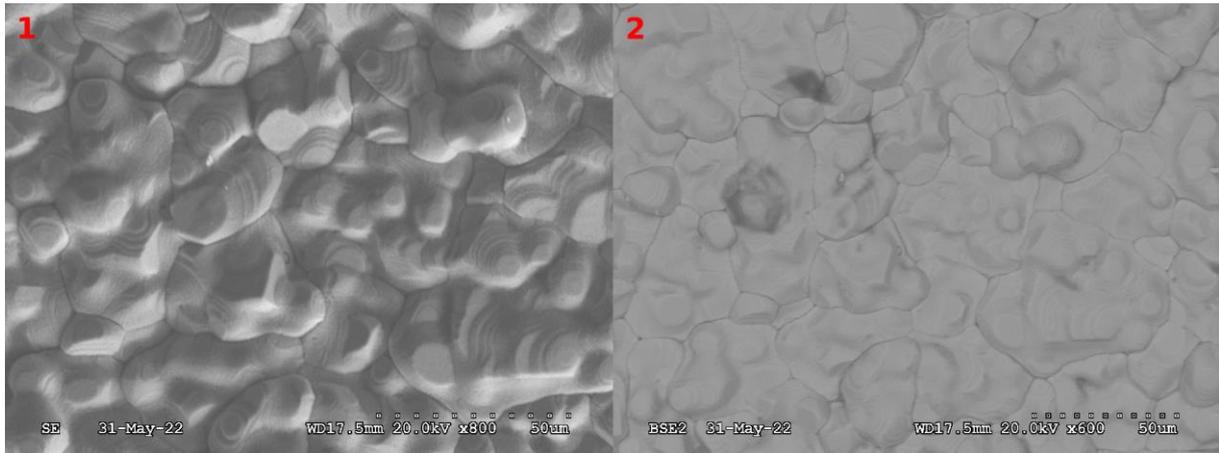


Figure 41 : Images MEB SE et BSE d'un échantillon DLP chargé à 20% et fritté de manière satisfaisante à 1300°C sous N<sub>2</sub>

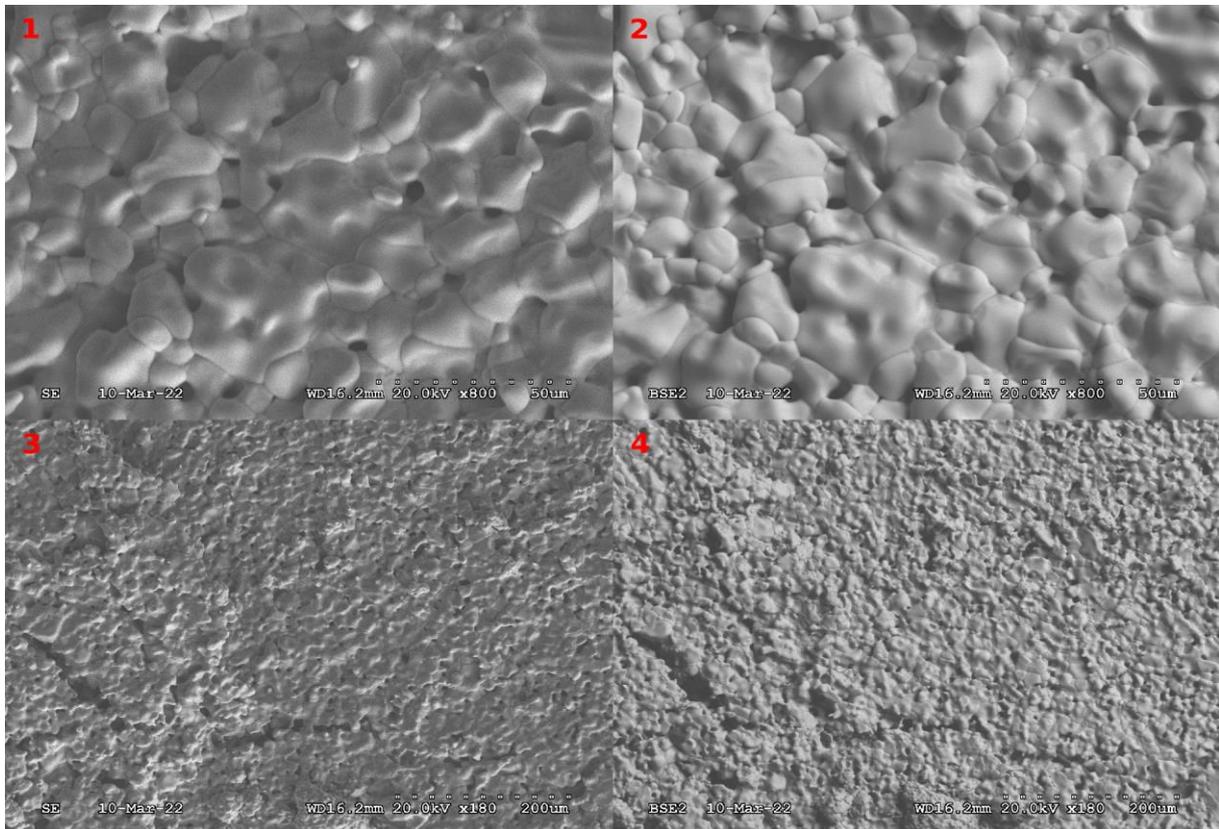


Figure 42 : Images MEB SE et BSE de la poudre seule frittée à 1300°C sous N<sub>2</sub>

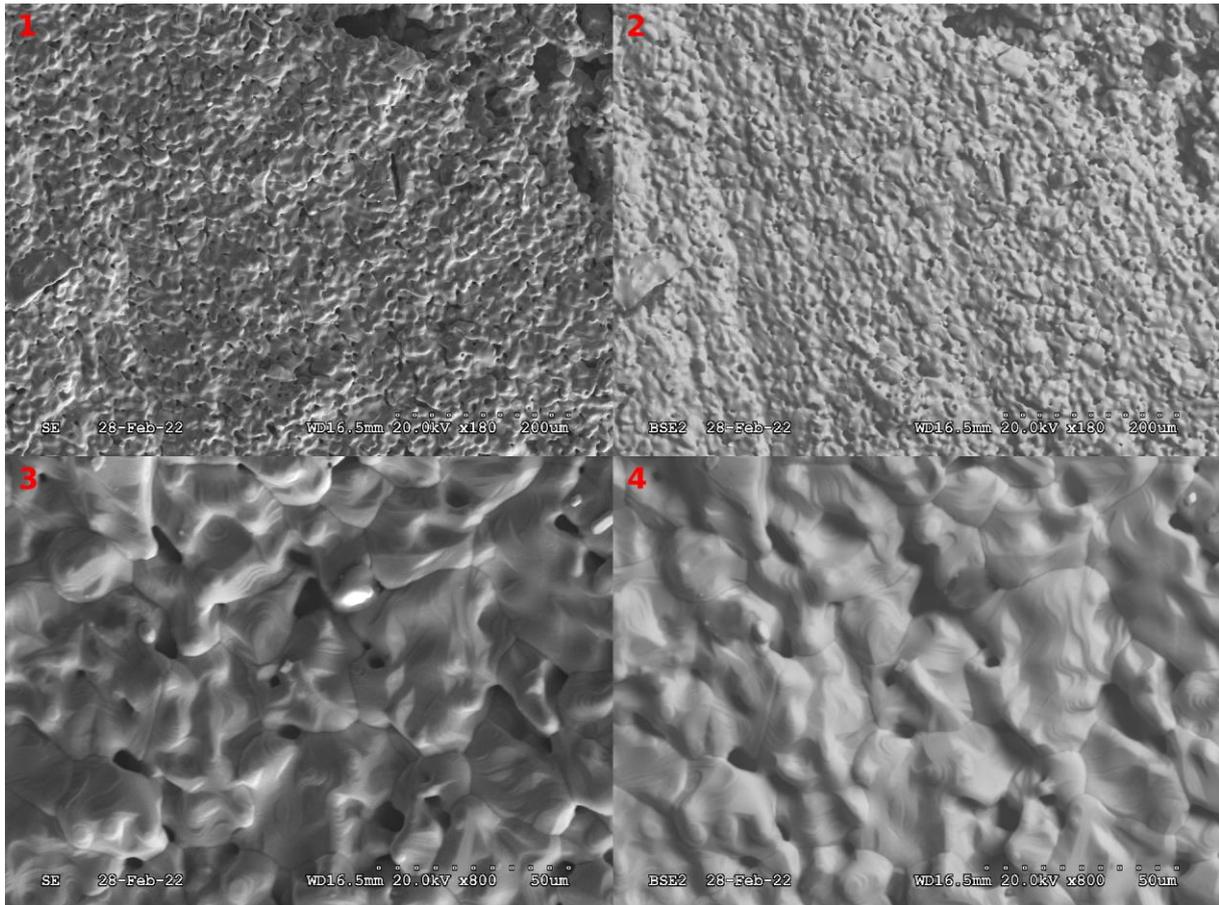


Figure 43 : Images MEB SE et BSE d'un échantillon CIM-like chargé à 30% et fritté de manière insatisfaisante à 1300°C sous N2

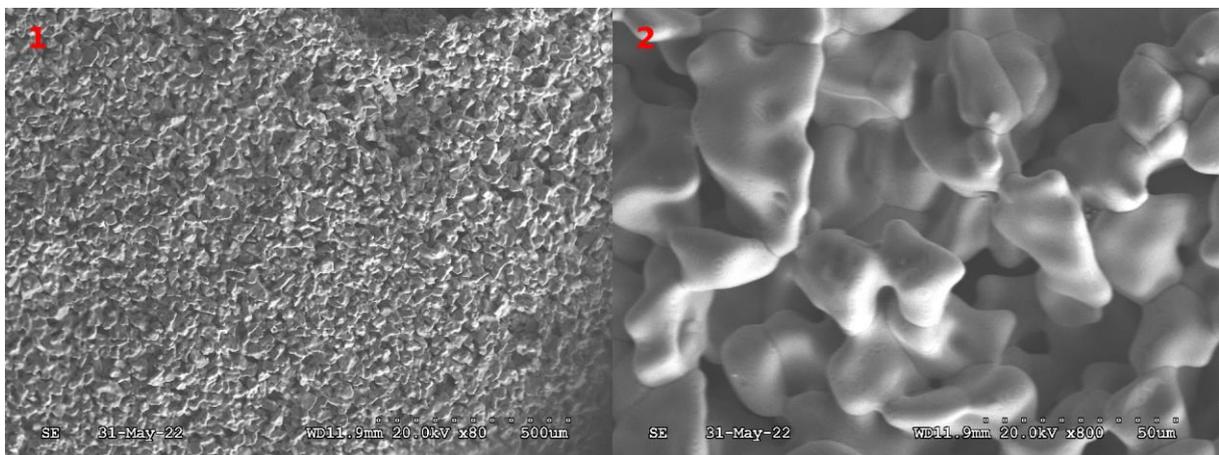


Figure 44 : Images MEB SE d'un échantillon DLP chargé à 30% et fritté de manière insatisfaisante à 1350°C sous N2

Ces observations se révèlent très utiles puisqu'une simple mesure de la masse volumique aurait conclu à un frittage acceptable d'après les valeurs, rapportées au Tableau 5, qui sont proches de la masse volumique de la poudre ( $5.0579 \text{ g/cm}^3$ ). Finalement, certains des échantillons qui semblaient avoir été densifiés de manière concluante ne présentent pas une surface lisse. Au contraire, de nombreuses porosités et une structure en grains agglomérés est observable. Bien que la taille des grains puisse être identifiée comme la source de cette variation, d'autres essais seront nécessaires pour confirmer cette hypothèse.

### Chapitre 3 : Développement d'un feedstock ferrite Manganèse Zinc

Il est intéressant de coupler les observations MEB à une analyse de la composition du matériau par spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS). Celle-ci permet d'identifier certains des éléments les plus lourds de l'échantillon. Pour cela, les photons rayons X issus de la désexcitation des atomes sont captés et leur fréquence est mesurée. Il est ensuite possible de lier cette valeur à un niveau d'énergie caractéristique d'une espèce chimique pour l'identifier. La Figure 45 donne les résultats d'un pointage EDS sur un échantillon CIM-like vert en visant un grain de poudre. De cette façon, la présence des éléments d'alliage dans la poudre de départ peut être vérifiée car on observe bien des raies caractéristiques du fer, du manganèse et du zinc<sup>5</sup>.

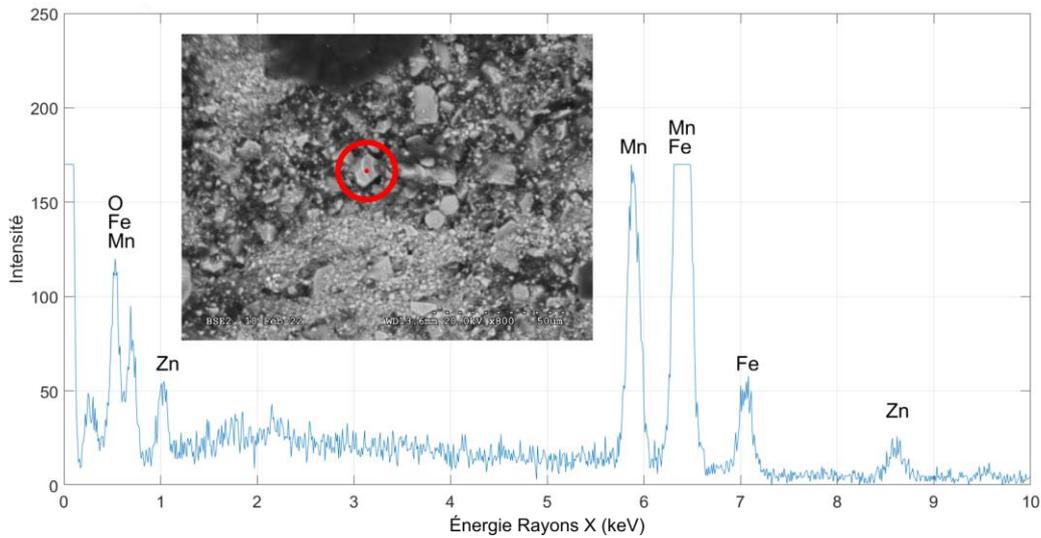


Figure 45 : Spectre EDS de la poudre de ferrite Mn-Zn vierge (encapsulée dans une pièce verte CIM-like)

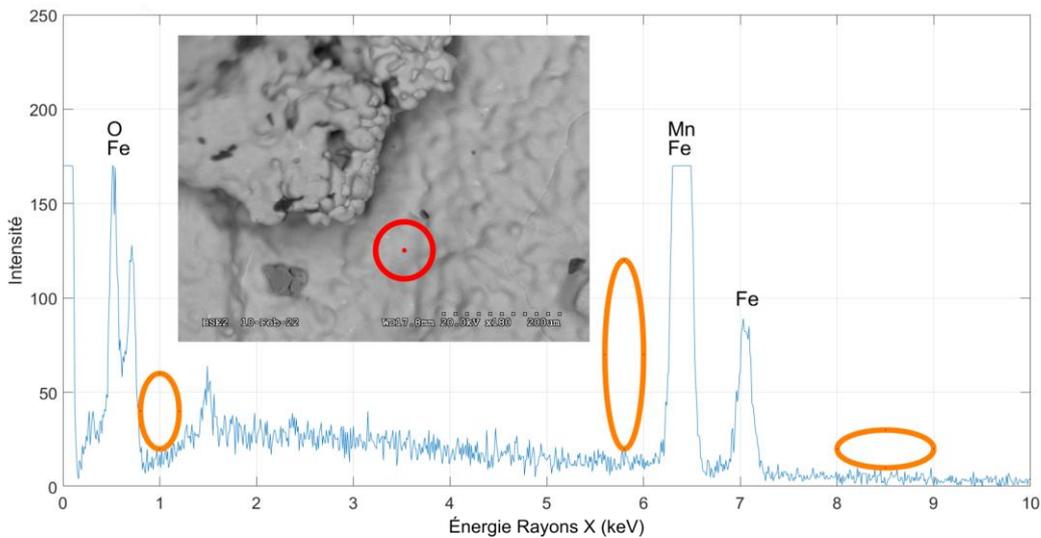


Figure 46 : Spectre EDS d'un tore fritté à 1450°C sous air

Cependant, certains des éléments d'alliage ne sont plus identifiables sur les analyses EDS des pièces frittées comme on peut le voir sur la Figure 46 sur laquelle les raies attendues pour le Mn et le Zn sont encadrés en orange. Ce manque est observé pour tous les échantillons frittés sous air. On retrouve toutefois la raie du manganèse pour les frittages sous azote. Ceci témoigne d'un traitement thermique problématique. L'hypothèse de la réaction de ions Mn et Zn avec le carbone présent dans la matrice

<sup>5</sup> Les raies identifiées avec plusieurs éléments correspondent à des raies distinctes mais très proches.

liante a été écartée car le spectre de la poudre frittée seule ne présente pas non plus de zinc. Le dernier facteur qui peut être incriminé est donc l'atmosphère et les conditions de frittage.

### 3.4.2.3 Perméabilité magnétique

La caractérisation magnétique représente l'évaluation la plus importante pour nos composants car elle doit vérifier la présence d'un comportement magnétique performant et permettre de valider la fabrication dans son ensemble. Des essais similaires à ceux employés au chapitre 2 sont mis en place pour évaluer les propriétés magnétiques des pièces à basse fréquence (Figure 47). Malheureusement, l'ensemble des mesures n'ont permis de relever que des performances magnétiques très faibles, quel que soit le procédé ou les conditions de frittage. La Figure 48 présente la caractérisation du tore CIM-like fritté à 1400°C sous air. Pour une fréquence d'excitation de 50 Hz, on observe une induction magnétique s'élevant à 25 mT pour un champ de 700 A/m. La perméabilité relative maximum atteint quant à elle une valeur de 28. Ces résultats sont bien plus faibles que ceux attendus pour un matériau ferrite classique. Par exemple, le matériau 3C90 de Ferroxcube est donné pour une induction maximum aux alentours de 350 mT ainsi qu'une perméabilité maximum de 2500.



Figure 47 : Tore en ferrite produit par le procédé CIM-like et préparé pour la caractérisation magnétique

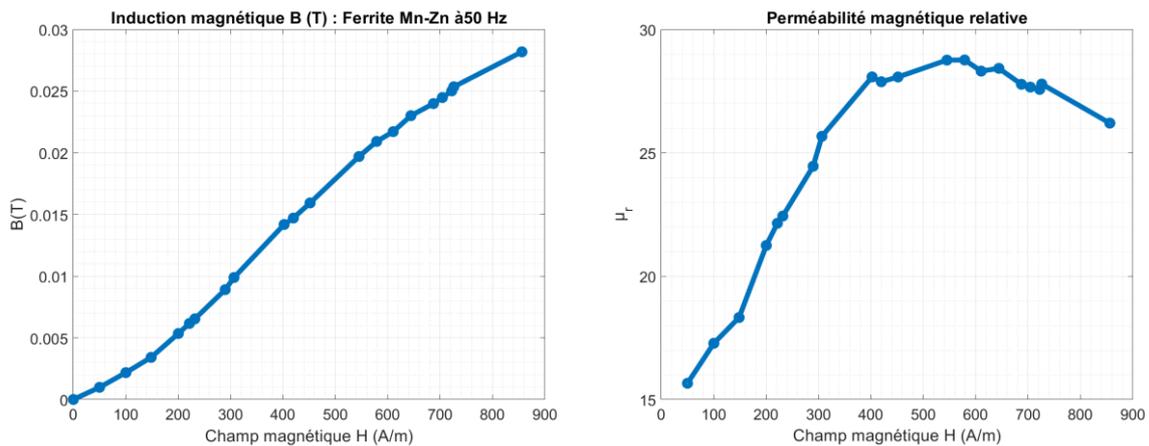


Figure 48 : Caractérisation magnétique d'un tore CIM-like fritté à 1400°C sous air

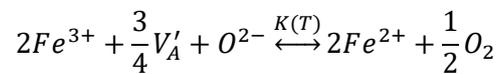
L'échantillon a beau être dense, il ne présente presque aucun comportement magnétique. Ceci vient appuyer l'observation d'un défaut dans la composition du matériau et permet de corroborer l'idée d'un frittage qui reste encore à optimiser.

### **Chapitre 3 : Développement d'un feedstock ferrite Manganèse Zinc**

Après une série d'échanges autour de ce problème et un travail bibliographique spécifique, on peut trouver une explication à ces faibles performances dans le fait que le contrôle de la composition de l'atmosphère de frittage n'est pas fait correctement.

### 3.5 Perspective : contrôle de la pression partielle en oxygène lors du frittage

Jusqu'ici, le traitement thermique n'a été effectué que sous un balayage d'azote ou sous air. En réalité l'obtention et la conservation d'une phase spinelle présentant un comportement ferrimagnétique, et donc l'obtention des propriétés magnétiques, passent par un dosage précis de la pression partielle en oxygène dans l'enceinte. Ce comportement est spécifique au cas des ferrites à base de manganèse. La Figure 49 présente un diagramme de phases pour un ferrite de composition similaire au notre et extrait des travaux de Blank [44]. Celui-ci présente l'évolution des phases en fonction de la température pour une pression partielle en oxygène donnée. Les frontières de phase en bleu matérialisent l'intervalle dans lequel le traitement thermique doit être effectué pour former et surtout conserver la phase spinelle indispensable pour obtenir un matériau ferrimagnétique. Les segments gris clair définissent des degrés d'oxydation fixes. Ceux-ci correspondent à la concentration massique en ions divalents  $Fe^{2+}$ . En effet, ces cations réagissent avec l'oxygène dans l'atmosphère de frittage pour donner un équilibre avec les ions trivalents  $Fe^{3+}$  selon la réaction suivante [45] :



dans laquelle  $V_A$  désigne les lacunes dans les sites d'insertion de type A. Un frittage idéal consiste à maintenir le ratio de la concentration en ion  $Fe^{2+}$  par rapport aux ions  $Fe^{3+}$ . En effet, différentes propriétés magnétiques du matériau dépendent de ce rapport telles que la conductivité électrique, la perméabilité magnétique ou les pertes.

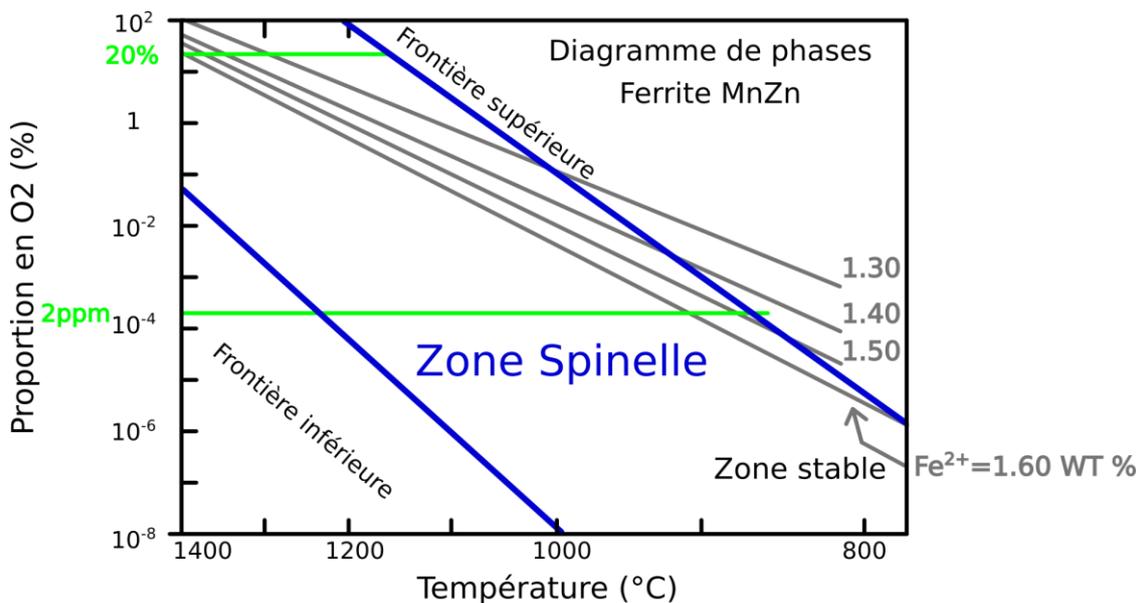


Figure 49 : Diagramme de phases du ferrite MnZn.  
54.6%  $Fe_2O_3$ , 29.3% MnO et 16.1% ZnO (% molaire) [44]

Dans notre cas, il n'est pas encore question de sélectionner et de suivre un degré d'oxydation puisque la conservation de la phase magnétique n'a déjà pas été respectée. En effet, les frittages sous air correspondent à l'utilisation d'une atmosphère principalement composée d'azote et d'oxygène, avec une pression partielle  $PO_2$  environ égale à 20 %. Dans ce cas, le diagramme de la Figure 49 nous montre bien que la frontière supérieure est traversée vers les 1300°C. Lors du refroidissement, il y a donc formation d'une nouvelle phase qui ne présente pas le comportement magnétique attendu. Dans le cas du frittage sous azote, la pureté des bouteilles de gaz utilisées est donnée inférieure à 2 parties par

million (2ppm en mole ou  $2 \cdot 10^{-4}$  %). C'est donc la limite inférieure qui est dépassée dans le cas d'un frittage qui dépasse les 1200°C. Il faut noter que la Figure 49 est ici utilisée pour illustrer les conditions de frittage qui sont problématiques. Nous ne disposons pas du diagramme de phase qui correspond exactement à la poudre utilisée et les limites inférieure et supérieure qui délimitent la zone spinelle peuvent être différentes dans notre cas.

Pour obtenir un matériau ferrite magnétique, il est donc nécessaire d'effectuer le frittage sous air, puis de contrôler l'environnement de manière dynamique au cours du refroidissement. L'objectif est tout d'abord de rester dans la zone de formation de la phase spinelle puis, de suivre l'une des lignes qui traduisent la conservation du degré d'oxydation. Pour cela, il est possible de faire varier le rapport entre deux débits de gaz : de l'air (mélange de 80% de N<sub>2</sub> et de 20% de O<sub>2</sub>) et de l'azote pur (N<sub>2</sub> à 100% avec 2 ppm de O<sub>2</sub>). Cependant, cette commande doit être faite de manière très précise car, pour suivre l'une des lignes d'iso-composition, il faut être en mesure de faire un dosage du taux d'oxygène de 20% jusqu'à au moins à  $2 \cdot 10^{-4}$  % pour accompagner le refroidissement jusqu'à 900°C, température pour laquelle il est rapporté que le matériau ne subit plus d'évolution [46]. L'utilisation de débitmètres programmables et précis au millilitre est donc nécessaire si l'on veut maintenir constante la proportion en ions Fe<sup>2+</sup>/Fe<sup>3+</sup>.

Dans un premier temps, une méthode plus simple pourra être mise en place en ne tenant pas compte de la conservation du degrés d'oxydation, mais seulement en veillant à ne pas dépasser les frontières de la phase spinelle. Celle-ci consiste à réaliser des paliers en ne modifiant que l'atmosphère ou la température à la fois. Le cycle décrira ainsi un escalier à deux marches dans le diagramme. Cette solution est décrite brièvement en annexe 5 et sera mise en place par la suite.

### 3.6 Synthèse et Conclusion

Au terme de cette partie des travaux consacrée à la mise en place de la fabrication additive pour le ferrite Mn-Zn, deux feedstocks pour les procédés d'impression CIM-like et DLP ont été développés. Différents essais ont permis de réutiliser les outils mis en place au chapitre 2. Les différentes techniques de validation et l'expérience acquise lors de la calibration du procédé pour les feedstocks MIM commerciaux ont permis de surmonter les différentes difficultés rencontrées. Ainsi, l'adaptation des étapes de mise en forme et de déliantage a réussi, et il est possible de créer des pièces vertes chargées qui sont manipulables jusqu'au traitement thermique.

L'étape finale de frittage s'est avérée être une tâche hautement technique. Les pièces réalisées ont pu être frittées et la densification a bien fonctionné. Toutefois, l'obtention de performances magnétiques s'est révélée être plus compliquée. En effet, le contrôle fin de la pression partielle en oxygène est une action spécifique au frittage des ferrites de type manganèse zinc. Bien qu'il s'agisse d'une méthode classique pour l'industrie des composants magnétiques haute fréquence, les connaissances pour le frittage des ferrite Mn-Zn n'ont été acquises que sur la fin du projet de thèse. Le frittage de ce type de ferrite est particulièrement complexe et reste donc à travailler et à optimiser. La bibliographie nous indique que les ferrite Ni-Zn peuvent se fritter sous air sans précaution lors de la phase de refroidissement [29]. Néanmoins, les bons résultats de densification et la qualité des pièces obtenues après déliantage laissent présager que seul ce contrôle de l'atmosphère nous sépare de l'obtention d'un composant magnétique en ferrite Mn-Zn par voie additive.

L'acquisition des équipements nécessaires et les derniers développements ont été entamés et constitueront les prochaines travaux mis en place sur cette thématique au sein des laboratoires.

#### 3.7 Références

- [1] T. Ayode Otitoju, P. Ugochukwu Okoye, G. Chen, Y. Li, M. Onyeka Okoye, and S. Li, "Advanced ceramic components: Materials, fabrication, and applications," *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, vol. 85, pp. 34–65, May 2020, doi: 10.1016/j.jiec.2020.02.002.
- [2] M. N. Rahaman, A. Yao, B. S. Bal, J. P. Garino, and M. D. Ries, "Ceramics for Prosthetic Hip and Knee Joint Replacement," *J American Ceramic Society*, vol. 90, no. 7, pp. 1965–1988, Jul. 2007, doi: 10.1111/j.1551-2916.2007.01725.x.
- [3] D. Rekow and V. P. Thompson, "Engineering long term clinical success of advanced ceramic prostheses," *J Mater Sci: Mater Med*, vol. 18, no. 1, pp. 47–56, Jan. 2007, doi: 10.1007/s10856-006-0661-1.
- [4] L. Qin, W. Sui, X. Wu, F. Yang, and S. Yang, "Additive manufacturing of ZrO<sub>2</sub> ceramic dental bridges by stereolithography," *RPJ*, vol. 24, no. 1, pp. 114–119, Jan. 2018, doi: 10.1108/RPJ-09-2016-0144.
- [5] V. Shumilov *et al.*, "Preparation of  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ceramic foams as catalyst carriers via the replica technique," *Catalysis Today*, vol. 383, pp. 64–73, Jan. 2022, doi: 10.1016/j.cattod.2020.09.019.
- [6] E. C. Hammel, O. L.-R. Ighodaro, and O. I. Okoli, "Processing and properties of advanced porous ceramics: An application based review," *Ceramics International*, vol. 40, no. 10, pp. 15351–15370, Dec. 2014, doi: 10.1016/j.ceramint.2014.06.095.
- [7] C. L. Cramer *et al.*, "Additive manufacturing of ceramic materials for energy applications: Road map and opportunities," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 42, no. 7, pp. 3049–3088, Jul. 2022, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2022.01.058.
- [8] S. Ayat, N. Simpson, B. Daguse, J. Rudolph, F. Lorenz, and D. Drury, "Design of Shaped-Profile Electrical Machine Windings for Multi-Material Additive Manufacture," in *2020 International Conference on Electrical Machines (ICEM)*, Gothenburg, Sweden, Aug. 2020, pp. 1554–1559. doi: 10.1109/ICEM49940.2020.9270945.
- [9] E. E. Riches, *Ferrites A Review of Materials and Applications*. 1972.
- [10] E. C. Snelling, *SOFT FERRITES - Properties and Applications*. 1969.
- [11] M. Zhou *et al.*, "Preparation of a defect-free alumina cutting tool via additive manufacturing based on stereolithography – Optimization of the drying and debinding processes," *Ceramics International*, vol. 42, no. 10, pp. 11598–11602, Aug. 2016, doi: 10.1016/j.ceramint.2016.04.050.
- [12] H. Wu *et al.*, "Effect of the particle size and the debinding process on the density of alumina ceramics fabricated by 3D printing based on stereolithography," *Ceramics International*, vol. 42, no. 15, pp. 17290–17294, Nov. 2016, doi: 10.1016/j.ceramint.2016.08.024.
- [13] L. Liu *et al.*, "Design and Additive Manufacturing of Multi-Permeability Magnetic Cores," p. 6, 2017.
- [14] E. Peng, X. Wei, T. S. Heng, U. Garbe, D. Yu, and J. Ding, "Ferrite-based soft and hard magnetic structures by extrusion free-forming," *RSC Adv.*, vol. 7, no. 43, pp. 27128–27138, 2017, doi: 10.1039/C7RA03251J.
- [15] Y. Wang, F. Castles, and P. S. Grant, "3D Printing of NiZn ferrite/ABS Magnetic Composites for Electromagnetic Devices," *MRS Proc.*, vol. 1788, pp. 29–35, 2015, doi: 10.1557/opl.2015.661.
- [16] J. Gonzalez-Gutierrez, S. Cano, S. Schuschnigg, C. Kukla, J. Sapkota, and C. Holzer, "Additive Manufacturing of Metallic and Ceramic Components by the Material Extrusion of Highly-Filled Polymers: A Review and Future Perspectives," *Materials*, vol. 11, no. 5, p. 840, May 2018, doi: 10.3390/ma11050840.
- [17] M. L. Griffith and J. W. Halloran, "Freeform fabrication of ceramics via stereolithography," 1996.

- [18] C. He *et al.*, “Digital light processing of complex-shaped 3D-zircon (ZrSiO<sub>4</sub>) ceramic components from a photocurable polysiloxane/ZrO<sub>2</sub> slurry,” *Ceramics International*, Sep. 2021, doi: 10.1016/j.ceramint.2021.08.189.
- [19] A. Gahler, J. G. Heinrich, and J. Günster, “Direct Laser Sintering of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>?SiO<sub>2</sub> Dental Ceramic Components by Layer-Wise Slurry Deposition,” *J American Ceramic Society*, vol. 89, no. 10, pp. 3076–3080, Oct. 2006, doi: 10.1111/j.1551-2916.2006.01217.x.
- [20] S. K. Dhinesh *et al.*, “Recent trends in additive manufacturing of electronics devices,” *Materials Today: Proceedings*, vol. 66, pp. 928–941, 2022, doi: 10.1016/j.matpr.2022.04.654.
- [21] F. Bernier, M. Ibrahim, M. Mihai, Y. Thomas, and J.-M. Lamarre, “Additive manufacturing of soft and hard magnetic materials used in electrical machines,” *Metal Powder Report*, vol. 75, no. 6, pp. 334–343, Nov. 2020, doi: 10.1016/j.mprp.2019.12.002.
- [22] V. Chaudhary, S. A. Mantri, R. V. Ramanujan, and R. Banerjee, “Additive manufacturing of magnetic materials,” *Progress in Materials Science*, vol. 114, p. 100688, Oct. 2020, doi: 10.1016/j.pmatsci.2020.100688.
- [23] R. R. Kumar and K. Alok, “Adoption of electric vehicle: A literature review and prospects for sustainability,” *Journal of Cleaner Production*, vol. 253, p. 119911, Apr. 2020, doi: 10.1016/j.jclepro.2019.119911.
- [24] A. Goldman, *Modern ferrite technology*, 2nd ed. New York: Springer, 2006.
- [25] M. Dirksen and C. Feldmann, “Holistic evaluation of the impacts of additive manufacturing on sustainability, distribution costs, and time in global supply chains,” *Transportation Research Procedia*, vol. 48, pp. 2140–2165, 2020, doi: 10.1016/j.trpro.2020.08.272.
- [26] Magnetic Materials Producers Association, “Soft Ferrites, A user’s guide,” Chicago, IL, 1998.
- [27] G. Frajer, “Synthèses, mise en forme et étude des propriétés magnétiques de ferrites (Ni,Zn,Cu,Co)Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> en fréquence,” p. 242.
- [28] H. Su, H. Zhang, X. Tang, and X. Wei, “Effects of calcining and sintering parameters on the magnetic properties of high-permeability MnZn ferrites,” *IEEE Transactions on Magnetics*, vol. 41, no. 11, pp. 4225–4228, Nov. 2005, doi: 10.1109/TMAG.2005.855327.
- [29] R. Lebourgeois, “Ferrites faibles pertes pour applications fréquentielles,” p. 31, 2014.
- [30] T. WAECKERLÉ, “Matériaux magnétiques doux cristallins Magnétisme et métallurgie appliqués,” *Techniques de l’ingénieur Matériaux magnétiques en électrotechnique*, vol. base documentaire : TIB259DUO., no. ref. article : d2121, 2010, [Online]. Available: <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/energies-th4/materiaux-magnetiques-en-electrotechnique-42259210/materiaux-magnetiques-doux-cristallins-d2121/>
- [31] R. B. Tangsali, S. H. Keluskar, G. K. Naik, and J. S. Budkuley, “Effect Of Sintering Conditions On Magnetic Properties Of Nanoparticle Mn – Zn Ferrite Synthesized With Nitrilotriacetate Precursor Method,” *Int. J. Nanosci.*, vol. 03, no. 04n05, pp. 589–597, Aug. 2004, doi: 10.1142/S0219581X04002413.
- [32] R. B. Tangsali, S. H. Keluskar, G. K. Naik, and J. S. Budkuley, “Effect of sintering conditions on resistivity of nanoparticle Mn–Zn ferrite prepared by nitrilotriacetate precursor method,” *J Mater Sci*, vol. 42, no. 3, pp. 878–882, Feb. 2007, doi: 10.1007/s10853-006-0017-8.
- [33] P. Thakur, R. Sharma, V. Sharma, and P. Sharma, “Structural and optical properties of Mn<sub>0.5</sub>Zn<sub>0.5</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nano ferrites: Effect of sintering temperature,” *Materials Chemistry and Physics*, vol. 193, pp. 285–289, Jun. 2017, doi: 10.1016/j.matchemphys.2017.02.043.

- [34] S. Sanatombi, S. Sumitra, and S. Ibetombi, "Influence of Sintering on the Structural, Electrical, and Magnetic Properties of Li–Ni–Mn–Zn Ferrite Synthesized by Citrate Precursor Method," *Iran J Sci Technol Trans Sci*, vol. 42, no. 4, pp. 2397–2406, Dec. 2018, doi: 10.1007/s40995-017-0405-8.
- [35] V. T. Zaspalis, E. Antoniadis, E. Papazoglou, V. Tsakaloudi, L. Nalbandian, and C. A. Sikalidis, "The effect of Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dopant on the structural and magnetic properties of MnZn-ferrites," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 250, pp. 98–109, Sep. 2002, doi: 10.1016/S0304-8853(02)00367-0.
- [36] C. Beatrice *et al.*, "Magnetic loss, permeability, and anisotropy compensation in CoO-doped Mn-Zn ferrites," *AIP Advances*, vol. 8, no. 4, p. 047803, Apr. 2018, doi: 10.1063/1.4993718.
- [37] A. Royer, "Etude, caractérisations et développement de mélanges de polymères biosourcés chargés de poudre d'Inconel 718 pour l'élaboration de composants et micro-composants via moulage par injection de poudres métalliques," p. 166.
- [38] C. Duty *et al.*, "What makes a material printable? A viscoelastic model for extrusion-based 3D printing of polymers," *Journal of Manufacturing Processes*, vol. 35, pp. 526–537, Oct. 2018, doi: 10.1016/j.jmapro.2018.08.008.
- [39] C. W. Hull, "Apparatus for production of three-dimensional objects by stereolithography," US4575330A, Mar. 11, 1986 Accessed: Sep. 09, 2020. [Online]. Available: <https://patents.google.com/patent/US4575330A/en?q=St%C3%A9r%C3%A9olithographie+Apparatus&scholar&oq=St%C3%A9r%C3%A9olithographie+Apparatus&sort=old>
- [40] C. Zhang, Y. Yuan, Y. Zeng, and J. Chen, "DLP 3D printed silica-doped HAp ceramic scaffolds inspired by the trabecular bone structure," *Ceramics International*, vol. 48, no. 19, pp. 27765–27773, Oct. 2022, doi: 10.1016/j.ceramint.2022.06.077.
- [41] A. Bhatia and A. K. Sehgal, "Additive manufacturing materials, methods and applications: A review," *Materials Today: Proceedings*, p. S2214785321032995, May 2021, doi: 10.1016/j.matpr.2021.04.379.
- [42] R. Schwalm, "Photoinitiators and Photopolymerization," in *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, K. H. J. Buschow, R. W. Cahn, M. C. Flemings, B. Ilshner, E. J. Kramer, S. Mahajan, and P. Veysseyre, Eds. Oxford: Elsevier, 2001, pp. 6946–6951. doi: 10.1016/B0-08-043152-6/01230-4.
- [43] W.-B. Lim *et al.*, "A novel UV-curable acryl-polyurethane for flexural 3D printing architectures," *Additive Manufacturing*, vol. 51, p. 102625, Mar. 2022, doi: 10.1016/j.addma.2022.102625.
- [44] J. M. Blank, "Equilibrium Atmosphere Schedules for the Cooling of Ferrites," *Journal of Applied Physics*, vol. 32, no. 3, pp. S378–S379, Mar. 1961, doi: 10.1063/1.2000479.
- [45] V. T. Zaspalis, V. Tsakaloudi, and G. Kogias, "MnZn-ferrites: Targeted Material Design for New Emerging Application Products," *EPJ Web of Conferences*, vol. 75, p. 04004, 2014, doi: 10.1051/epjconf/20147504004.
- [46] R. Morineau and M. Paulus, "Chart of PO<sub>2</sub> versus temperature and oxidation degree for Mn-Zn ferrites in the composition range : 50 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> < 54 ; 20 < MnO < 35 ; 11 < ZnO < 30 (mole %)," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 11, no. 5, pp. 1312–1314, Sep. 1975, doi: 10.1109/TMAG.1975.1058882.



## 4 Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive

4 Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive .....	153
4.1 Introduction et positionnement.....	154
4.1.1 Conception par optimisation topologique .....	154
4.1.2 Choix d'un modèle magnétique .....	156
4.1.3 Impact du procédé .....	157
4.2 Problème d'optimisation topologique .....	160
4.2.1 Modèle à réluctances maillées.....	160
4.2.2 Mise en place de l'optimisation .....	168
4.2.3 Calculs du gradient .....	172
4.2.4 Résultat.....	179
4.2.5 Conclusion intermédiaire .....	186
4.3 Impression et caractérisation des formes obtenues.....	188
4.3.1 Passage en STL.....	188
4.3.2 Mesures expérimentales .....	191
4.4 Étude de l'impact du procédé sur les performances .....	193
4.4.1 Éprouvettes de traction en acier inoxydable 316L.....	193
4.4.2 Tores magnétiques en fer silicium 3%.....	200
4.5 Conclusion .....	203
4.6 Références bibliographiques .....	205

## 4.1 Introduction et positionnement

Fabrication additive et géométrie complexe vont de pair. Lorsqu'ils sont présentés, les procédés d'impression 3D sont souvent mis en avant pour la grande liberté de forme [1] et la flexibilité [2] qu'ils offrent au processus de conception. Celui-ci dispose en effet de nouvelles opportunités lors de la création d'une pièce. Il est d'abord possible d'incorporer des éléments difficiles voire impossibles à réaliser par des procédés classiques : la création de structures lacunaires, de formes creuses parfaitement étanches ou d'éléments inaccessibles une fois la pièce finie [3]. Bien entendu, dans certains cas, des composants relativement complexes peuvent être réalisés à l'aide de procédés de fabrication conventionnels tels que l'usinage par contrôle numérique ou le moulage. Cependant, ces méthodes ne sont pas toujours idéales. Elles engendrent une perte importante de la matière du brut de départ et requièrent la préparation préalable d'éléments complexes. À l'inverse, les techniques d'impression 3D ne nécessitent pas le développement d'une chaîne d'outils spécifiquement dédiée à un composant et se contentent généralement de déposer la quantité de matière utile à la pièce finale. Elles orientent ainsi vers une économie de moyens lors de la mise en place de la fabrication tout en permettant une utilisation plus efficace des ressources [4]. Ces solutions restent donc plus simples et intéressantes à utiliser dans de nombreuses situations [5], en particulier lorsqu'il s'agit de produire des formes originales ou complexes.

L'optimisation topologique et les composants qui en sont issus s'inscrivent bien dans cette démarche et peuvent profiter des capacités offertes par la fabrication additive. En effet, cette méthode de conception propose des géométries qui améliorent fortement les performances d'un système mais qui sont le plus souvent difficilement réalisables par des procédés conventionnels [6], [7].

La bibliographie du domaine du génie électrique comprend de nombreux travaux qui traitent de l'optimisation topologique, en particulier pour les composants magnétiques et les machines tournantes [8]. Cependant, peu d'exemples poursuivent vers une réalisation concrète en particulier lorsqu'il s'agit de structures complexes. Certains auteurs font néanmoins le lien entre optimisation topologique et fabrication additive. On peut donner l'exemple des aimants composites Nylon + NdFeB imprimés par Huber et al. à l'aide d'un procédé FFF [9]. Ces travaux proposent de maximiser l'induction en un point de l'espace en déterminant la forme de l'aimant par optimisation topologique, ou encore de créer une distribution linéaire de l'induction magnétique. Un autre exemple est celui de Manninen et al. [10], qui optimisent une machine à réluctance synchrone en considérant les propriétés magnétiques d'un matériau imprimé, permettant ainsi d'inclure une partie des contraintes du procédé dans le processus d'optimisation [11]. Ce dernier point est crucial pour permettre l'obtention de géométries réellement optimales. Les procédés de fabrication additive peuvent particulièrement impacter les performances des pièces. Il est donc nécessaire d'identifier l'origine des phénomènes et les effets sur les propriétés pour être en mesure d'intégrer ces spécificités aux modèles sur lesquels s'appuient les processus d'optimisation topologique.

### 4.1.1 Conception par optimisation topologique

Par optimisation, on entend ici la détermination du meilleur jeu de paramètres pour un problème multi variables [12]. Ce dernier a pour but d'améliorer les performances d'un système physique sous une ou plusieurs contraintes. Dans le cadre de l'optimisation topologique, on associe le problème à un espace de design dont la modification des variables revient à changer la forme de la pièce. L'algorithme ajoute ou retire de la matière là où c'est nécessaire en vue d'améliorer le comportement de l'objet. En

## Chapitre 4 : Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive

particulier, on utilise le qualificatif « topologique » car le placement de la matière n'est pas guidé à priori. La géométrie de l'objet obtenu n'est donc pas prédéterminée comme elle pourrait l'être pour une optimisation de forme qui porte uniquement sur la modification des dimensions.

La convergence vers une topologie optimale est guidée à la fois : par la minimisation d'une fonction objectif ; par les contraintes auxquelles le problème est soumis ; et par les limites physiques imposées par l'espace de conception. Ainsi, le problème d'optimisation s'écrit :

$$\begin{aligned} \min_{\rho} f(\rho) \\ \text{s. t. } g(\rho) < 0 \\ h(\rho) = 0 \\ l_b < \rho_i < u_b \end{aligned}$$

Avec  $f$  la fonction objectif,  $\rho$  le vecteur des variables de conception,  $g$  et  $h$  des fonctions qui traduisent les contraintes d'inégalité et d'égalité et  $l_b, u_b$  les bornes que chaque variables  $\rho_i$  doivent respecter. Pour procéder à la minimisation d'un objectif, l'algorithme d'optimisation a recours à un processus itératif au cours duquel il devra effectuer les différentes évaluations de la fonction objectif et des contraintes. Pour déterminer la valeur de la fonction objectif, l'optimisation topologique s'appuie sur un modèle physique de l'objet simulé qui sera appelé plusieurs fois. Ce processus est schématisé sur la Figure 1, pour l'optimisation topologique d'une inductance. À chaque itération, les variables de conception (également appelées variables de design) sont modifiées par l'algorithme pour tenter de converger vers une solution optimale. Ces variables de conception forment la géométrie du système en représentant la présence ou l'absence de matière. Elles constituent les variables d'entrées du modèle dont la résolution permet d'accéder aux grandeurs physiques utilisées pour définir la fonction objectif. Enfin, cette fonction objectif permet d'évaluer cette nouvelle forme candidate, selon les critères d'intérêts, pour permettre à l'algorithme de faire un nouveau choix de variables de conception ou d'arrêter le processus.

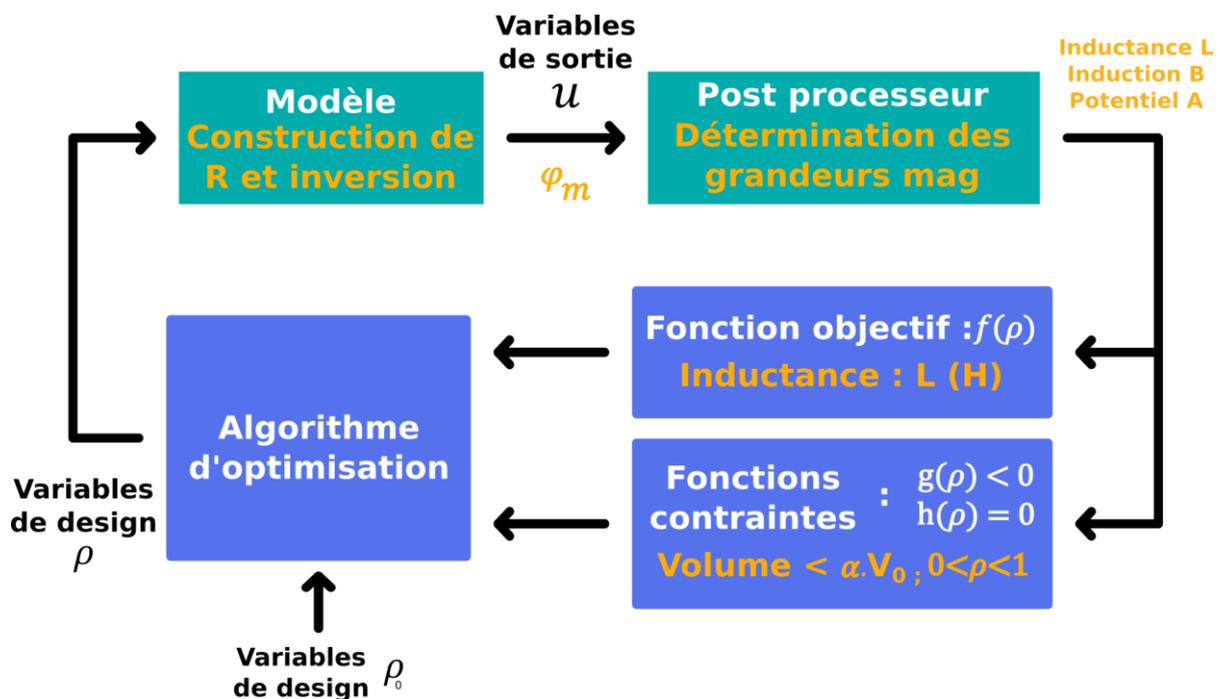


Figure 1 : Processus d'optimisation itératif

On comprend que le temps nécessaire au modèle pour effectuer un calcul impacte fortement la capacité à compléter un travail d'optimisation complet dans des délais acceptables. De plus, le choix de la stratégie selon laquelle ces variables sont modifiées dépendra grandement de la nature du problème envisagé, de ses dimensions et du type de variables utilisées. Celui-ci pourra également influencer sur la façon par laquelle la solution est obtenue et sur la rapidité de la convergence.

En effet, le temps d'exécution d'un travail d'optimisation est fortement dépendant du type d'algorithme utilisé. Ceux basés sur le calcul du gradient sont souvent utilisés pour leur efficacité, c'est-à-dire trouver une solution en un temps rapide. Cependant les méthodes de gradient peuvent être bloquées par un minimum local car elles ne comportent pas de phase d'exploration (ce sont des méthodes locales). Ensuite, l'évaluation du gradient peut constituer un point délicat lorsque le nombre de variables augmente. Par exemple, la différence finie est la méthode la plus simple pour évaluer un gradient, mais une différence finie à droite nécessite de connaître la valeur au point courant et il est nécessaire d'évaluer le modèle autant de fois qu'il y a de variables de conception. Pour pallier ce problème qui s'accroît avec la taille du domaine d'optimisation, il est possible de recourir à une détermination préalable du gradient [13], [14]. L'objectif est de calculer en une fois le gradient grâce à un développement mathématique à partir du système d'équations à résoudre pour obtenir l'état magnétique du système. Cette méthode dite de la variable adjointe demande un temps supplémentaire au concepteur pour réaliser les calculs analytiques en amont des travaux d'optimisation, mais elle permet par la suite de réduire de manière significative le temps nécessaire à chaque itération, en particulier pour les problèmes faisant intervenir un très grand nombre de variables comme celui que nous considérons.

#### 4.1.2 Choix d'un modèle magnétique

Dans la très grande majorité des cas, on oppose les modèles analytiques aux modèles qui ont recours aux éléments finis. Les modèles analytiques se définissent par l'utilisation d'un calcul mathématique relativement simple en termes de ressources. Leur résolution donne accès aux grandeurs globales du système et dépend peu de sa taille mais, elle présuppose des hypothèses fortes sur les géométries considérées et sur les conditions dans lesquelles celles-ci sont étudiées. Les modèles éléments finis consistent à subdiviser la géométrie et son environnement en une multitude de domaines discrets dans lesquels les équations aux dérivées partielles qui régissent le comportement des grandeurs physiques pourront être linéarisées. La résolution du système d'équations obtenu permet ensuite d'obtenir une solution approchée de l'évolution des grandeurs physiques. La qualité de cette approximation dépend principalement de la finesse du maillage utilisé. Celui-ci doit découper le domaine de modélisation de la manière la plus fidèle possible, ce qui résulte en la création d'une multitude d'éléments pour décrire spécialement les phénomènes physiques considérés. Cette méthode nécessite très peu d'hypothèses simplificatrices. Malheureusement, la résolution d'un tel système requiert un très grand nombre de calculs. Ceci se traduit le plus souvent par des temps de simulation longs qui peuvent atteindre une journée pour des modèles de plusieurs millions d'éléments et notamment pour des modèles 3D.

Le domaine du génie électrique fait très souvent appel à des outils de modélisation qui peuvent prendre des formes diverses en fonction du dispositif et de la physique étudiée. Par exemple, la distribution du champ magnétique dans le rotor et le stator d'une machine électrique tournante peut être déterminée à l'aide d'une simulation par éléments finis. Cela permet d'obtenir une carte de champ détaillée. On peut ainsi envisager l'étude des pertes fer grâce à la description locale et

## Chapitre 4 : Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive

temporelle du champ magnétique [15], ou la détermination de l'ondulation de couple pour différentes structures de machines [16]. Les modèles analytiques sont également des outils pratiques de modélisation. On peut donner l'exemple de l'étude du contenu harmonique de la force magnéto motrice d'une machine lors de son fonctionnement [17]. Pour cela, le modèle est construit en prenant différentes hypothèses telles que l'orientation radiale du champ magnétique dans l'entrefer. L'objectif est d'obtenir une valeur qui résulte de l'étude globale du dispositif, mais qui pourra être recalculée rapidement pour de nombreuses configurations différentes. Il est alors possible de faire varier plusieurs paramètres directement pris en compte dans les calculs (fonctionnement à différents régimes de vitesse, différents nombres de pôles ou positionnement du bobinage, etc...), ce qui est très souple d'utilisation.

Dans le cas où l'on veut s'attaquer à la topologie d'un composant, on se retrouve bien souvent contraint d'utiliser des modèles par éléments finis bien que ceux-ci puissent être coûteux en temps de calcul et être assez imperméables (modèle boîte noire). En effet, seule une méthode qui discrétise l'espace donne la possibilité de modifier le positionnement de la matière et le calcul doit rester précis. Par conséquent, dans les travaux présentés, un modèle à réluctances maillées est utilisé. Ce type de modèle se base sur une approche circuit en discrétisant le matériau magnétique en plusieurs nœuds répartis de manière régulière. Ce modèle se comporte comme un modèle éléments finis en magnétostatique mais présente comme avantage que le code et la structure de résolution soient parfaitement accessibles. De plus, il a été développé dans le même langage que l'outil d'optimisation que nous utilisons, ce qui facilite fortement le couplage. La conséquence est la possibilité d'avoir des temps de calculs réduits. La rapidité de résolution étant un élément important pour ce type de travail.

### 4.1.3 Impact du procédé

Un dernier aspect crucial consiste en la validation des résultats obtenus par l'optimisation et du fait que le modèle rend bien compte de la physique du dispositif simulé. Par définition, la mise en place d'un modèle consiste en une représentation simplifiée de la réalité. Certaines hypothèses sont posées pour restreindre l'étude à un cas particulier ou pour négliger certains phénomènes jugés peu ou pas impactant. Cette simplification est faite pour alléger, accélérer ou tout simplement permettre la résolution mathématique. Dans le cas d'un modèle magnétostatique comme le nôtre, le fonctionnement à champ constant fait par exemple abstraction des phénomènes de courants induits. Cette hypothèse est acceptable si l'on considère un ferrite dont la résistivité est élevée puisque son comportement magnétique ne sera pas fortement impacté par ces courants. De manière similaire, en considérant un comportement magnétique linéaire, il sera nécessaire de ne simuler que des niveaux de champ suffisamment faibles pour ne pas approcher la saturation du matériau.

La fabrication additive est un procédé segmenté par définition. Le fait de construire un objet par superposition de couches de matériaux, elles même composées de plusieurs lignes, est source de difficultés. Si on considère le procédé par dépôt de fils fondus pour un polymère, il est possible d'identifier l'impact du réglage de certains paramètres sur le processus et sur la qualité de la pièce. Par exemple, un débit d'extrusion trop faible mènera à l'apparition de porosités ; la température et la vitesse d'impression influenceront sur la cohésion finale de la pièce et sur sa précision géométrique. De même, le choix de la disposition des segments de matière joue sur sa résistance mécanique.

Un grand nombre de publications qui traitent de solutions de fabrication additive s'intéressent à l'impact que peuvent avoir ces procédés sur les propriétés de la pièce finale. Des différences de

performances peuvent apparaître en fonction des paramètres de fonctionnement qui sont utilisés. Par exemple, les températures et temps de frittage qui interviennent dans les procédés indirects d'impression métal impactent fortement la microstructure des matériaux et donc certaines de leurs propriétés. Pour étudier cela, Beatrice et al. [18] réalisent plusieurs frittages de pièces magnétiques en ferrite Mn-Zn. Pour les traitements effectués aux plus hautes températures, une croissance de la taille de grains ainsi qu'une augmentation des pertes magnétiques sont observées. Le rôle d'autres paramètres spécifiques à l'étape d'impression est aussi étudié. Si on considère le cas d'une imprimante SLM, la vitesse de déplacement du laser et sa puissance influent sur la masse volumique de la pièce finale mais également sur la dureté et la résistance mécanique des métaux produits [19], [20]. Le mauvais réglage de ces paramètres peut également être à l'origine de la création de porosités fermées comme le montrent les travaux de Sun et al. [21]. De même, Dupuy et al. [22] observent un impact de la puissance du laser et de la distance entre deux lignes d'impression sur les pertes magnétiques de pièces imprimées avec un acier magnétique 16MnCr5.

Parmi les nombreux paramètres d'impression qui peuvent être modifiés, le choix de l'orientation du découpage en couches de la pièce est très souvent abordé. En effet, l'interface entre chacune des couches peut représenter un point faible mécaniquement du fait de la formation de porosités et d'une mauvaise cohésion de la matière. Kurose et al. [23] ainsi que Hassan et al. [24] observent ainsi des allongements à rupture et des résistances mécaniques différentes en fonction de l'orientation de la pièce sur le plateau d'impression. Dans ces travaux, la pièce est également réalisée via un procédé d'extrusion de polymères chargés en acier inoxydable 316L et suivi d'un frittage. Certaines éprouvettes de traction sont imprimées à plat et d'autres sont imprimées debout. Les secondes présentent beaucoup plus d'interfaces qui sont imparfaites dans le sens de l'effort de traction et se rompent par conséquent bien plus tôt. En effet, le contact entre couches dans la pièce verte peut ne pas être bon à cause des conditions de dépôt difficiles [25]. Cette stratégie de découpage impacte également les dimensions finales. En effet, le retrait des pièces qui apparaît lors du frittage se fait de manière anisotrope. Ceci est dû à une différence de la répartition des poudres dans la pièce qui est liée à l'orientation des couches d'impression. Enfin, la présence de porosités entre couches influe également sur le comportement magnétique du matériau imprimé. Les vides dans la matière provoquent des variations de la section traversée par le flux magnétique. Par conséquent, on observe une anisotropie magnétique en fonction de l'orientation des couches d'impression. L'impact de ce phénomène sur la perméabilité apparente du composant est étudié par Pham et al. [26] pour des pièces cubiques en Fe6.75%Si fabriquées par projection de liant sur un lit de poudre.

D'autres auteurs s'intéressent non pas à l'orientation des couches mais aux motifs utilisés pour remplir l'intérieur des pièces. Ceux-ci peuvent influencer sur le taux de porosité, la masse volumique après frittage et l'état de surface comme l'observent Galati et al. [27]. Ici, les auteurs ont recours à un procédé FFF commercial (procédé ADAM de la société Markforged) alimenté par un feedstock de polymère chargé en poudre d'acier inoxydable 17-4PH. Pour réaliser des composants magnétiques, Bollig et al. [28] utilisent des motifs de remplissage différents (en lignes ou en nids d'abeilles) et de densités variées pour observer l'impact que ces structures peuvent avoir sur le cycle d'hystérésis du matériau obtenu. Ils utilisent pour cela un filament chargé en poudre de fer dont le liant est conservé lors de la caractérisation. Enfin, Lammer et al. [29] effectuent une étude similaire sur le comportement magnétique d'un acier H13 produit par SLM pour réaliser un rotor de moteur à aimants permanents. Leurs motifs de remplissage sont constitués de structures lattices 3D plus complexes et lacunaires qui impactent de manière conséquente le cycle B-H.

## Chapitre 4 : Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive

Pour la plupart des procédés, on observe qu'il est possible de réaliser la même géométrie pour des pièces construites avec une multitude de paramètres différents. Ceux-ci peuvent avoir un impact important sur la structure de la pièce et sur les propriétés du matériau résultant. Dans notre cas, avec un procédé en 3 étapes, la densification d'une pièce imprimée constitue un point délicat. Les défauts liés à l'impression et visibles en surface restent présents après le frittage bien qu'ils suivent le retrait général de la pièce. Le motif interne de remplissage dessiné lors de l'impression est également identifiable après le traitement thermique. Ainsi, on observe un impact important de la structure sur les performances, en particulier sur les propriétés magnétiques des pièces produites. L'ensemble des méthodes d'impression 3D rencontre des difficultés similaires. Elles constituent un point spécifique à ce type de procédés. Si certains phénomènes problématiques pourront être résorbés en modifiant les paramètres d'impression, dans la plupart des cas, l'impact du procédé reste présent et devient par conséquent une contrainte à intégrer lors de la conception. Pour être capable de prendre en compte ces éléments dans la modélisation et la conception des pièces, l'étude de leur impact sur les performances finales est nécessaire.

Par conséquent, la structure de ce dernier chapitre est divisée en deux parties. Dans un premier temps, un modèle magnétostatique à réluctances maillées est d'abord présenté et utilisé pour la simulation d'un composant magnétique passif. Après validation à l'aide d'une simulation par éléments finis, ce modèle est exploité au sein d'un processus d'optimisation topologique. L'inductance d'un noyau magnétique bobiné est maximisée pour un volume contraint. L'algorithme utilisé est basé sur une descente de gradient dont le calcul est accéléré par l'application de la méthode de la variable adjointe. Ceci permet de considérer plusieurs milliers de variables de conception jusqu'au million. La mise en place du modèle et les calculs du gradient de la fonction objectif sont détaillés, puis les géométries optimisées obtenues sont présentées. Dans un second temps, l'impact de la stratégie d'impression sur les performances de pièces produites par MIM-like est étudiée. Pour cela, il est décidé de soumettre des échantillons produits par le procédé MIM-like à deux types de caractérisation. Des éprouvettes de tractions imprimées et frittées en 316L sont caractérisées par des essais de traction monotone. Trois stratégies sont comparées en disposant les lignes de matière parallèlement ou perpendiculairement à la direction de traction, ainsi qu'en utilisant un remplissage fait de couches alternées à 45°. La deuxième caractérisation des performances concerne le Fe3%Si et porte sur la mesure de la perméabilité magnétique et de l'induction maximale dans des tores bobinés. Ici, deux stratégies sont envisagées en plaçant les segments de matière de manière radiale (c'est-à-dire perpendiculaire au flux dans un tore) et ortho radiale (c'est-à-dire tangente au flux). Ces travaux permettent notamment d'illustrer la présence d'une anisotropie magnétique induite par l'étape d'impression et la nécessité de modifier la modélisation magnétique pour intégrer ces phénomènes au processus de conception.

## 4.2 Problème d'optimisation topologique

### 4.2.1 Modèle à réluctances maillées

Pour définir les critères d'optimisation et un problème contraint, il est nécessaire d'utiliser un modèle mathématique qui rend compte d'une des physiques dont on cherche à améliorer le comportement. Dans notre cas, il s'agit d'un modèle magnétique 2D qui utilise un réseau de réluctances maillées. Des exemples de ce type de modèle peuvent être trouvés dans la bibliographie [30], [31]. Ceux-ci permettent une approche simple du comportement magnétique en faisant appel à un circuit équivalent. La résolution du système linéaire qui découle des équations analogues à la loi des mailles en électricité, donne rapidement une cartographie de la distribution des grandeurs magnétiques dans le matériau. Le modèle utilisé a été développé au L2EP par Frédéric Gillon [32], [33] dans le cadre de ses différents travaux de recherche et une nouvelle version épurée a été développée avec l'aide de Omar Bouchakour [34]. Après la présentation du système d'équation et la validation des résultats obtenus avec le modèle, celui-ci sera exploité au sein d'un processus d'optimisation topologique.

#### 4.2.1.1 Principe

Le modèle MEC pour « Magnetic Equivalent Circuit », est capable de calculer la répartition du flux magnétique dans un composant bobiné en se basant sur une représentation circuit du matériau. L'analogie avec un circuit équivalent est construite en se basant sur le comportement magnétique décrit par la loi d'Hopkinson. Celle-ci relie la force magnétomotrice  $\varepsilon$  imposée à un élément de réluctance  $R$ , en fonction du flux magnétique  $\varphi$  qui le traverse :

$$\varepsilon = R \cdot \varphi \quad (1)$$

Pour une réluctance de forme parallélépipédique, on a  $R = \frac{l}{\mu \cdot S}$  où  $\mu$  désigne la perméabilité magnétique du matériau,  $S$  la section normale à l'orientation du flux et  $l$  est la longueur de la réluctance comme présenté sur la Figure 2.

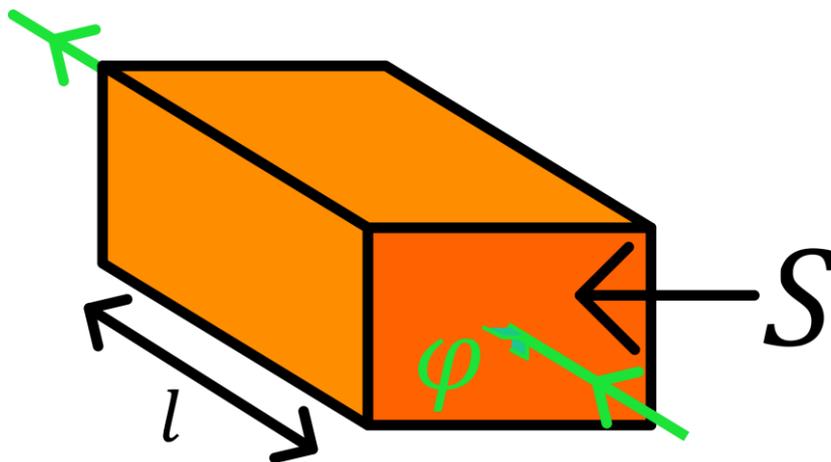


Figure 2 : Géométrie parallélépipédique utilisée pour le calcul de la réluctance

Pour intégrer cette représentation dans un réseau d'éléments discrets, l'espace de simulation est découpé de manière régulière par un quadrillage. Une valeur est attribuée à chacune des cases pour représenter la présence ou l'absence de matériau magnétique, ce sont les variables de conception, ou variables de design. Dans notre cas, une case avec une valeur de 0 représente un espace rempli d'air

## Chapitre 4 : Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive

et une case à 1 représente la présence du matériau magnétique. La Figure 3 donne le dessin d'un noyau magnétique en E décrit de cette façon.

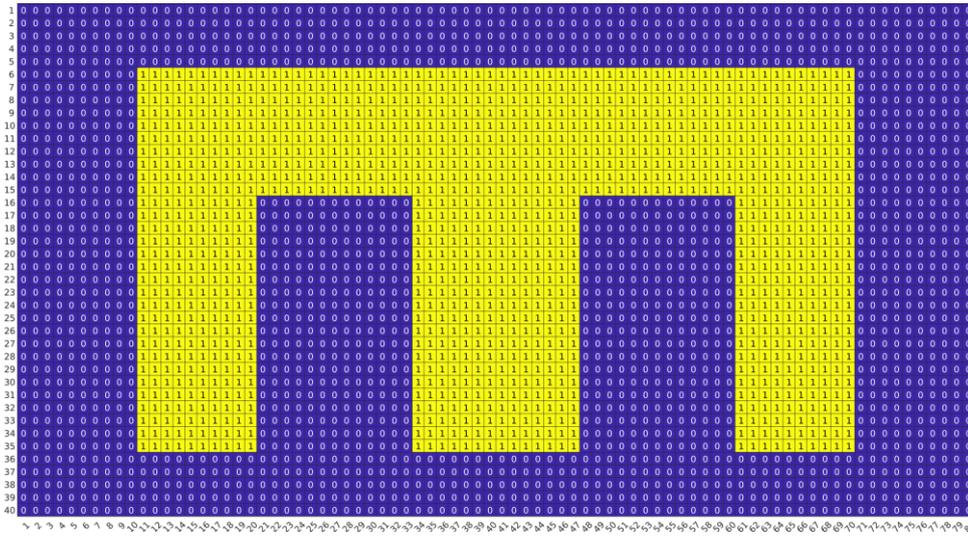


Figure 3 : Discretisation régulière du noyau magnétique pour la mise en place du MEC

Pour modéliser le comportement du champ magnétique, un nœud est assigné au centre de chaque emplacement. Ces nœuds sont reliés à quatre branches qui forment une portion de circuit magnétique. Chacune d'entre elles comporte une source de force magnétomotrice, notée  $\varepsilon_d, \varepsilon_h, \varepsilon_g, \varepsilon_b$  ; et une réluctance en série, notée  $R_d, R_h, R_g, R_b$  comme le montre le schéma de la Figure 4.

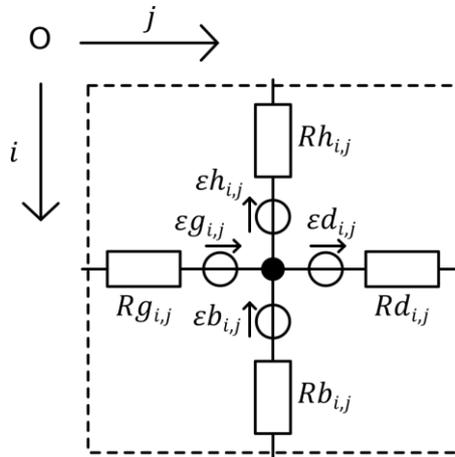


Figure 4 : Numérotation dans le repère  $(Oij)$  des éléments du circuit magnétique présents dans chaque case du réseau.

Les lettres d, h, g et b désignent respectivement les éléments en fonction de leur position : droite, haut, gauche ou bas. Les indices  $i$  et  $j$  correspondent aux coordonnées de la case à laquelle appartiennent les éléments du circuit dans un repère  $(Oij)$ . L'origine de ce dernier se trouve en haut à gauche du réseau, la coordonnée  $i$  désigne le numéro de ligne et de même  $j$  désigne le numéro de colonne. Chaque case représente un cube (si elle est carrée) vu du dessus. Pour passer à un modèle 2D, la composante verticale est considérée nulle comme on peut le voir sur la Figure 5. Par conséquent, l'épaisseur  $e$  du parallélépipède associé à une case est prise en compte dans l'expression des différentes réluctances. Pour un élément de dimension  $h.l.e$ , on considère que chaque réluctance présente une section normale au flux de surface  $S_R = e.l$  pour les éléments haut et bas, et  $S_R = e.h$  pour les éléments droite et gauche. De manière similaire la longueur des réluctances de branche

envisagée est soit  $l_R = \frac{h}{2}$  pour les éléments haut et bas, soit  $l_R = \frac{l}{2}$  pour les éléments droite et gauche. En considérant un découpage carré régulier avec  $l = h$ , toutes les réluctances s'écrivent alors :

$$R = \frac{l/2}{\mu \cdot e \cdot l} = \frac{1}{2 \cdot \mu \cdot e} \quad (2)$$

Enfin, la perméabilité relative d'une case dépend du matériau qui lui est assigné. Si la valeur de cette case vaut 0, on a  $\mu = \mu_0$ . Si cette dernière vaut 1,  $\mu = \mu_0 \cdot \mu_{r,matériau}$ .

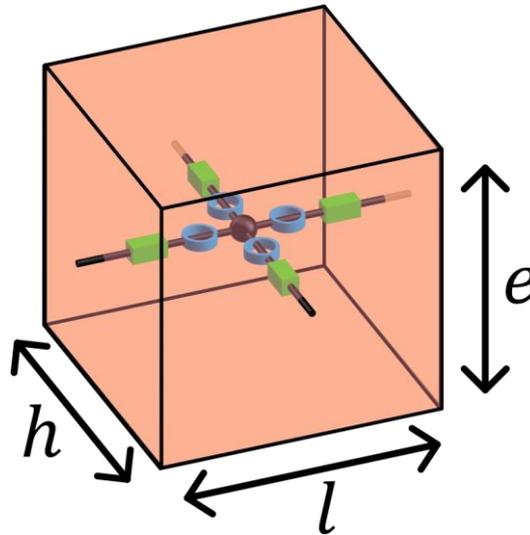


Figure 5 : Construction du modèle 2D. Seuls les éléments du circuit magnétique compris dans le plan sont considérés car la composante verticale est négligée.

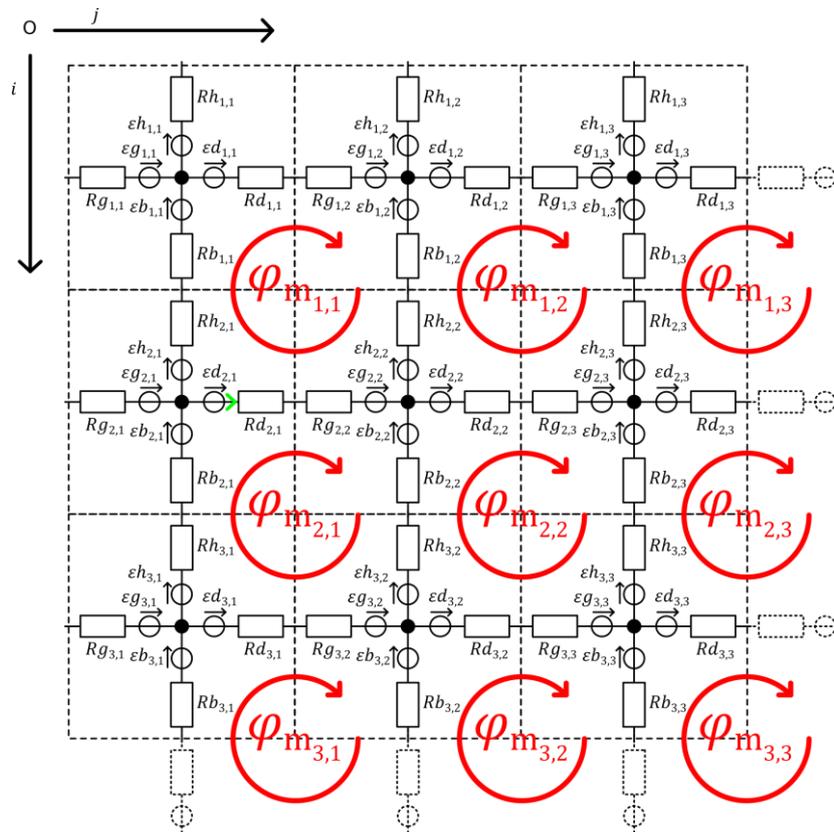


Figure 6 : Schéma des neuf premiers éléments d'un réseau de réluctance et flux de mailles associés (en rouge)

## Chapitre 4 : Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive

L'association des cases avec leurs voisines immédiates permet de construire des circuits magnétiques fermés qui s'étendent sur quatre éléments du MEC et forment ainsi les mailles du réseau. Dans chacune de ces boucles circule un flux de maille  $\varphi_{m_{i,j}}$ , celui-ci est représenté en rouge sur la Figure 6. Celui-ci est repéré par les mêmes indices que la case supérieure gauche à laquelle il appartient. Pour un modèle quadrillé par  $n_y$  lignes et  $n_x$  colonnes, on compte  $(n_y - 1) \cdot (n_x - 1)$  flux de maille.

De proche en proche, la création d'un ensemble de circuits magnétiques permet de mailler tout le domaine de modélisation. Les flux de mailles  $\varphi$  constituent les variables de sortie du modèle. Ce sont les inconnues auxquelles on cherche à accéder pour déterminer l'état magnétique global de l'objet.

### 4.2.1.2 Passage aux flux de branches et condition aux limites

Dans le cas général, chacun des éléments magnétiques (sources ou réluctances) est partagé par deux mailles. Le flux qui les traverse, appelé flux de branche, résulte donc de la différence des deux flux de maille qui les entourent. Par exemple, sur la Figure 6, le flux magnétique au travers de la réluctance  $R_{d_{2,1}}$ , représenté par une flèche verte, s'écrit  $\varphi_{d_{2,1}} = \varphi_{m_{2,1}} - \varphi_{m_{1,1}}$ . Cette relation peut être généralisée à toutes les branches :

$$\varphi_{d_{i,j}} = \varphi_{m_{i,j}} - \varphi_{m_{i-1,j}} \quad (3.1)$$

$$\varphi_{b_{i,j}} = \varphi_{m_{i,j}} - \varphi_{m_{i,j-1}} \quad (3.2)$$

$$\varphi_{g_{i,j}} = \varphi_{m_{i,j-1}} - \varphi_{m_{i-1,j-1}} \quad (3.3)$$

$$\varphi_{h_{i,j}} = \varphi_{m_{i-1,j}} - \varphi_{m_{i-1,j-1}} \quad (3.4)$$

Pour prendre en compte les branches qui appartiennent aux cases limites, il suffit de considérer que les flux de mailles dont les indices ne sont pas strictement positifs sont nuls. Par exemple on a pour la case 1,1 :

$$\begin{aligned} \varphi_{g_{1,1}} &= \varphi_{m_{1,0}} - \varphi_{m_{0,0}} = 0 \\ \varphi_{d_{1,1}} &= \varphi_{m_{1,1}} - \varphi_{m_{0,1}} = \varphi_{m_{1,1}} \end{aligned}$$

Au bord de l'espace de simulation on a donc une condition aux limites de flux nul (condition de Dirichlet).

### 4.2.1.3 Système d'équations et résolution

Par analogie avec la loi des mailles dans un circuit électrique, la loi d'Hopkinson stipule que la somme algébrique des forces magnétomotrices est nulle. Pour cela, on adopte une convention récepteur en assignant aux réluctances une force magnétomotrice de signe opposé au sens du passage du flux de branche. De plus, on décide d'orienter les sources de force magnétomotrice vers le nœud pour les branches de gauche et du bas ; et depuis le nœud pour les branches de droite et du haut.

Dans la maille (2,2) on a :

$$\begin{aligned} &+\varepsilon_{b_{2,2}} - R_{b_{2,2}} \cdot \varphi_{b_{2,2}} + \varepsilon_{d_{2,2}} - R_{d_{2,2}} \cdot \varphi_{d_{2,2}} \\ &+\varepsilon_{g_{2,3}} - R_{g_{2,3}} \cdot \varphi_{g_{2,3}} - \varepsilon_{b_{2,3}} + R_{b_{2,3}} \cdot \varphi_{b_{2,3}} \\ &-\varepsilon_{h_{3,3}} + R_{h_{3,3}} \cdot \varphi_{h_{3,3}} - \varepsilon_{g_{3,3}} + R_{g_{3,3}} \cdot \varphi_{g_{3,3}} \\ &-\varepsilon_{d_{3,2}} + R_{d_{3,2}} \cdot \varphi_{d_{3,2}} + \varepsilon_{h_{3,2}} - R_{h_{3,2}} \cdot \varphi_{h_{3,2}} = 0 \end{aligned} \quad (4)$$

En remplaçant les flux de branches par les flux de mailles à partir des équations (3. X), on obtient :

$$\begin{aligned}
& +\varepsilon_{b_{2,2}} - R_{b_{2,2}} \cdot (\varphi_{m_{2,2}} - \varphi_{m_{2,1}}) + \varepsilon_{d_{2,2}} - R_{d_{2,2}} \cdot (\varphi_{m_{2,2}} - \varphi_{m_{1,2}}) \\
& +\varepsilon_{g_{2,3}} - R_{g_{2,3}} \cdot (\varphi_{m_{2,2}} - \varphi_{m_{1,2}}) - \varepsilon_{b_{2,3}} + R_{b_{2,3}} \cdot (\varphi_{m_{2,3}} - \varphi_{m_{2,2}}) \\
& -\varepsilon_{h_{3,3}} + R_{h_{3,3}} \cdot (\varphi_{m_{2,3}} - \varphi_{m_{2,2}}) - \varepsilon_{g_{3,3}} + R_{g_{3,3}} \cdot (\varphi_{m_{3,2}} - \varphi_{m_{2,2}}) \\
& -\varepsilon_{d_{3,2}} + R_{d_{3,2}} \cdot (\varphi_{m_{3,2}} - \varphi_{m_{2,2}}) + \varepsilon_{h_{3,2}} - R_{h_{3,2}} \cdot (\varphi_{m_{2,2}} - \varphi_{m_{2,1}}) = 0
\end{aligned}$$

En généralisant pour une maille  $(i, j)$  dans le cas général, c'est-à-dire hors des extrémités, on obtient :

$$\begin{aligned}
& +\varepsilon_{b_{i,j}} + R_{b_{i,j}} \cdot (\varphi_{m_{i,j-1}} - \varphi_{m_{i,j}}) + \varepsilon_{d_{i,j}} + R_{d_{i,j}} \cdot (\varphi_{m_{i-1,j}} - \varphi_{m_{i,j}}) \\
& +\varepsilon_{g_{i,j+1}} + R_{g_{i,j+1}} \cdot (\varphi_{m_{i-1,j}} - \varphi_{m_{i,j}}) - \varepsilon_{b_{i,j+1}} + R_{b_{i,j+1}} \cdot (\varphi_{m_{i,j+1}} - \varphi_{m_{i,j}}) \\
& -\varepsilon_{h_{i+1,j+1}} + R_{h_{i+1,j+1}} \cdot (\varphi_{m_{i,j+1}} - \varphi_{m_{i,j}}) - \varepsilon_{g_{i+1,j+1}} + R_{g_{i+1,j+1}} \cdot (\varphi_{m_{i+1,j}} - \varphi_{m_{i,j}}) \\
& -\varepsilon_{d_{i+1,j}} + R_{d_{i+1,j}} \cdot (\varphi_{m_{i+1,j}} - \varphi_{m_{i,j}}) + \varepsilon_{h_{i+1,j}} - R_{h_{i+1,j}} \cdot (\varphi_{m_{i,j-1}} - \varphi_{m_{i,j}}) = 0 \quad (5)
\end{aligned}$$

En factorisant par les différents flux, il est possible de créer un système matriciel qui regroupe les différents termes de l'équation (4) :

$$A_{i,j} \cdot \varphi_{m_{i,j}} + B_{i,j} \cdot \varphi_{m_{i-1,j}} + C_{i,j} \cdot \varphi_{m_{i,j+1}} + P_{i,j} \cdot \varphi_{m_{i+1,j}} + Q_{i,j} \cdot \varphi_{m_{i,j-1}} = E_{i,j} \quad (6)$$

Avec :

$$\begin{aligned}
A_{i,j} &= -(R_{b_{i,j}} + R_{d_{i,j}} + R_{g_{i,j+1}} + R_{b_{i,j+1}} + R_{h_{i+1,j+1}} + R_{g_{i+1,j+1}} + R_{d_{i+1,j}} + R_{h_{i+1,j}}) \\
B_{i,j} &= R_{d_{i,j}} + R_{g_{i,j+1}} \\
C_{i,j} &= R_{b_{i,j+1}} + R_{h_{i+1,j+1}} \\
P_{i,j} &= R_{g_{i+1,j+1}} + R_{d_{i+1,j}} \\
Q_{i,j} &= R_{b_{i,j}} + R_{h_{i+1,j}} \\
E_{i,j} &= -\varepsilon_{b_{i,j}} - \varepsilon_{d_{i,j}} - \varepsilon_{g_{i,j+1}} + \varepsilon_{b_{i,j+1}} + \varepsilon_{h_{i+1,j+1}} + \varepsilon_{g_{i+1,j+1}} + \varepsilon_{d_{i+1,j}} - \varepsilon_{h_{i+1,j}}
\end{aligned}$$

En adoptant une écriture matricielle on a finalement :

$$\Leftrightarrow \boxed{\mathcal{R} \cdot \varphi_m = E} \quad (7)$$

Pour utiliser cette écriture, le vecteur  $\varphi_m$  est constitué des différents flux de mailles listés par colonnes, comme suggéré sur la Figure 7 :

$$\varphi_{m_{(n_y, n_x)}} = \left\{ \begin{array}{c} \varphi_{1,1} \\ \varphi_{2,1} \\ \vdots \\ \varphi_{n_y,1} \\ \varphi_{1,2} \\ \vdots \\ \varphi_{n_y,2} \\ \vdots \\ \varphi_{1,n_x} \\ \vdots \\ \varphi_{n_y,n_x} \end{array} \right\}$$

Figure 7 : Représentation de la structure du vecteur des flux de mailles

La matrice  $\mathcal{R}$  associée ainsi que les vecteurs des flux de mailles  $\varphi_m$  et des termes sources  $E$  sont représentés à la Figure 8 pour un réseau de taille 4,4.  $\varphi_m$  et  $E$  sont de taille  $((n_y - 1) \cdot (n_x - 1), 1)$  et

**Chapitre 4 : Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive**

$\mathcal{R}$  est de taille  $((n_y - 1) \cdot (n_x - 1), (n_y - 1) \cdot (n_x - 1))$ . Dans le cas de la Figure 8,  $\varphi_m$  et  $E$  sont de taille (9,1), et  $\mathcal{R}$  et de taille (9,9).

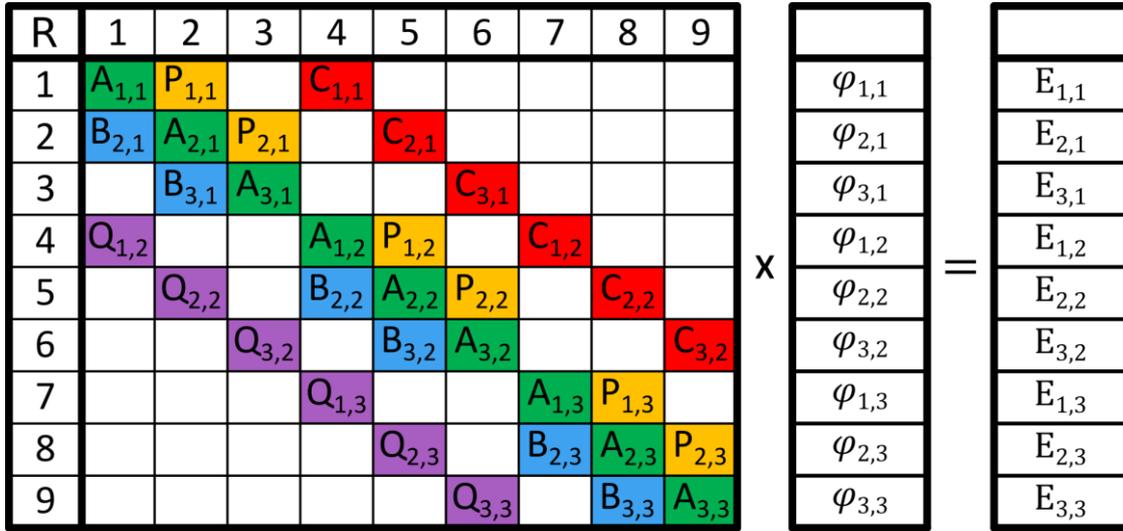


Figure 8 : Représentation du système matriciel L correspondant aux équations des différentes mailles

La résolution du système matriciel de l'équation (7) consiste à inverser la matrice  $\mathcal{R}$  et permet d'obtenir le vecteur des flux de mailles. Ceux-ci donneront finalement accès à l'ensemble des flux de branches grâce aux relations (3.1) à (3.4). On détermine ensuite l'induction magnétique pour chacune des branches à l'aide de la relation  $B_{k_{i,j}} = \frac{\varphi_{k_{i,j}}}{S_k}$  avec  $k =$  gauche, droite, haut ou bas. La distribution de chacune de ces grandeurs peut être obtenue avec une précision qui dépend uniquement de la taille choisie pour discrétiser le domaine de simulation. On obtient 4 valeurs par case correspondant aux 4 bras qui la composent. Les composantes verticales et horizontales de l'induction dans une case sont considérées comme égales à la moyenne des inductions des branches correspondantes, ce qui permet d'obtenir le module  $B_{mod}$  pour chaque case par la relation (8).

$$B_{mod_{i,j}} = \sqrt{\left(\frac{B_{g_{i,j}} + B_{d_{i,j}}}{2}\right)^2 + \left(\frac{B_{h_{i,j}} + B_{b_{i,j}}}{2}\right)^2} \quad (8)$$

Enfin, le champ magnétique  $H$  dans le matériau est déterminé à l'aide de la perméabilité du matériau comme le montre la relation (9). La saturation du matériau n'est pas prise en compte pour le moment et il faudra donc s'assurer de rester à des niveaux d'induction pour lesquels il est acceptable de considérer un comportement magnétique linéaire.

$$H_{k_{i,j}} = \frac{B_{k_{i,j}}}{\mu_0 \cdot \mu_{k_{i,j}}} \quad (9)$$

Il est ensuite possible d'utiliser ces valeurs pour déterminer l'inductance du dispositif. Pour cela, on calcule l'énergie magnétique totale à partir du flux magnétique et de la réluctance de chaque élément.

Les éléments de la matrice associée s'écrivent  $En_{k_{i,j}} = \frac{R_{k_{i,j}} \cdot \varphi_{k_{i,j}}^2}{2}$  et l'énergie totale correspond à la somme de chacune des énergies  $En_{k_{i,j}}$  :

$$E_{n_{tot}} = \sum_{i=1}^{n_y} \sum_{j=1}^{n_x} \sum_{k=g,d,b,h} E_{n_{k,i,j}} \quad (10)$$

Finalement, l'inductance est obtenue à l'aide de l'expression de l'énergie totale stockée par une inductance idéale.

$$L = \frac{2 \cdot E_{n_{tot}}}{I^2} \quad (11)$$

Pour résumer on peut schématiser la structure du modèle comme sur la Figure 9. Tout d'abord, un pré-modèle permet de préparer les matrices qui décrivent la position de la matière et des termes sources de force magnétomotrice. Par la suite, le modèle peut construire le système matriciel, en particulier la matrice  $\mathcal{R}$ , basé sur une approche circuit magnétique équivalent et qui traduit le comportement magnétostatique de la forme considérée. Celui procède à la résolution du système linéaire pour déterminer les flux de mailles, puis les flux de branches pour chacun des éléments du maillage. Enfin, une étape de post traitement permet de déterminer les différentes grandeurs magnétiques d'intérêt locales comme l'induction magnétique ou le potentiel vecteur, ou globale comme l'inductance.



Figure 9 : Structure du modèle MEC

#### 4.2.1.4 Validation sur un cas simple

Pour valider l'utilisation du modèle MEC, un circuit magnétique bobiné simple est simulé pour un courant continu de 1A et un bobinage d'un seul tour. Celui-ci est présenté sur la Figure 10. La même géométrie est également simulée à l'aide d'un modèle éléments finis dans le logiciel FEMM afin de comparer les résultats. La validation est faite en comparant la distribution du module de l'induction magnétique  $B_{mod}$  ainsi que la valeur de l'inductance du composant.

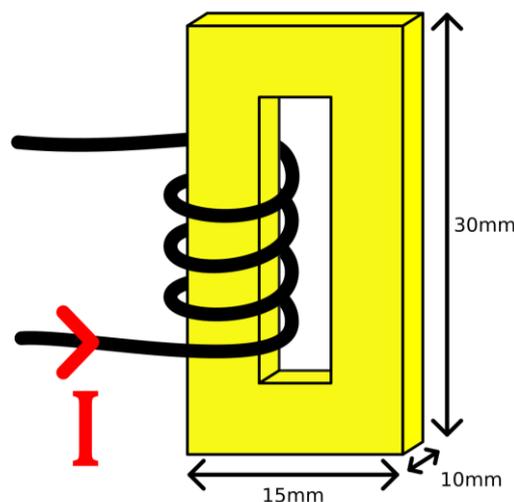


Figure 10 : Géométrie du noyau simple utilisée pour valider le modèle MEC avec un modèle EF

Dans le MEC, le placement des termes sources est directement fait sur les éléments entourés par le bobinage. On considère que la fenêtre de bobinage est intégralement remplie. Le profil de la force

## Chapitre 4 : Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive

magnétomotrice choisi est trapézoïdal pour prendre en compte l'épaisseur des conducteurs. Cette répartition est visible sur la Figure 11. La valeur à assigner à chaque branche correspond au courant électrique multiplié par le nombre de tours puis divisé par le nombre de case concernées. Ici, on ne considère que les branches hautes et basses.

La Figure 12 représente la cartographie de l'induction magnétique  $B_{mod}$  pour les deux modélisations. La taille des éléments carrés du modèle MEC est de 0.25 mm de côté. Celle du modèle éléments finis est choisie automatiquement par le logiciel pour affiner le maillage à proximité des sommets et ne dépasse jamais 1 mm. Les valeurs mesurées en trois points arbitraires de mêmes coordonnées donnent les mêmes résultats pour les deux modèles avec une erreur maximum de 0.8%. Les inductances calculées sont également très proches et ne diffèrent que de 0.5% par rapport au modèle éléments finis.

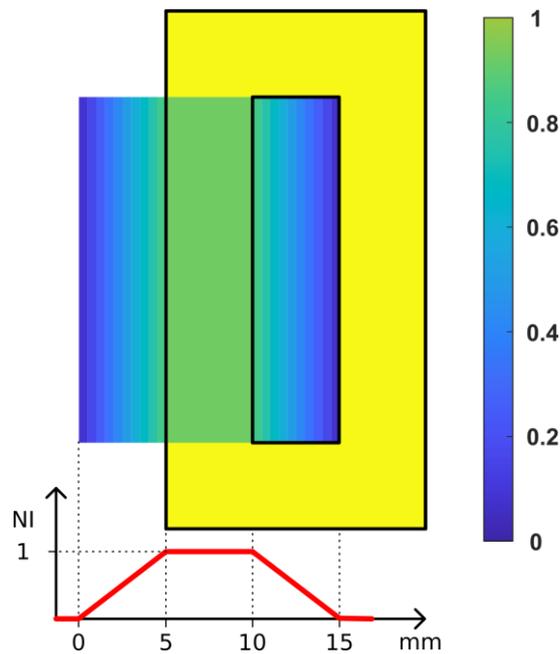


Figure 11 : Affectation de la force magnéto motrice

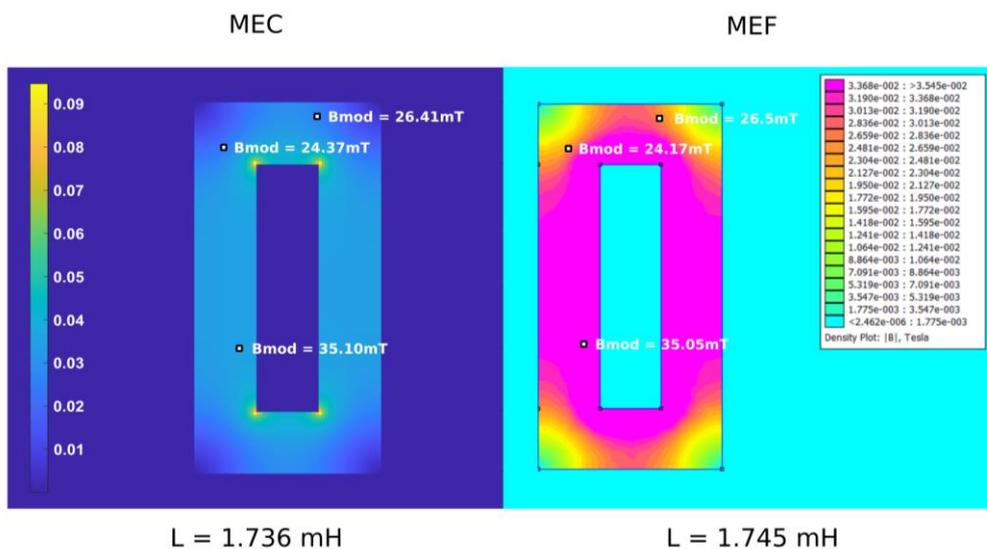


Figure 12 : Validation du MEC sur un cas simple : module de l'induction magnétique  $B_{mod}$  et inductance  $L$

D'autres travaux ont déjà utilisé ce modèle et en ont également fait la validation. On peut citer notamment le travail d'optimisation du placement de conducteurs dans la fenêtre de bobinage d'un composant similaire par Bouchakour et al. [34]. Le modèle à réluctance maillée présenté ici peut donc être utilisé pour simuler le comportement magnétostatique d'un composant bobiné.

Le temps nécessaire à son exécution est relativement faible. Il est possible de résoudre un système pour plusieurs centaines de milliers de variables en quelques dixièmes de secondes. Le Tableau 1 présente les temps nécessaires pour simuler le composant de la Figure 12 et ce, pour différentes discrétisations. Il s'agit d'un carré de 40 par 40 mm. Les valeurs présentées correspondent au temps d'exécution moyen sur 50 utilisations du modèle (construction + résolution + calcul des grandeurs d'intérêt) sur un ordinateur portable de milieu de gamme en 2019<sup>1</sup>. Sur la Figure 13, on peut observer une complexité de calcul linéaire avec le nombre de variables. Un temps de 2.5 s est nécessaire pour résoudre un modèle qui compte un million d'éléments.

Tableau 1 : Temps d'exécution pour du modèle MEC en fonction du nombre de variables

Nombre de variables	1600	6400	25600	40000	102400	160000	640000	10 <sup>6</sup>
Temps d'exécution moyen (s)	0.004	0.012	0.042	0.07	0.18	0.35	1.58	2.57

Cette rapidité de calcul est très bien adaptée à l'optimisation topologique, de plus le modèle est parfaitement couplé au processus d'optimisation car développé dans le même langage.

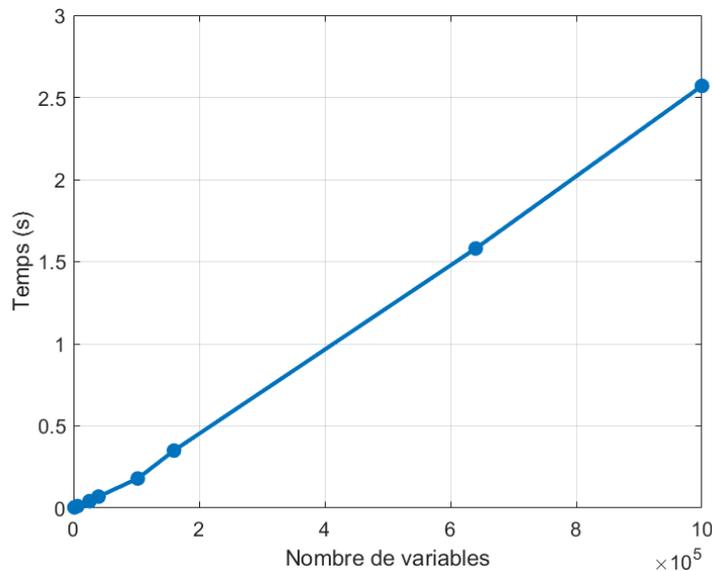


Figure 13 : Temps d'exécution du MEC en fonction du nombre de variables

## 4.2.2 Mise en place de l'optimisation

### 4.2.2.1 Fonction objectif et contraintes

Dans cette partie, on cherche à maximiser l'inductance d'un noyau magnétique bobiné sous contrainte d'un volume maximum. Pour cela, on utilise un modèle MEC de dimensions  $(n_x, n_y)$  dont les éléments  $\rho_i$ , qui décident de la présence de matière dans chaque case, sont les variables d'entrée de l'algorithme

<sup>1</sup> Processeur Intel I7-8665U à 1.9-2.11GHz

## Chapitre 4 : Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive

d'optimisation (ou variable de conception). Le volume est obtenu en faisant la somme des valeurs de toutes les variables et est comparé à celui d'un composant commercial composé de deux « E » pris comme référence.

Le dispositif original complet consiste en deux E disposés l'un contre l'autre avec une bobine entourant la jambe du milieu. Les dimensions d'un « E » ainsi qu'un schéma du composant complet sont données dans la Figure 14.

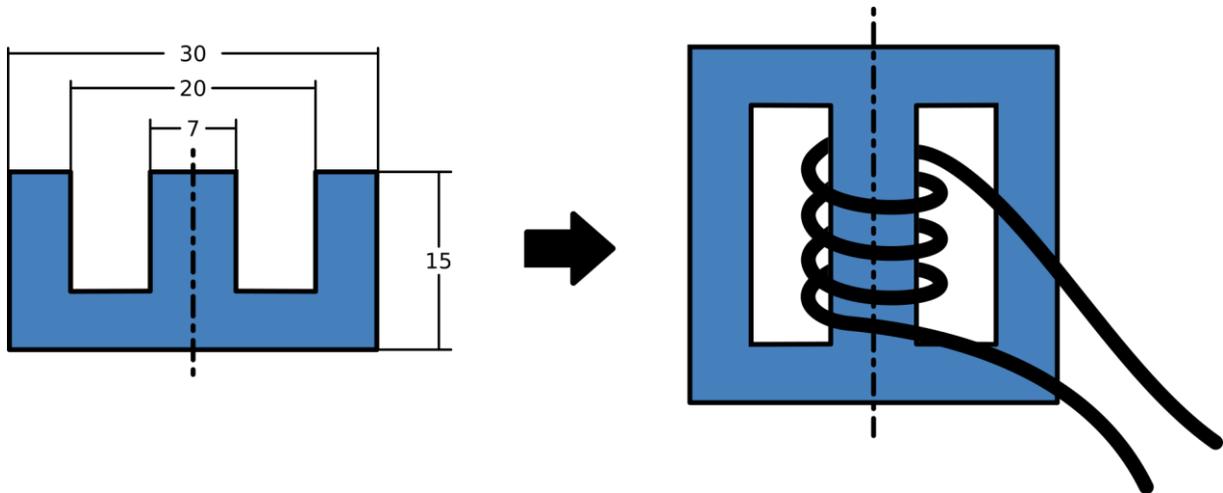


Figure 14 : Dimensions du noyau magnétique commercial E30/15/7 pris comme référence et schéma du composant complet composé de deux E l'un sur l'autre

On considère le problème de minimisation suivant :

$$\begin{aligned} \min_{\rho} (f(\rho) = -L(\rho)) \\ \text{s. t. } \sum_{i=1}^m \rho_i \leq \alpha \cdot V_{init} \\ \alpha > 0 ; 0 < \rho_i < 1 \end{aligned} \quad (12)$$

Avec  $V_{init}$ , le volume du noyau de référence,  $\alpha$  un réel strictement positif et  $m$  le nombre de variables  $\rho_i$  qui peuvent être modifiées par l'algorithme. On a  $m < n_y \cdot n_x$  parce qu'une partie du modèle discrétisé ne peut pas contenir de matériau magnétique car il s'agit de la fenêtre réservée au bobinage. Les cases concernées sont laissées à 0 et ne font pas partie de l'espace de design. La valeur du volume de l'objet optimisé et celle du noyau initial dépendent de la discrétisation et le volume de référence est donc recalculé au début du script.

Enfin, le plan médian, représenté par la ligne en pointillés sur la Figure 14 est un plan d'antisymétrie de la distribution de courant et est donc un plan de symétrie de la distribution du champ magnétique. Pour réduire la taille du modèle, on décide donc de ne simuler que la moitié droite du composant en faisant l'hypothèse d'un bobinage parfait et donc d'une orientation verticale du champ dans la bobine. Autrement dit, aucun flux ne passe de la moitié gauche à la moitié droite. Il est possible de répéter le raisonnement en observant que le plan horizontal qui coupe la bobine en deux est un plan d'antisymétrie de la distribution du champ et qu'il est possible de ne simuler qu'un quart de l'ensemble. Toutefois, nous décidons de garder une moitié de dispositif pour ne pas avoir à modifier les conditions aux limites de flux normal nul sur une seule des faces. De plus, on fait l'hypothèse que

le contact entre les deux noyaux est parfaitement plan et qu'il n'existe donc aucun entrefer. La Figure 15 fait apparaître la portion de noyau prise pour référence ainsi que l'espace de design dans lequel l'algorithme peut faire évoluer les variables.

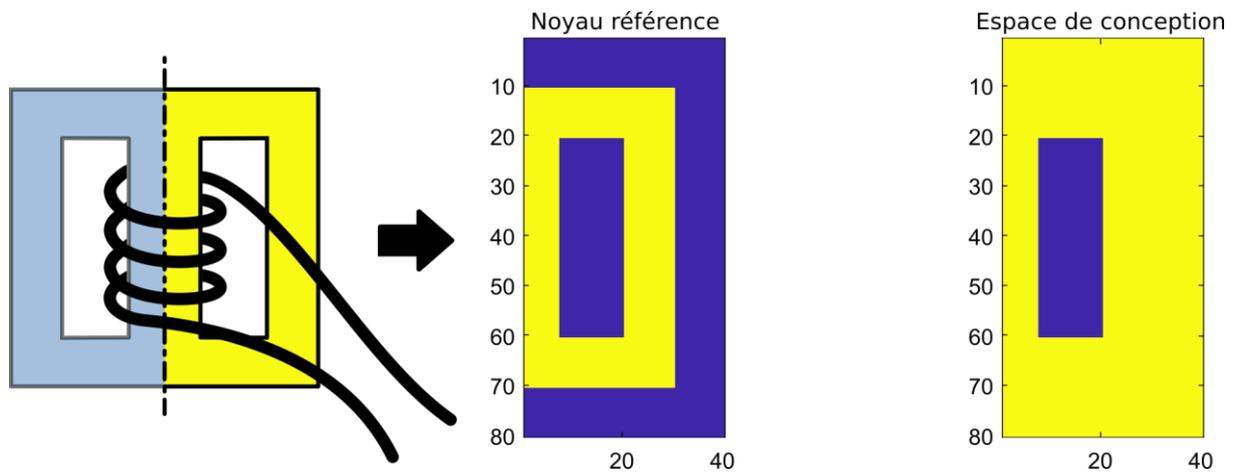


Figure 15 : Moitié de noyau prise comme référence et espace de design

#### 4.2.2.2 Valeurs intermédiaires et pénalisation

La méthode d'optimisation utilisée, dite par descente de gradient, consiste à calculer la dérivée partielle de la fonction objectif par rapport à chacune des variables de conception  $\rho_i$ . Pour être en mesure de déterminer un gradient, les variables  $\rho_i$  doivent être continues sur leur domaine de variation. Pour faire le lien avec le modèle, la perméabilité relative des cases correspondantes varie linéairement entre 1 et la valeur de la perméabilité relative  $\mu_{r_{matériau}}$  par (13). Cette relation appelée fonction de « mapping » est tracée à la Figure 16.

$$\mu_{r_i} = ((\mu_{r_{matériau}} - 1) \cdot \rho_i) + 1 \quad (13)$$

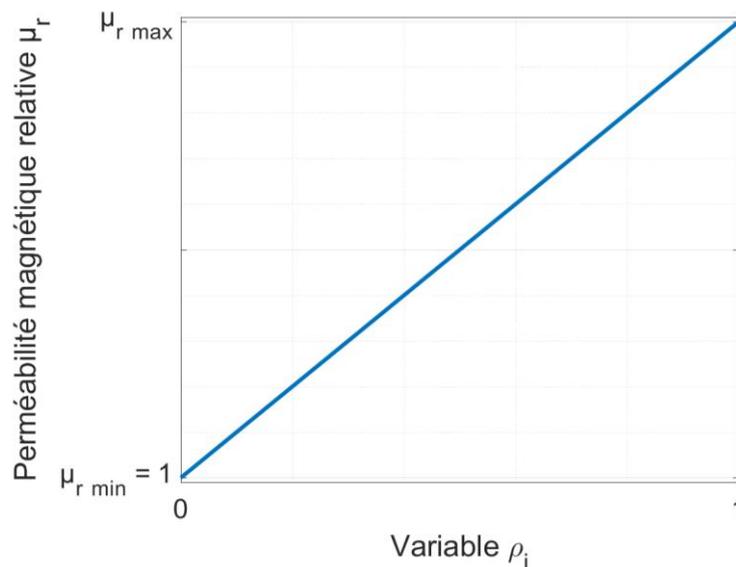


Figure 16 : Fonction de mapping

L'utilisation de variables continues  $\rho_i$  implique la possibilité de trouver des solutions optimales composées de valeurs intermédiaires. Le modèle pourra traduire ces valeurs dans son calcul, mais celles-ci ne correspondront pas à une solution physique facilement réalisable [35]. Pour orienter les

## Chapitre 4 : Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive

résultats vers des solutions « binaires », il est possible d'ajouter un terme de pénalisation à la fonction objectif [36]. Celui-ci doit être strictement positif lorsque les valeurs sont différentes de 0 ou de 1. Ce terme éloignera donc le processus d'optimisation d'un point comportant des variables intermédiaires en augmentant la valeur de la fonction objectif globale. La pénalisation considérée ici est la somme de polynômes du second degré qui dépendent directement des  $\rho_i$ . La fonction de pénalisation s'écrit :

$$\frac{\sum_i^m 4 \cdot (\rho_i - \rho_i^2)}{m} = 4 \cdot \frac{\sum_i^m (1 - \rho_i) \cdot \rho_i}{m} \quad (14)$$

Pour une seule variable  $\rho_i$ , le terme de l'expression (14) donne la courbe observable sur la Figure 17.

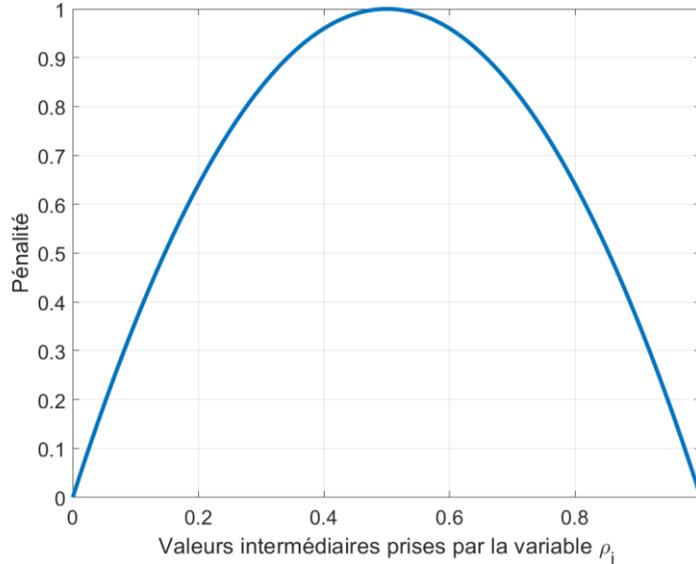


Figure 17 : Évolution de la fonction de pénalisation des valeurs intermédiaires

L'utilisation d'un terme de pénalisation nécessite de garder un équilibre entre le poids des deux termes de la fonction objectif  $f(\rho)$ . La multiplication par quatre ainsi que la division par le nombre total variables permet de normaliser la valeur maximum de la pénalisation et le premier terme doit l'être également. Pour cela, on divise la valeur de l'inductance par celle du E pris comme référence et que l'on écrit  $L_{E30}$ . Finalement, la fonction objectif complète s'écrit :

$$f(\rho) = \frac{L(\rho)}{L_{E30}} + 4 \cdot \frac{\sum_i^m (\rho_i - \rho_i^2)}{m} \quad (15)$$

Bien que la présence de valeurs intermédiaires soit considérée dans la suite des développements comme une gêne qui impacte négativement les résultats, on peut néanmoins essayer de considérer une solution qui tire profit de ces valeurs non binaires. Pour cela, il est possible d'envisager de faire le lien entre variable et taux de porosité du matériau, ou taux de charge d'une poudre dans un liant amagnétique. En effet, on observe facilement un impact important de la densité [37], [38] (au sens du taux de remplissage) d'un matériau magnétique composite sur ses propriétés et en particulier sur sa perméabilité magnétique. Certaines technologies d'impression 3D peuvent impacter la densité du matériau en modifiant leurs paramètres de fonctionnement. Si bien souvent cela a pour objectif de produire un matériau le plus dense possible pour éviter une impression ratée, on peut imaginer tirer profit de ce degré de liberté pour créer une pièce dont la présence de porosités varie localement. Les procédés directs, tels que la fusion laser sur lit de poudre, peuvent en particulier jouer sur la puissance du faisceau lumineux en fonction de sa position. Un phénomène bien connu de création de cavités

appelées « keyholes porosities » [21], apparaît lorsque le matériau est fondu trop vite. Si certains travaux s'efforcent d'éviter ou de réparer ce défaut, il est aussi envisageable d'utiliser ce phénomène pour diminuer la perméabilité du matériau de manière ponctuelle et contrôlée. Certaines machines proposent déjà de produire des pièces polymères dont les propriétés varient de manière continue pour un même matériau. On peut donner l'exemple de l'imprimante Polyjet de la société Intamsys qui propose de faire varier la composition de son mélange de polymère pour créer des pièces dont la rigidité varie de manière continue. Les travaux déjà cités de Liu et al. [39] vont également dans ce sens en tentant de faire varier la perméabilité d'un tore sur plusieurs bagues concentriques en changeant la composition de pâtes déposées par robocasting. La réalisation de tels dispositifs reste hypothétique pour des matériaux denses et de nature métallique ou céramique, mais elle représente une perspective intéressante d'ouverture pour l'exploitation de résultats d'optimisation qui semblaient jusque-là inutilisables.

#### 4.2.2.3 Algorithme d'optimisation

L'ensemble des travaux d'optimisation présentés ont été réalisés à l'aide du logiciel Matlab et la fonction d'optimisation intégrée *fmincon*, dédiée à l'exécution d'optimisation sous contraintes de problèmes d'optimisation non linéaires. Les principaux paramètres de l'algorithme utilisé sont listés dans le Tableau 2.

Tableau 2 : Principaux paramètres utilisés

Optimality Tolerance	MaxFunEvals	StepTolerance	Finite Difference Step Size	Constraint Tolerance
$10^{-5}$	400 * taille( $\rho$ )	$10^{-15}$	$10^{-5}$	$10^{-5}$

Les paramètres « Optimality Tolerance » et « Step Tolerance » définissent les variations minimales de la valeur de la fonction objectif et de la modification du vecteur des variables en dessous desquelles l'algorithme considère que l'optimum est atteint. Si l'une de ces conditions n'est pas vérifiée avant que le nombre d'appels au modèle « MaxFunEvals » ne soit atteint, le processus d'optimisation s'arrête et la solution trouvée n'est pas considérée. De plus, la solution n'est acceptée que si les contraintes linéaires de notre problème sont « suffisamment » respectées via le paramètre « Constraint Tolerance »  $T_C$ . Ces contraintes d'égalités ou d'inégalités portent sur les variables de conceptions et sont définies à l'aide d'un système matriciel de la forme  $A_{ineq} \cdot \rho < b_{ineq}$  et  $A_{eq} \cdot \rho = b_{eq}$ . Avec  $A_{eq}$  et  $A_{ineq}$  des matrices carrées. Pour accepter une solution, il faut donc avoir  $\sum_i^m A_i \cdot \rho - b < T_C$ . Enfin, « Finite Difference Step Size » correspond au pas utilisé pour le calcul du gradient par différence finie comme présenté par la suite. L'optimisation est réalisée en utilisant un algorithme de point intérieur qui permet de résoudre un problème non linéaire sous contraintes de grande taille [40], [41].

### 4.2.3 Calculs du gradient

#### 4.2.3.1 Différences finies

Le gradient est d'abord calculé par différence finie. La dérivée partielle de la fonction objectif par rapport aux variables de conception est approchée numériquement à l'aide de la formule (16).

$$\frac{\partial f(\rho)}{\partial \rho} \approx \frac{f(\rho + h) - f(\rho)}{h} \quad (16)$$

## Chapitre 4 : Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive

Avec  $h$  le pas fixé par l'utilisateur.

Il faut noter que  $\frac{\partial f(\rho)}{\partial \rho}$  est un vecteur de même taille que le vecteur  $\rho$  et que chacun des éléments qui le composent, c'est-à-dire les différents  $\frac{\partial f}{\partial \rho_i}$ , doit être calculé indépendamment les uns des autres. En pratique l'algorithme doit donc augmenter une variable  $\rho_i$  du pas  $h$  pour ensuite appeler le modèle et calculer la nouvelle valeur de la fonction objectif qui servira à obtenir la différence finie de la relation (17). L'opération est répétée pour chacune des variables et à chaque nouvelle itération du processus d'optimisation. L'utilisation d'une différence finie est une méthode intéressante lorsqu'il est difficile d'accéder à une expression analytique du gradient.

Cependant, le calcul global peut devenir très coûteux si le modèle fait intervenir un grand nombre de variables. Par exemple, la Figure 19 présente l'évolution des temps de calcul d'un gradient complet calculé par différence finie pour un modèle MEC simple, visible sur la Figure 18. Ce modèle est successivement subdivisé pour avoir différents nombres de variables. On peut voir apparaître une évolution quadratique du temps nécessaire au calcul. Par conséquent, il est difficile de réaliser des optimisations de plus de quelques milliers de variables en un temps raisonnable, ce qui empêche de considérer des maillages fins.

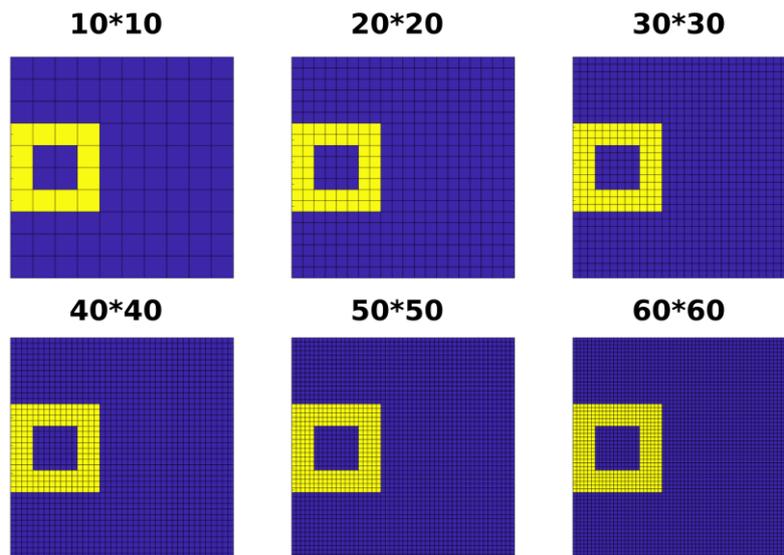


Figure 18 : Différentes discrétisation d'un modèle simple utilisé pour la comparaison des gradients

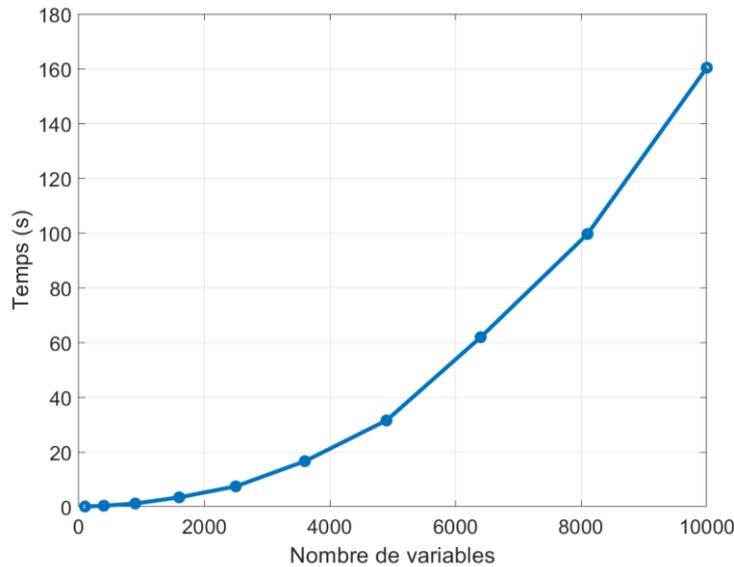


Figure 19 : Temps de calcul du gradient par différence finie

L'utilisation de modèles détaillés nécessite donc de pouvoir réaliser chaque itération, et donc le calcul des différentes dérivées partielles, plus rapidement. Pour cela, il est possible d'utiliser la méthode de la variable adjointe afin d'obtenir le gradient via une expression et de réduire le nombre d'opérations requises.

#### 4.2.3.2 Accélération du temps de calcul par la méthode de la variable adjointe

La méthode de la variable adjointe est une astuce calculatoire qui consiste à exprimer la dérivée partielle de la fonction objectif par rapport aux variables de conception en fonction des dérivées partielles du système matriciel. Elle permet ainsi de déterminer le gradient en ne nécessitant qu'une résolution du système physique. Cette méthode a été utilisée par Cherière et al. [42], pour la détermination du gradient d'un modèle par éléments finis. Nous nous sommes inspirés des travaux de Reda El Bechari pour calculer le gradient avec la méthode de l'adjoint [43]. Le calcul des différents termes est fait de manière analytique par l'utilisateur en amont du travail d'optimisation pour pouvoir le fournir à l'algorithme. En pratique, la formulation utilisée permet de n'avoir qu'à remplir les matrices qui correspondent aux dérivées partielles et à réaliser une seule inversion matricielle pour obtenir le gradient (au lieu de  $n_x \cdot n_y$  inversions dans le cas d'une différence finie).

##### 4.2.3.2.1 Principe

On considère  $f(u, \rho)$ , la fonction objectif que l'on cherche à minimiser, ainsi que  $g(u, \rho)$ , la fonction qui traduit l'égalité matricielle du modèle. Cette dernière peut s'écrire de manière générale :

$$g(u, \rho) = K \cdot u - b = 0 \quad (17)$$

Le vecteur  $u$  définit les variables de sortie ; le vecteur  $\rho$  définit les variables de conception ; le vecteur  $b$  correspond aux termes sources et la matrice  $K$  représente le système d'équations linéaires dont les termes dépendent de  $\rho$ .

À partir de la différentielle  $df$  de  $f(u, \rho)$ , on obtient sa dérivée par rapport au vecteur  $\rho$  :

$$df = \frac{\partial f}{\partial \rho} \cdot d\rho + \frac{\partial f}{\partial u} \cdot du$$

**Chapitre 4 : Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive**

$$\Leftrightarrow \frac{df}{d\rho} = \frac{\partial f}{\partial \rho} + \frac{\partial f}{\partial u} \cdot \frac{du}{d\rho} \quad (18)$$

De la même façon, en utilisant l'égalité (17), la dérivé de la fonction  $g$  permet d'exprimer le rapport  $\frac{du}{d\rho}$  :

$$\begin{aligned} dg &= \frac{\partial g}{\partial \rho} \cdot d\rho + \frac{\partial g}{\partial u} \cdot du = 0 \Leftrightarrow \frac{\partial g}{\partial u} \cdot du = -\frac{\partial g}{\partial \rho} \cdot d\rho \\ \Leftrightarrow \frac{du}{d\rho} &= -\left(\frac{\partial g}{\partial u}\right)^{-1} \cdot \frac{\partial g}{\partial \rho} \end{aligned} \quad (19)$$

Finalement, en remplaçant (19) dans (18), on a :

$$\frac{df}{d\rho} = \frac{\partial f}{\partial \rho} + \frac{\partial f}{\partial u} \cdot \left(-\left(\frac{\partial g}{\partial u}\right)^{-1} \cdot \frac{\partial g}{\partial \rho}\right)$$

Puis, en modifiant l'ordre des priorités des multiplications pour le terme de droite on obtient :

$$\frac{df}{d\rho} = \frac{\partial f}{\partial \rho} + \left(-\frac{\partial f}{\partial u} \cdot \left(\frac{\partial g}{\partial u}\right)^{-1}\right) \cdot \frac{\partial g}{\partial \rho} \quad (20)$$

Finalement, on pose :  $\lambda = -\frac{\partial f}{\partial u} \cdot \left(\frac{\partial g}{\partial u}\right)^{-1}$  : la variable adjointe. Le gradient de la fonction objectif s'écrit donc :

$$\boxed{\frac{df}{d\rho} = \frac{\partial f}{\partial \rho} + \lambda \cdot \frac{\partial g}{\partial \rho}} \quad (21)$$

Le calcul du gradient se traduit donc par une somme, deux produits matriciels et par l'inversion d'une seule matrice  $\left(\left(\frac{\partial g}{\partial u}\right)^{-1}\right)$ .

#### 4.2.3.2.2 Application au modèle MEC

Cette partie développe les calculs qui permettent de déterminer le gradient de l'inductance associée à un modèle MEC dont le réseau est formé de  $n_y$  lignes et de  $n_x$  colonnes. Pour appliquer la méthode de la variable adjointe et obtenir  $\frac{df}{d\rho}$ , il faut déterminer les quatre dérivées partielles de l'expression (20) :

$$\frac{\partial f}{\partial u}; \frac{\partial f}{\partial \rho}; \frac{\partial g}{\partial u}; \frac{\partial g}{\partial \rho}$$

Dans notre cas, les variables de sortie  $u$  se traduisent par les flux de mailles  $\varphi_m$ .

- Calcul de  $\frac{\partial f}{\partial u}$

Tout d'abord, la fonction objectif  $f$  est définie comme l'inductance du système simulé. On définit cette valeur à partir de l'énergie magnétique totale contenue dans tout le système (équation 11) :

$$f = 2 \cdot \frac{1}{2} \sum_k \sum_{i=1}^{n_y \cdot n_x} R_{k_i} \cdot \varphi_{k_i}^2 \quad (22)$$

Avec  $\varphi_{k_i}$  les différents flux de branches,  $R_{k_i}$  les réluctances de branches et  $k$  : gauche, droit, bas, haut.

On peut réécrire cette fonction sous la forme d'un produit matriciel. On utilise pour cela la fonction matrice diagonale  $D(v)$  qui, à un vecteur  $v$  de dimension  $(n)$ , associe une matrice de dimension  $(n, n)$  dont les termes diagonaux sont ceux du vecteur  $v$ . Les vecteurs  $\varphi_k$  et  $R_k$  sont construits comme décrit sur la Figure 7 et sont donc de dimension  $(n_y * n_x, 1)$ . On a alors :

$$f = \sum_k \varphi_k^T \cdot D(R_k) \cdot \varphi_k \quad (23)$$

Pour passer des vecteurs des flux de branches  $\varphi_k$  aux vecteurs des flux de mailles  $\varphi_m$ , on utilise quatre matrices de passage  $A_k$  de dimension  $(n_y * n_x, n_y * n_x)$  avec la relation :

$$\varphi_k = A_k \cdot \varphi_m$$

À l'aide de cette relation, la dérivée partielle de la fonction  $f$  par rapport aux variables de sortie s'écrit :

$$\begin{aligned} \frac{\partial f}{\partial u} &= \frac{\partial f}{\partial \varphi_m} = \frac{\partial}{\partial \varphi_m} \left( \sum_k \varphi_k^T \cdot D(R_k) \cdot \varphi_k \right) \\ &= \frac{\partial}{\partial \varphi_m} \left( \sum_k (A_k \cdot \varphi_m)^T \cdot D(R_k) \cdot (A_k \cdot \varphi_m) \right) \\ &= \frac{\partial}{\partial \varphi_m} \left( \sum_k \varphi_m^T \cdot A_k^T \cdot D(R_k) \cdot A_k \cdot \varphi_m \right) \\ &= \sum_k \left( \frac{\partial}{\partial \varphi_m} (\varphi_m^T \cdot A_k^T \cdot D(R_k) \cdot A_k \cdot \varphi_m) \right) \end{aligned}$$

Ce qui donne par dérivée du produit matriciel du type  $(v^T \cdot A \cdot v)' = (A + A^T) \cdot v$  :

$$\sum_k \left( A_k^T \cdot D(R_k) \cdot A_k + (A_k^T \cdot D(R_k) \cdot A_k)^T \right) \cdot \varphi_m$$

$$\boxed{\frac{\partial f}{\partial u} = 2 \cdot \sum_k (A_k^T \cdot D(R_k) \cdot A_k) \cdot \varphi_m}$$

$\frac{\partial f}{\partial u}$  est un vecteur de dimensions  $((n_y - 1) * (n_x - 1), 1)$ .

- Calcul de :  $\frac{\partial f}{\partial \rho}$

De manière similaire, on peut écrire la dérivée partielle de  $f$  par rapport à  $\rho$  :

$$\frac{\partial f}{\partial \rho} = \frac{\partial}{\partial \rho} \left( \sum_k (\varphi_k^T \cdot D(R_k) \cdot \varphi_k) \right)$$

Puisque les variables de sortie sont considérées indépendantes des variables de conception, on obtient :

**Chapitre 4 : Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive**

$$\frac{\partial f}{\partial \rho} = \sum_k \varphi_k^T \cdot \frac{\partial D(R_k)}{\partial \rho} \cdot \varphi_k$$

On réutilise ensuite l'expression des réluctances de branches (3) pour déterminer les dérivées partielles :

$$\frac{\partial D(R_k)}{\partial \rho} = \frac{\partial}{\partial \rho} D\left(\frac{l_k}{\mu_0 \cdot \mu_{r_i} \cdot S_k}\right)$$

Avec

$$\mu_{r_i} = (\mu_{\text{matériau}} - \mu_0) \cdot \rho_i + \mu_0$$

À partir de ces relations il est plus commode de décrire les différents termes de  $\frac{\partial f}{\partial \rho}$ . Il s'agit d'un vecteur de dimensions  $((n_y - 1) * (n_x - 1), 1)$  :

$$\left(\frac{\partial f}{\partial \rho}\right)_{i \in \llbracket 1; n_x * n_y \rrbracket} = \sum_k \varphi_{ki}^2 \cdot \frac{l}{\mu_0 \cdot S} \cdot \frac{(\mu_0 - \mu_{\text{matériau}})}{((\mu_{\text{matériau}} - \mu_0) \cdot \rho_i + \mu_0)^2}$$

- Calcul de :  $\frac{\partial g}{\partial u}$

À partir de l'expression (17) reformulée avec les notations du MEC la fonction  $g$  s'écrit :

$$g = K \cdot u - b = \mathcal{R} \cdot \varphi_m - \varepsilon$$

Par conséquent,  $\frac{\partial g}{\partial u}$  s'écrit directement :

$$\frac{\partial g}{\partial u} = \boxed{\frac{\partial g}{\partial \varphi_m} = \mathcal{R}}$$

- Calcul de  $\frac{\partial g}{\partial \rho}$ .

Enfin, la dérivée partielle de la fonction  $g$  par rapport à  $\rho$  se résume à :

$$\boxed{\frac{\partial g}{\partial \rho} = \frac{\partial \mathcal{R}}{\partial \rho} \cdot \varphi_m}$$

Ce terme est une matrice de dimension  $((n_y - 1) * (n_x - 1), n_y * n_x)$ . Les vecteurs  $\frac{\partial \mathcal{R}}{\partial \rho_i} \cdot \varphi_m$  qui la constituent s'écrivent dans le cas général :

$$\begin{pmatrix} 0 \\ \vdots \\ \left(\frac{\partial R_{g_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} + \frac{\partial R_{h_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}\right) \cdot \varphi_{m_{i-1,j-1}} + \frac{\partial R_{g_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} \cdot \varphi_{m_{i,j-1}} + \frac{\partial R_{h_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} \cdot \varphi_{m_{i-1,j}} \\ \frac{\partial R_{g_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} \cdot \varphi_{m_{i-1,j-1}} + \left(\frac{\partial R_{g_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} + \frac{\partial R_{b_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}\right) \cdot \varphi_{m_{i,j-1}} + \frac{\partial R_{b_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} \cdot \varphi_{m_{i,j}} \\ 0 \\ \vdots \\ 0 \\ \frac{\partial R_{h_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} \cdot \varphi_{m_{i-1,j-1}} + \left(\frac{\partial R_{h_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} + \frac{\partial R_{d_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}\right) \cdot \varphi_{m_{i-1,j}} + \frac{\partial R_{d_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} \cdot \varphi_{m_{i,j}} \\ \frac{\partial R_{b_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} \cdot \varphi_{m_{i,j-1}} + \frac{\partial R_{d_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} \cdot \varphi_{m_{i-1,j}} + \left(\frac{\partial R_{b_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} + \frac{\partial R_{d_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}\right) \cdot \varphi_{m_{i,j}} \\ \vdots \\ 0 \end{pmatrix}$$

Pour lesquels les coordonnées des termes non nuls sont respectivement :

$$(j - 2) \cdot (n_y - 1) + i - 1$$

$$(j - 2) \cdot (n_y - 1) + i$$

$$(j - 1) \cdot (n_y - 1) + i - 1$$

$$(j - 1) \cdot (n_y - 1) + i$$

Ce sont les coordonnées des flux de mailles qui traversent les éléments de la case  $(i, j)$ . Si on considère une case qui se trouve sur le frontière du domaine, il n'y aura plus que 2 éléments non nul, et un seul s'il s'agit de l'un des quatre coins. La détermination des coefficients de ces vecteurs ainsi que leur forme dans les cas particuliers correspondant aux éléments placés sur les bordures du MEC sont décrites en annexe 4.

#### 4.2.3.2.3 Application et accélération des calculs

Le modèle qui a été présenté à la Figure 19 pour tester les temps de calculs du gradient par différence finie, est réutilisé avec la méthode de la variable adjointe. Les temps de calculs sont présentés sur la Figure 20 et permettent d'abord d'observer une tendance d'évolution linéaire semblable à celle de la résolution du MEC seul sur la Figure 13. Évolution attendue puisque l'opération la plus coûteuse, c'est-à-dire la résolution du système matriciel, n'est réalisée qu'une seule fois ici aussi. De plus, les temps présentés par la Figure 20 sont bien plus faibles que par différence finie. Par exemple, pour 4900 variables, on a respectivement 0.14s et 30.5s, ce qui correspond à une accélération d'un facteur de 215. Par la suite, les résultats des noyaux optimisés seront obtenus à l'aide la méthode de la variable adjointe.

## Chapitre 4 : Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive

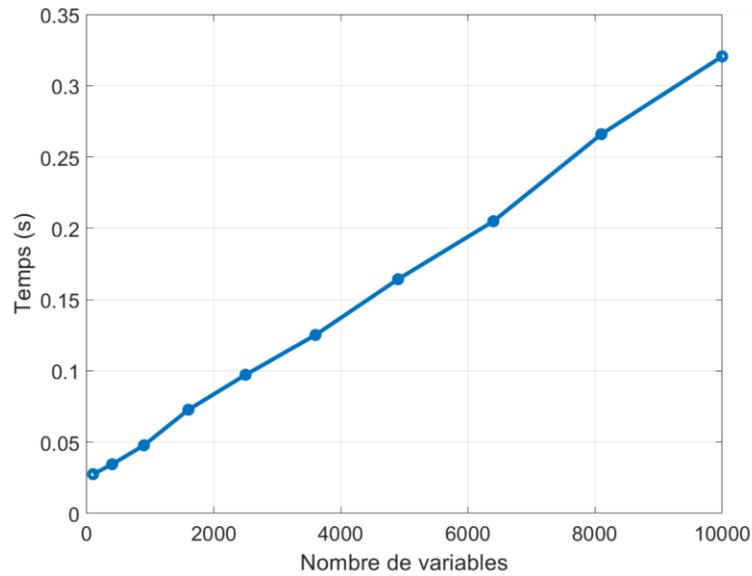


Figure 20 : Temps de calcul du gradient par la méthode de la variable adjointe

Le Tableau 3 compare les temps nécessaires au processus d'optimisation complet en utilisant les deux techniques différentes. Les paramètres utilisés sont ceux présentés dans le Tableau 2. Bien que le nombre d'itérations varie avec la taille du modèle, on observe les mêmes tendances que précédemment.

Tableau 3 : Comparaison des temps de calcul pour compléter un processus d'optimisation

$(n_y, n_x)$ Taille de $\rho$	(40,20) 680		(64,32) 1792		(80,40) 2720		(100,50) 4250	
Adjoint	Sans	Avec	Sans	Avec	Sans	Avec	Sans	Avec
L ( $\mu\text{H}$ )	1,946	1,946	2,174	2,174	1,949	1,949	1.612	1.612
Temps total(s)	48,8	9,0	131,7	10,0	265,9	12,3	667.6	17.9
Nombre d'itérations	64	63	50	49	42	44	41	49
Temps : 1 itération (s)	0.762	0.143	2.634	0.204	6.330	0.279	16.283	0.365

### 4.2.4 Résultat

#### 4.2.4.1 Forme obtenue

L'optimisation est d'abord réalisée sans pénalisation de la fonction objectif pour vérifier le fonctionnement de l'algorithme. Le vecteur initial  $\rho_0$  est composé de valeurs binaires placées aléatoirement dans tout l'espace de conception comme le montre la Figure 21. À la fin du processus d'optimisation, l'algorithme converge vers une forme continue et arrondie autour de la fenêtre de bobinage. La Figure 22 présente quatre des résultats obtenus pour différentes discrétisations avec une contrainte fixée à 80% du volume de référence ( $\alpha = 0.8$  (12)).

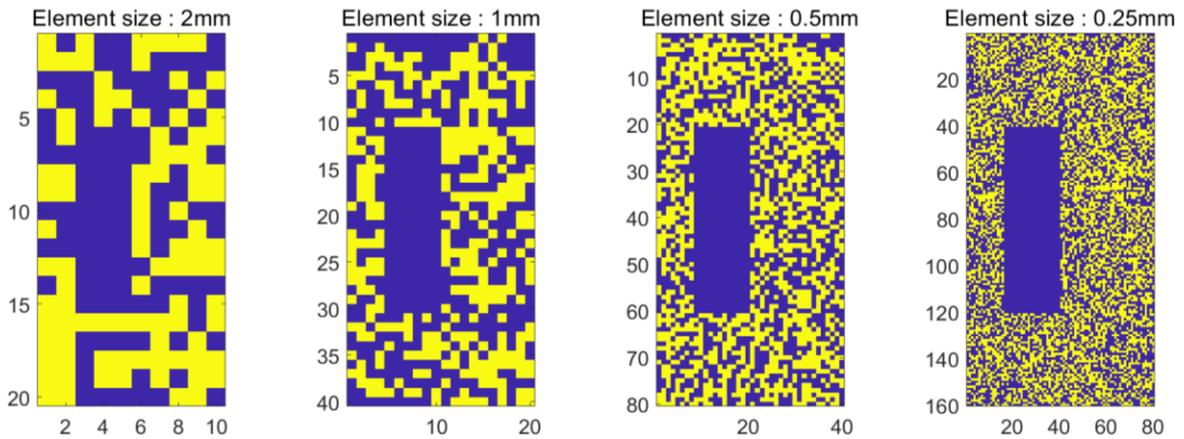


Figure 21 : Matrices initiales aléatoires binaires pour différentes discrétisations

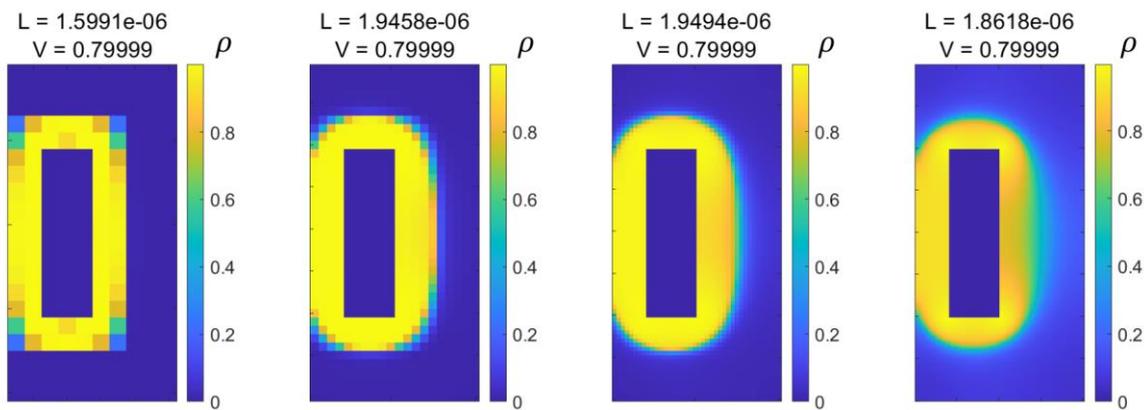


Figure 22 : Noyaux optimisés avec une forte présence de valeurs intermédiaires (contraintes de 80%)

À chaque fois, la contrainte de volume est correctement respectée par l'algorithme. Cependant la valeur d'inductance est fortement impactée par la taille des éléments, en particulier pour les faibles et fortes discrétisations.

Sur la Figure 23, on peut observer les valeurs qui sont différentes de 0 ou 1 pour chacune des solutions optimales précédentes. Pour être plus précis, les valeurs affichées sont celles comprises entre 0.05 et 0.95 car les valeurs obtenues ne sont jamais tout à fait binaires. Bien que les valeurs qui sont différentes de 0 ou de 1 ne soient concentrées qu'à la périphérie du noyau, leur présence est problématique et empêche la fabrication d'un objet réel. En effet, le dégradé de valeur n'a pas de sens physique et ne permet pas de définir le positionnement de la matière. Un seuillage des valeurs peut permettre de récupérer une géométrie faite de valeurs binaires mais n'assure pas d'atteindre l'optimum, ni même de vérifier les contraintes. Par la suite, on cherchera à écarter ces valeurs intermédiaires pendant le processus d'optimisation.

## Chapitre 4 : Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive

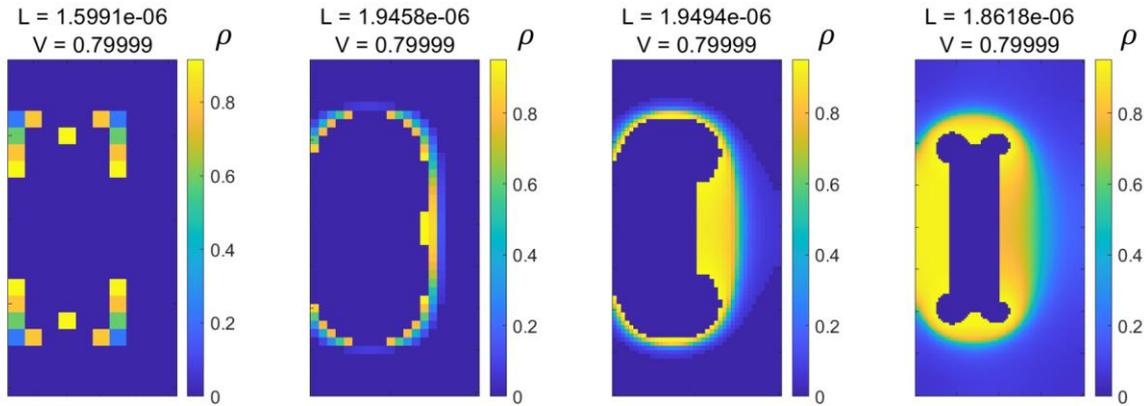


Figure 23 : Valeurs intermédiaires des noyaux optimisés. Seuil de 0.05

On observe une structure légèrement différente pour les optimisations réalisées avec les quadrillages les plus fins (40 \* 80 et 80 \* 160). La forme obtenue est moins régulière et les valeurs intermédiaires ne sont pas uniquement placées sur la frontière du composant. On s'aperçoit que cette différence peut être effacée en modifiant les conditions d'arrêt de l'algorithme. En diminuant le paramètre « First Order Optimality » à  $10^{-6}$ , il est possible d'obtenir une forme mieux définie et qui présente des valeurs intermédiaires uniquement sur la frontière du noyau. Les noyaux optimisés ainsi sont présentés sur la Figure 24.

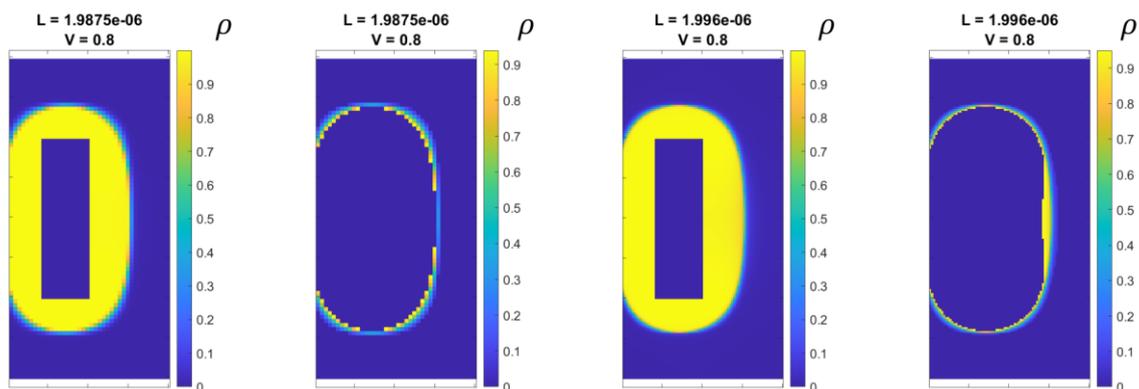


Figure 24 : Noyaux optimisés sans pénalisation et valeurs intermédiaires pour une valeur du paramètre « First Order Optimality » de  $10^{-6}$  pour les deux discrétisations les plus élevées

Ce paramètre décide de l'arrêt des itérations de l'algorithme. Il s'agit d'une limite en dessous de laquelle la norme infinie du gradient de la fonction lagrangienne associée au problème d'optimisation doit passer pour considérer que l'on a atteint un optimum. La fonction en question est définie par :

$$L(x, \lambda) = f(x) + \sum_i \lambda_i g_i(x)$$

Avec  $f$  la fonction objectif et  $g_i$  les fonctions qui traduisent les contraintes. La mesure d'optimalité est définie comme la norme infinie du gradient de  $L^2$ , soit :

$$\|\nabla L(x, \lambda)\| = \left\| \nabla f(x) + \sum \lambda_i \nabla g_i(x) \right\| = \max \left( \left| \nabla f(x) + \sum \lambda_i \nabla g_i(x) \right| \right)$$

<sup>2</sup> <https://fr.mathworks.com/help/optim/ug/first-order-optimality-measure.html>

Plus le nombre de variables augmente et plus la dérivée partielle de la fonction objectif  $f$  par rapport à une variable  $\rho_i$  est faible. En effet, l'ajout ou le retrait de matière dans le réseau MEC d'une case de 0.25mm de côté a moins d'impact sur l'inductance que pour une case de 1 mm. On comprend alors que l'on observe une différence pour le dernier noyau de la Figure 22 car l'optimisation s'est arrêtée prématurément. On constate également que les solutions trouvées donnent une inductance plus élevée que précédemment.

#### 4.2.4.2 Pénalisation et point de départ intermédiaire

Par la suite, la fonction objectif est modifiée pour tenter d'obtenir un noyau uniquement composé de 0 et de 1. L'ajout de la pénalisation (équation (15)) a un effet positif immédiat sur la majorité des noyaux obtenus. De manière similaire aux optimisations précédentes, la Figure 25 et la Figure 26 présentent respectivement les composants optimisés et les cases qui comportent une valeur intermédiaire.

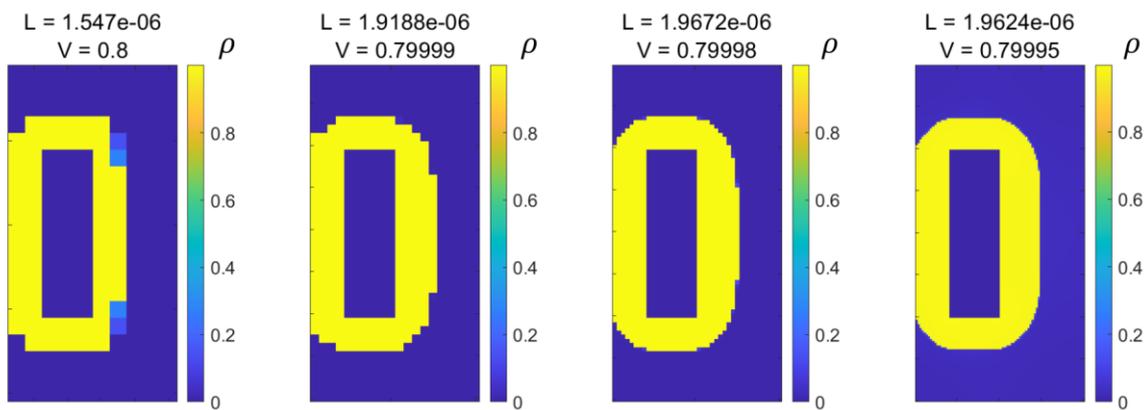


Figure 25 : Noyaux optimisés avec l'utilisation d'une pénalisation des valeurs intermédiaires.  $\alpha = 0.8$

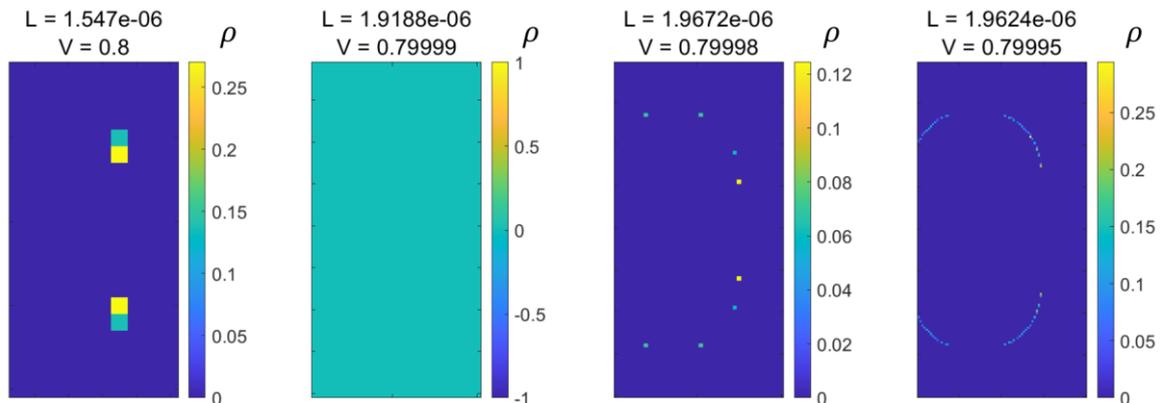


Figure 26 : Valeurs intermédiaires des noyaux optimisés avec pénalisation. Seuil de 0.05

On peut observer des composants bien mieux définis en particulier pour les fortes discrétisations. Cependant, la valeur d'inductance obtenue est systématiquement légèrement plus faible entre les noyaux optimisés sans pénalisation et ceux optimisés avec. Pour cela, on compare la Figure 22 avec la Figure 25 pour les noyaux 20\*10 et 40\*20 ; et la Figure 24 avec la Figure 25 pour les noyaux 80\*40 et 160\*80. En effet, n'utiliser que des valeurs binaires pour composer le noyau ne permet pas de faire la meilleure utilisation du volume autorisé.

## Chapitre 4 : Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive

Pour améliorer davantage la binarité de la solution optimale, il est possible de pondérer le terme de pénalisation par un coefficient  $\beta$  pour augmenter son impact ( $\beta > 1$ ) :

$$f(\rho) = \frac{L(\rho)}{L_{E30}} + \beta \cdot \frac{4 \cdot \sum_i^m (\rho_i - \rho_i^2)}{m}$$

Cette méthode fonctionne relativement bien sur les exemples précédents, cependant il faut faire remarquer que certains essais peuvent faire apparaître des structures non désirées autour du noyau. La Figure 27 présente quelques optimisations qui ont échoué. Dans les cas présentés, la pénalisation pèse trop lourd et oriente trop vite l'algorithme vers la suppression des valeurs intermédiaires au détriment de l'amélioration de l'inductance. Le réglage d'un terme de pondération nécessite un tâtonnement et différents essais avant d'obtenir une solution convaincante à chaque fois. Enfin, le coefficient sélectionné dans un cas ne convient pas à toutes les contraintes et il semble difficile de trouver une relation permettant de le déterminer systématiquement.

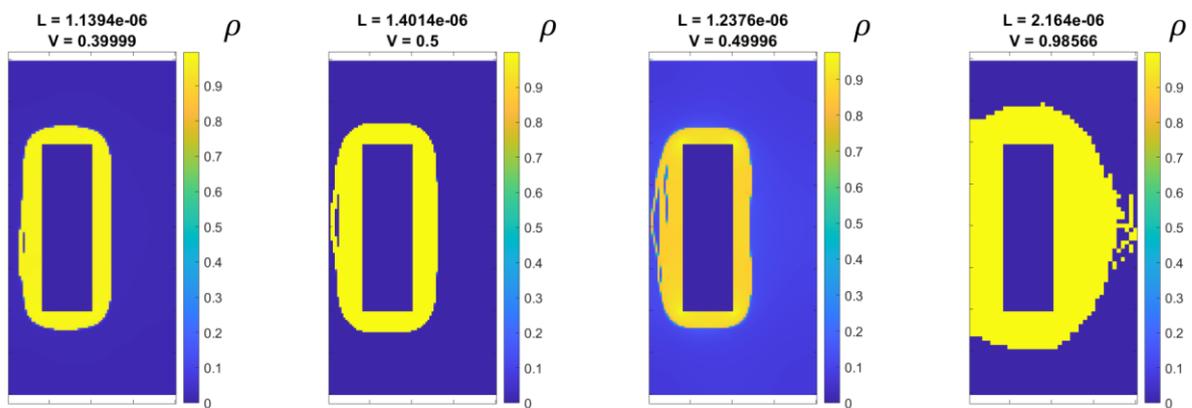


Figure 27 : Exemples de noyaux optimaux faisant apparaître des structures résiduelles

Pour résoudre ce problème, une solution possible est de réaliser l'optimisation en deux fois. Un premier processus sans appliquer de terme de pénalisation à partir d'un vecteur initial aléatoire. Puis une seconde optimisation avec pénalisation des valeurs intermédiaires, en utilisant comme point de départ le vecteur optimal obtenu précédemment. On oriente ainsi fortement l'optimisation vers un noyau optimal dont la frontière est faite de valeurs non binaires qui seront ensuite retirées. Ce processus en deux étapes permet d'obtenir des résultats pratiquement uniquement composés de valeurs binaires qui présentent une frontière nette facilement fabricable tout en assurant d'avoir la meilleure inductance possible.

### 4.2.4.3 Front de Pareto

La Figure 28 présente le front de Pareto du problème d'optimisation pour plusieurs contraintes de volume maximum. Le point de départ des variables de conception est choisi aléatoirement et le processus d'optimisation en deux temps est utilisé. Cinq optimisations sont réalisées pour différentes contraintes. À chaque fois, le volume optimal obtenu respecte la contrainte et se place à moins de 1% de la limite. La dispersion des différentes valeurs d'inductance obtenues par optimisation est très faible, ce qui indique un résultat robuste malgré l'utilisation de points de départ différents. Le noyau optimisé pour une contrainte égale au volume initial fournit une légère amélioration de l'inductance

en passant de  $L_{\text{initial}} = 2.029 \mu\text{H}$  à  $L_{\text{opti}} = 2.148 \mu\text{H}$ . Ceci correspond à une augmentation d'environ 5.9%. En outre, on s'aperçoit que la même valeur d'inductance peut théoriquement être atteinte avec un noyau 10% plus léger que celui pris pour référence. La Figure 29 présente des exemples de noyaux obtenus pour les différentes contraintes qui forment le front de Pareto.

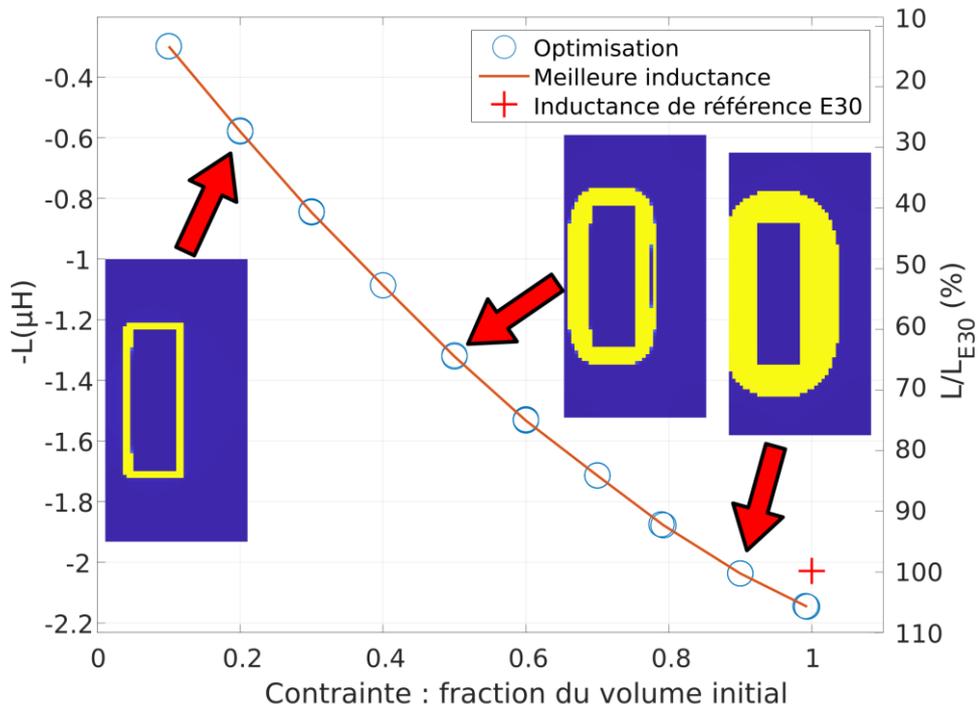


Figure 28 : Front de Pareto du problème d'optimisation résolu avec deux optimisations consécutives

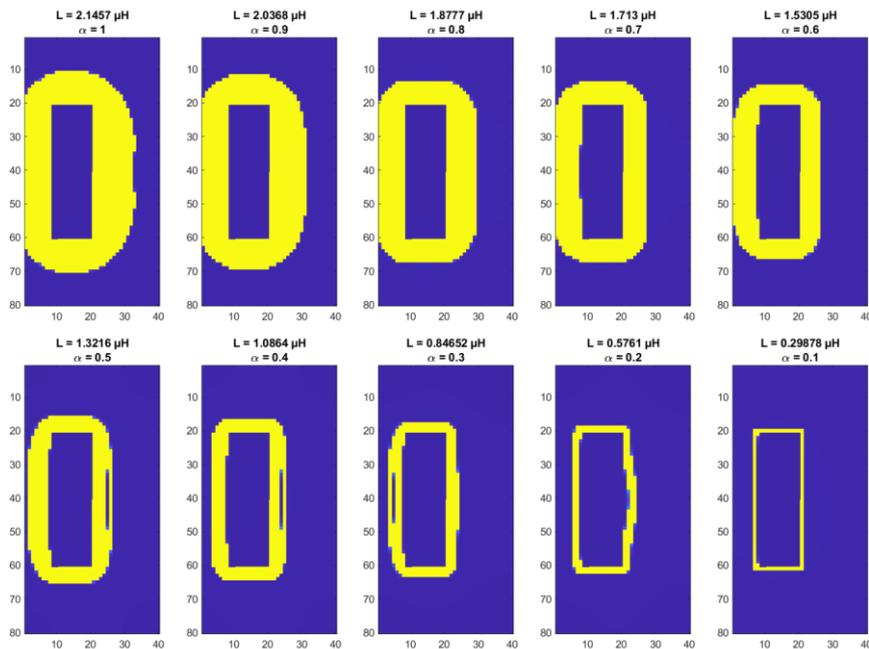


Figure 29 : Noyaux optimaux obtenus pour différentes contraintes

On peut également remarquer la présence de faibles variations (moins de 1%) sur la valeur de l'inductance pour des optimums trouvés pour une même contrainte mais à partir de répartitions initiales aléatoires différentes. En effet, les noyaux des solutions optimales obtenues n'ont pas tous exactement la même forme. La Figure 30 présente les contours superposés de 10 noyaux optimisés

## Chapitre 4 : Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive

pour  $\alpha = 0.6$  et à partir de répartitions de départ aléatoires. Les inductances associées sont données au Tableau 4. Bien que le profil de de la forme obtenue reste très similaire, on observe une influence du point de départ sur le résultat.

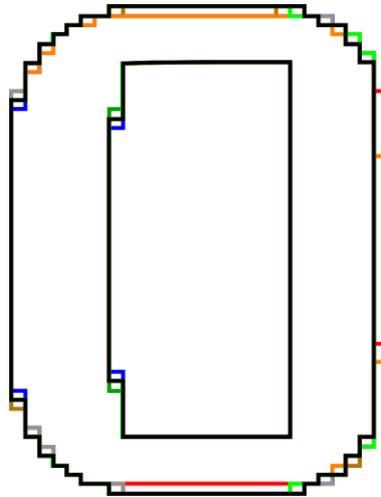


Figure 30 : Superposition de noyaux optimaux obtenus pour différents points initiaux

Tableau 4 : Valeurs d'inductance optimisées pour une contrainte  $\alpha = 0.6$

Noyau	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
L( $\mu$ H)	1.522	1.520	1.523	1.524	1.525	1.521	1.522	1.519	1.522	1.523

Cette différence s'observe également sur la vitesse de convergence de la fonction objectif. La Figure 31 présente l'évolution de la fonction objectif au cours des itérations pour 10 processus d'optimisation sans pénalisation des valeurs intermédiaires. Dans chacun des cas, l'amélioration progressive de l'inductance se fait par palier mais le nombre d'itérations nécessaires pour atteindre la convergence diffère.

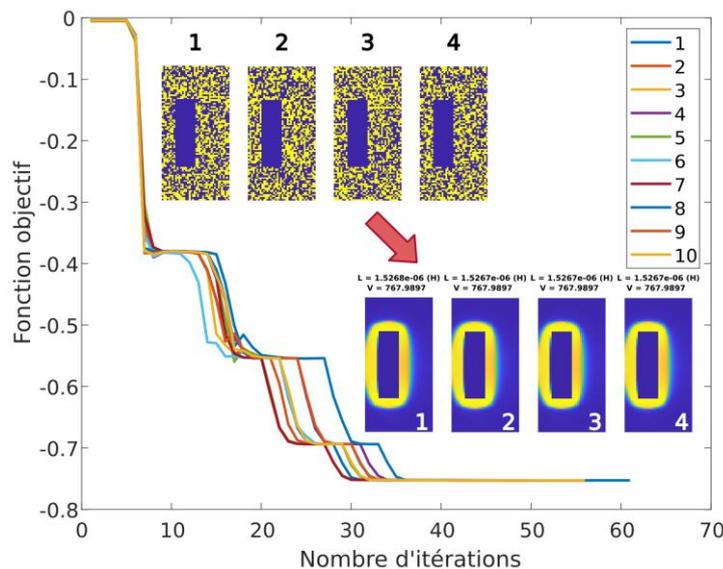


Figure 31 : Convergence de la fonction objectif pour la même optimisation sans pénalisation commencée à partir de points initiaux aléatoires différents

Bien que les noyaux obtenues soient très similaires (à la fois en forme, en inductance et en volume), ils demeurent légèrement différents. La Figure 32 présente la différence matricielle de trois de ces noyaux avec le premier. La convergence visible sur la Figure 33 permet de voir que la deuxième étape de l'optimisation, c'est-à-dire avec l'ajout d'une pénalisation et qui démarre des noyaux précédents, est également impactée par ces légères différences sur le point de départ.

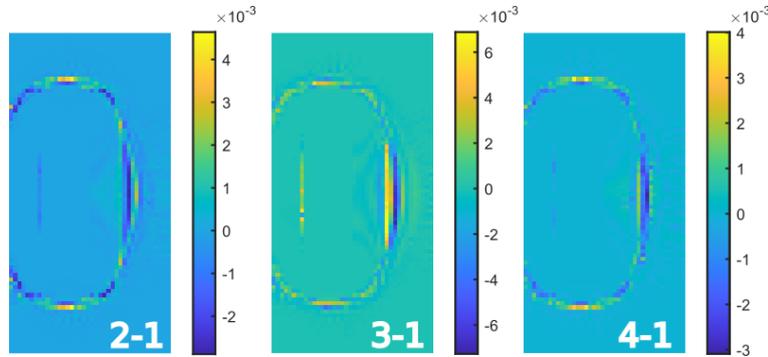


Figure 32 : Différence entre les noyaux optimisés sans pénalisation

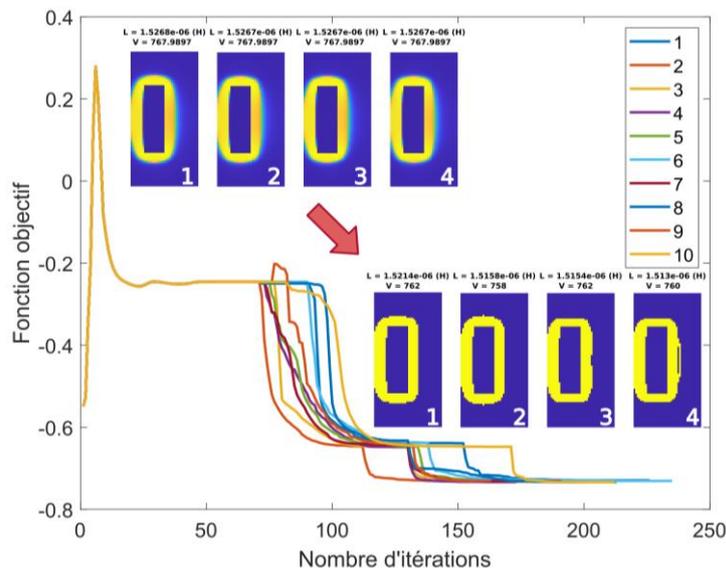


Figure 33 : Convergence de la fonction objectif pour la seconde optimisation commencée à partir des noyaux optimisés sans pénalisation

Ainsi, malgré l'obtention systématique du même type de formes, la méthode d'optimisation peut aboutir à des distributions de matière différentes qui correspondent à des optimums locaux. Toutefois, les variations restent minimes et chacune des géométries obtenues est très proche de l'inductance maximum qui peut être atteinte pour le volume autorisé.

#### 4.2.5 Conclusion intermédiaire

Le travail présenté dans cette section propose d'explorer une méthode d'optimisation topologique pour un noyau magnétique à partir d'un modèle 2D. Le modèle à réluctances maillées MEC permet de résoudre rapidement les équations magnéto-statiques à l'aide d'une approche par circuit équivalent, de plus, l'utilisation de la méthode de la variable adjointe accélère de manière importante le calcul du gradient de l'inductance. Ces deux points nous ont permis de réaliser diverses optimisations topologiques afin de maximiser l'inductance du composant pour un volume contraint. Malgré certaines variabilités, les résultats sont répétables et répondent au problème posé. Ils donnent des

#### Chapitre 4 : Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive

géométries nettes qui pourront être imprimées par la suite en reconstruisant le composant complet comme le montre la Figure 34 pour un noyau optimisé avec une contrainte de volume de 0,8 et une discrétisation de 160 par 80 éléments.

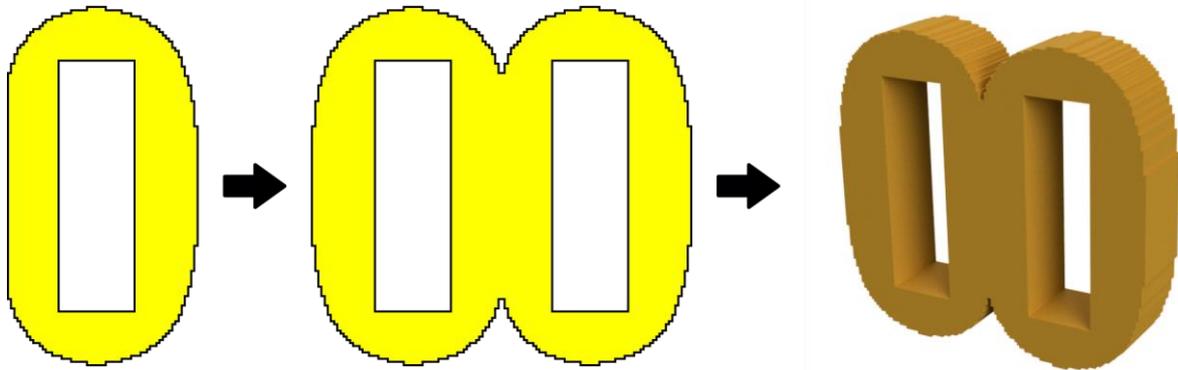


Figure 34 : Reconstruction d'un noyau à partir d'un profil optimisé

### 4.3 Impression et caractérisation des formes obtenues

Pour illustrer la possibilité de passer d'une forme obtenue par optimisation à un objet imprimé, le même problème d'optimisation a été résolu pour 4 contraintes de volume différentes. Les géométries obtenues sont imprimées dans un matériau fer silicium 3% à l'aide du procédé granulés présenté au chapitre 2 pour être bobinées et caractérisées magnétiquement. L'objectif est de vérifier que la variation d'inductance expérimentale est la même que celle observée sur nos simulations afin de valider le processus dans son ensemble.

#### 4.3.1 Passage en STL

Les géométries utilisées pour cette étape expérimentale n'ont pas été obtenues à l'aide du modèle MEC mais d'un modèle éléments finis. L'optimisation de l'inductance a été réalisée en utilisant un algorithme différent, développé au L2EP par Reda El Bechari. Ici, la résolution du problème de minimisation est faite en linéarisant la fonction objectif autour d'un point et en limitant le nombre de variables qui peuvent être modifiées à chaque itération. Ceci permet d'éviter d'utiliser des valeurs intermédiaires et ainsi d'obtenir un noyau purement binaire. Le choix d'imprimer les noyaux issus de cet algorithme est uniquement chronologique, la finalisation et la validation des travaux d'optimisation sur le modèle MEC n'étant pas terminées au début de la campagne de mesures d'inductance. Néanmoins, les valeurs d'inductance théoriques et les géométries optimales qui sont rapportées par Reda El Bechari sont très proches de nos travaux comme le montrent les valeurs comparées au Tableau 5. Ces travaux ont ainsi permis de valider nos résultats en les confrontant à une méthode et un modèle différents. La vérification expérimentale de l'évolution de l'inductance pour différentes contraintes de volume reste donc pertinente par rapport aux développements et aux résultats exposés dans ce chapitre.

Tableau 5 : Inductances des noyaux optimisés sur le modèle MEC avec ceux optimisé sur le modèle éléments finis

	Opti 25%	Opti 50%	Opti 75%	Opti 100%	Initial
$L_{\text{simulée\_EF}} (\mu\text{H})$	0.730	1.314	1.806	2.102	2.037
$L_{\text{simulée MEC}} (\mu\text{H})$	0.712	1.320	1.804	2.148	2.029

Pour ces mesures expérimentales, les noyaux considérés sont optimisés pour des contraintes de 25%, 50%, 75% et 100% du volume initial. Les formes obtenues sont converties vers un fichier géométrique 3D en réalisant une extrusion du profil pour une épaisseur de 7 mm. La Figure 35 illustre le passage du maillage optimisé au modèle 3D puis à l'objet imprimé. Les géométries ont été agrandies pour prendre en compte le phénomène de rétraction qui apparaît avec la densification. Un coefficient de dilatation de 1.16 a été utilisé, basé sur nos précédentes observations.

Finalement les pièces sont déliantées et frittées à 1325°C et en appliquant les conditions qui nous ont permis d'atteindre la meilleure perméabilité lors des essais de caractérisation sur les tores. C'est-à-dire dans une enceinte balayée par un flux constant de RH5. On peut remarquer que la géométrie du noyau le plus petit a été légèrement modifiée en y ajoutant deux liens qui permettent d'assurer le maintien entre les deux noyaux qui ne se toucheraient pas autrement. Bien que ces bras de matière soient perpendiculaires au passage du flux, ils risquent de modifier la valeur de l'inductance comparée à ce qui aurait été obtenu en utilisant un support non magnétique.

#### Chapitre 4 : Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive

Les composants auraient pu être imprimés en un seul morceau mais l'utilisation de deux parties a été conservée comme dans le cas d'un E classique. De ce fait, la même bobine peut être utilisée pour chaque échantillon. La Figure 36 montre la bobine montée avec les échantillons Opti100%. Enfin, pour assurer un bon contact entre ces deux parties et éviter la présence d'un entrefer, la surface de chacun des E a été polie avec un grain de 1200. Les masses des échantillons juste après frittage sont données dans le Tableau 6. La seconde ligne présente également le rapport des masses sur la masse du  $E_{réf}$  imprimé avec la géométrie référence E30/15/7. Ceci permet de vérifier que les contraintes sur le volume sont retrouvées sur les échantillons.

*Tableau 6 : Masse des échantillons optimisés imprimés et frittés*

Échantillon	Opti 25%1	Opti 25%2	Opti 50%1	Opti 50%2	Opti 75%1	Opti 75%2	Opti 100%1	Opti 100%2	$E_{réf,1}$	$E_{réf,2}$
Masse (g)	5.86	5.82	9.34	9.55	13.48	13.24	17.41	18.45	18.36	18.46
Fraction massique	32%	32%	51%	52%	73%	72%	95%	100%	N.D.	N.D.

La moyenne des masses des échantillons  $E_{réf1}$  et  $E_{réf2}$  est prise comme référence. Les proportions sont à peu près respectées mais présentent des écarts dont les plus importants atteignent 7% pour les petits échantillons. Ces écarts apparaissent lors de l'impression car ils sont identiques pour les pièces avant frittage.

E30/15/7     $\alpha=1$      $\alpha=0.75$      $\alpha=0.5$      $\alpha=0.25$



↓ Reconstruction des noyaux complets



↓ Extrusion pour passer à un fichier géométrique (.STL)



↓ Impression MIM-like Fe3%SI



Figure 35 : Passage du noyau optimisé à un composant imprimé



Figure 36 : Noyau optimisé et bobinage

#### 4.3.2 Mesures expérimentales

Les mesures d'inductance ont été réalisées à l'aide d'un analyseur d'impédance du fabricant Keysight avec le modèle E4990A. Cet instrument permet de mesurer le module et la phase de l'impédance complexe d'un dispositif pour une faible excitation de 500mV (rms), mais sur des plages fréquentielles très étendues pouvant atteindre la centaine de mégahertz. Pour mesurer l'inductance des dispositifs imprimés, on exploite uniquement le premier point de mesure fait à la fréquence la plus basse, soit 20Hz. L'inductance est déterminée en considérant un modèle équivalent RL série et en utilisant un bobinage composé de 40 tours.

Plusieurs difficultés ont été rencontrées. Celles-ci sont liées aux conditions de mesures et aux hypothèses faites pour la résolution des modèles. La première tient au fait que les noyaux présentent une épaisseur conséquente et sont faits d'un matériau conducteur de l'électricité. De ce fait, on observe l'impact de courants induits sur les mesures même pour la fréquence relativement basse de 20 Hz utilisée et l'inductance mesurée diminue rapidement pour des fréquences supérieures. Ceci correspond aux résultats qui ont été présentés au chapitre 2 pour lesquels la perméabilité relative et l'induction magnétique mesurées déclinent rapidement avec l'augmentation de la fréquence. La conductivité du matériau n'a pas été prise en compte dans les modèles. Ce phénomène réduit fortement le flux et par conséquent la valeur de l'inductance par rapport aux simulations. Un autre point délicat concerne l'état de surface des contacts entre les E. Pour obtenir une mesure correcte, les deux moitiés doivent être correctement alignées et pressées l'une contre l'autre. Celles-ci sont maintenues à l'aide d'un élastique pour assurer les mêmes conditions de mesure. Toutefois la planéité des surfaces polies, n'est pas parfaite et peut occasionner des erreurs de mesures.

Le Tableau 7 présente les inductances moyennes provenant de la répétition de 5 mesures. Les inductances obtenues par simulation éléments finis et avec le MEC sont également présentées. Les résultats du modèle EF et du MEC sont très proches. Toutefois, les valeurs calculées sont très différentes de celles mesurées. En effet, le nombre de spires entre la simulation (1 spire) et la bobine réelle (40 spires) est différent. De plus, la perméabilité des échantillons est différente de celle du matériau utilisé en simulation. Également, dans les simulations, les courants induits dans le matériau

ne sont pas pris en compte. C'est pourquoi, nous avons cherché à effectuer les mesures à une fréquence basse. Toutefois, cette contrainte entraîne une diminution de la réactance ( $L\omega$ ) qui doit rester importante par rapport à la résistance de la bobine pour pouvoir évaluer l'impact de la forme du circuit magnétique.

Tableau 7 : Inductances des noyaux optimisés

	Opti 25%	Opti 50%	Opti 75%	Opti 100%	Initial
$L_{\text{simulée\_EF}} (\mu\text{H})$	0.730	1.314	1.806	2.102	2.037
$L_{\text{mesurée}} (\text{mH})$	0.115	0.134	0.188	0.233	0.229

Il est toutefois possible d'observer l'évolution relative des valeurs. Pour cela, on normalise les valeurs de chaque série en prenant pour référence l'inductance du noyau initial qui lui correspond. Ainsi, la Figure 37 met en perspective les valeurs provenant de la mesure et de l'optimisation. En plus de la réduction logique de l'induction avec le volume de matière, on observe la légère amélioration de l'inductance qu'a permis d'atteindre l'optimisation pour un volume contraint de 100%. On remarque également que l'inductance obtenue pour 25% du volume initial ne suit pas la même tendance que les autres mesures, indiquant que les bras qui ont été ajoutés participent bel et bien à l'augmentation de l'inductance du composant.

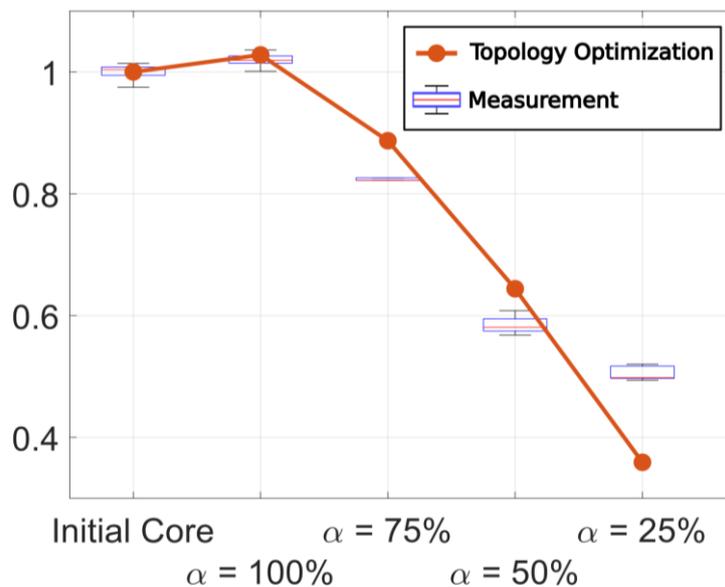


Figure 37 : Inductances des noyaux optimisés normalisées par rapport au noyau originale E30 - Mesures expérimentales à 20Hz et optimisations

#### 4.4 Étude de l'impact du procédé sur les performances

L'étude de la bibliographie rapporte que l'utilisation d'un procédé de fabrication additive peut fortement impacter certaines propriétés de la pièce finale et en particulier la manière dont sont déposés les fils de matière. Dans la modélisation proposée précédemment, le matériau dans une case est homogène est anisotrope. L'algorithme est principalement guidé par la maximisation de l'inductance et n'a donc pas de raison de considérer des porosités internes. Cependant, on observe par la suite que le procédé MIM-like, tel qu'il a été développé pour ces travaux de thèse, génère bel et bien une porosité dirigée par la stratégie d'impression. Dans cette section, l'impact de ce paramètre du procédé sur les propriétés mécaniques en traction et sur les propriétés magnétiques est étudié. Les méthodes de fabrication introduites au chapitre 2 sont utilisées à nouveau ici afin de produire différents types d'échantillons pour lesquels la géométrie externe reste la même mais dont le motif de remplissage varie. En effet, le procédé MIM-like peut facilement être paramétré pour nous permettre de placer les lignes de matière selon différentes orientations.

##### 4.4.1 Éprouvettes de traction en acier inoxydable 316L

###### 4.4.1.1 Étude de l'impact de la stratégie d'impression

###### 4.4.1.1.1 Motif de remplissage

Nous considérons tout d'abord les éprouvettes de traction dont les dimensions ont été présentées sur la Figure 25 du chapitre 2. De manière différente à ce qui est fait dans certains des articles présentés précédemment dans la bibliographie[23], [26], [28], il est décidé d'imprimer tous les échantillons à plat, avec le même nombre de couches et un remplissage complet. On cherche uniquement à étudier l'impact des stratégies de remplissage qui sont illustrées sur la Figure 38. Celles-ci sont constituées de lignes parallèles dont l'orientation varie d'un échantillon à l'autre. Par rapport à la grande dimension des éprouvettes, les lignes de matières suivent une stratégie longitudinale (L), une stratégie perpendiculaire (P) et une stratégie alternée à où l'orientation de chaque couche est perpendiculaire à la précédente (45°). Une enveloppe (rouge) qui fait le contour du motif de remplissage (jaune) a été conservée pour améliorer l'état de surface des échantillons.

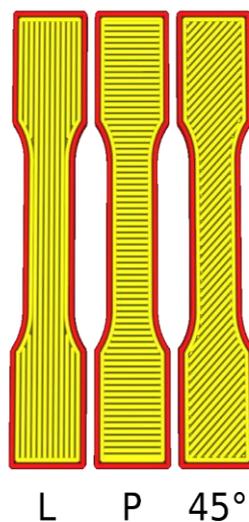


Figure 38 : Stratégies de remplissage utilisées pour comparer l'impact du procédé sur les performances en traction.  
De gauche à droite : Remplissage Longitudinal (L), Perpendiculaire (P) et Alterné à 45° (45°)

#### 4.4.1.1.2 Observations rayons X

Une série d'observations rayons X a été effectuée sur les différents échantillons verts puis frittés. Pour cela, les équipements de la plateforme de micro tomographie RX ISIS4D<sup>3</sup> ont été utilisés. Cet outil permet de reconstruire le volume d'un objet en réalisant une série de clichés en radiographie rayons X. Pour cela, l'objet tourne sur lui-même entre chaque prise de vue afin d'obtenir plusieurs projections de sa géométrie interne. Il est ensuite possible de quantifier les porosités ou de reconstruire des coupes qui ne pourraient pas être observées autrement. La Figure 39, issue de la page d'information de la plateforme, présente les différentes étapes.

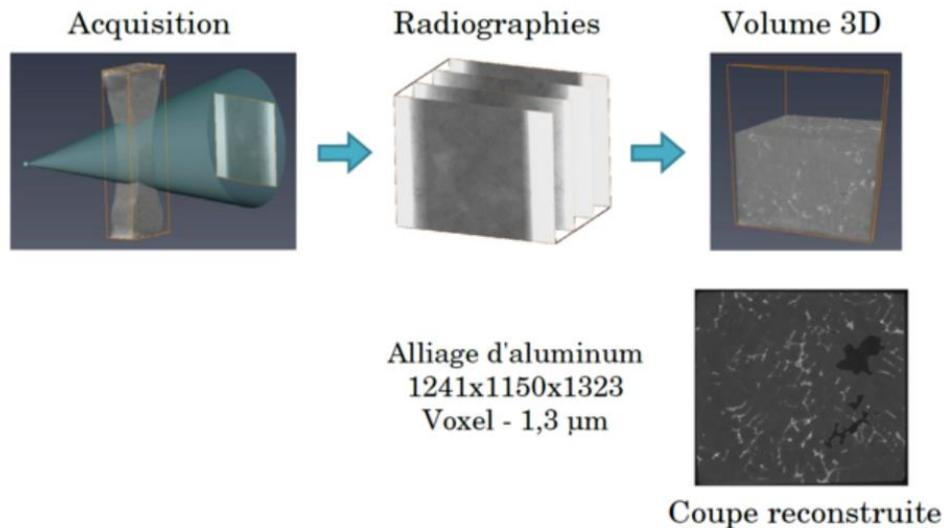


Figure 39 : Étapes d'un scan tomographique RX avec une coupe reconstruite d'un alliage d'aluminium.  
Source : [isis4d.univ-lille1.fr](http://isis4d.univ-lille1.fr)

Malheureusement, la procédure de reconstruction n'a pas pu être mise en place ici. En effet, la largeur des éprouvettes s'est trouvée être trop importante pour laisser passer les rayons X sous tous les angles. Des échantillons de plus petite taille ont également été imprimés avec pour objectif de réduire l'épaisseur à traverser mais cela n'a pas suffi. Il est tout de même possible d'exploiter les radiographies des éprouvettes qui sont faites au travers de l'épaisseur.

La Figure 40 présente deux radiographies faites sur deux éprouvettes imprimées selon la même stratégie de type L. Celle de gauche correspond à un échantillon vert imprimé à partir du feedstock PolyMIM 316L. Celle de droite est frittée sous H2 et dans les conditions présentées au chapitre 2 (figure 19). Sur ces images, le dégradé de gris correspond à la quantité de rayons X qui parvient à traverser l'objet observé pour atteindre la plaque détectrice. Plus une zone de cette dernière est frappée par les rayons X et plus elle apparaîtra claire. À l'inverse, les pixels sombres sont moins exposés aux rayonnements et correspondent donc à des éléments plus denses.

Avec ces informations, on peut reconnaître le trajet de dépôt des filaments de matière sur les deux clichés avec et sans frittage. Cependant celui-ci est bien mieux défini sur l'échantillon fritté pour lequel, il est possible de compter les passages de dépôt effectués et de les relier au programme d'impression. Les franges sombres qui apparaissent sur l'échantillon vert sont trop nombreuses pour correspondre chacune à une ligne de matière. Il devrait y en avoir autant que sur l'image de droite. Une explication

<sup>3</sup> N. Limodin, T. Rougelot and J. Hosdez, ISIS4D – In Situ Innovative Set-Ups under X-ray microtomography – [isis4d.univ-lille1.fr](http://isis4d.univ-lille1.fr)

## Chapitre 4 : Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive

possible est que celles-ci soient dues à une sur-extrusion lors de l'impression. En effet, si la largeur des boudins déposés est trop importante, celles-ci peuvent se chevaucher, ce qui décale légèrement la position de la frontière entre deux lignes. En alternant à chaque couche, ceci peut expliquer l'apparition de raies verticales sombres supplémentaires sur l'image. L'effet de cette sur-extrusion est également visible dans les coins supérieurs de l'image. Les croissants de lune sombres correspondent aux endroits où la matière est repoussée à la fin d'un segment d'extrusion. Le même phénomène est observable à l'œil nu sur la Figure 27 du chapitre 2. On peut également noter plusieurs points gris clair dans les lignes de la pièce verte, indiquant la présence d'une hétérogénéité qui n'est pas liée au motif de remplissage. Celle-ci pourrait être due à la présence de granulés dont la charge en poudre est légèrement inférieure à celle des autres grains. Cependant, il semble plus probable que des variations de débit localisées apparaissent lors de l'impression. Celles-ci peuvent être liées aux difficultés d'écoulement des granulés qui ont été rencontrées au chapitre 2 et ce malgré les modifications mises en place pour les réduire.

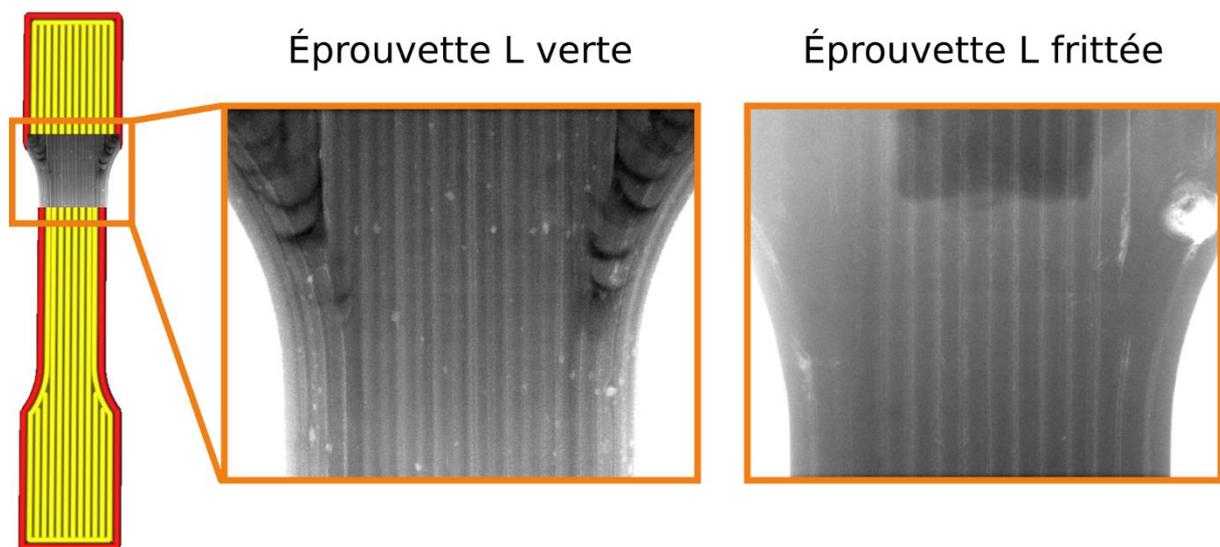


Figure 40 : Radiographie Rayons X d'éprouvettes L verte et frittée

Ces porosités rondes et localisées disparaissent en grande partie après le frittage. Cependant, on peut également voir se dessiner plus nettement une démarcation plus marquée entre les lignes d'impression. Ce contraste révèle l'existence d'une porosité orientée relativement forte. Elle peut s'expliquer par le fait que la section des boudins de matière a une forme oblongue, comme illustrée à la Figure 26 du chapitre 2. Le fait d'entasser plusieurs fois cette section ne permet pas de remplir tout l'espace et laisse nécessairement un vide dans la section. Ce phénomène est également rapporté dans la bibliographie [25], [44], [45]. Ainsi, la présence de porosités qui suivent le dessin des couches dénote d'une impression imparfaite mais est habituelle des procédés qui procèdent par dépose de matière fondue. Ces écarts ne sont pas visibles à l'œil nu pendant l'impression, il est donc difficile de les repérer et de modifier l'extrusion pour tenter de les diminuer. De plus, le procédé fonctionne déjà en légère sur-extrusion pour assurer une bonne cohésion entre les couches. Un dernier type de défaut, plus visible sur la Figure 41, fait apparaître le retard d'extrusion au début d'une ligne. On voit en effet se dessiner des points légèrement plus clairs au bas de l'image, à l'endroit où une ligne démarre et ne remplit donc pas bien l'espace contre le boudin perpendiculaire déjà en place. La forme sombre au sommet de l'image correspond au support sur lequel est collé l'échantillon.

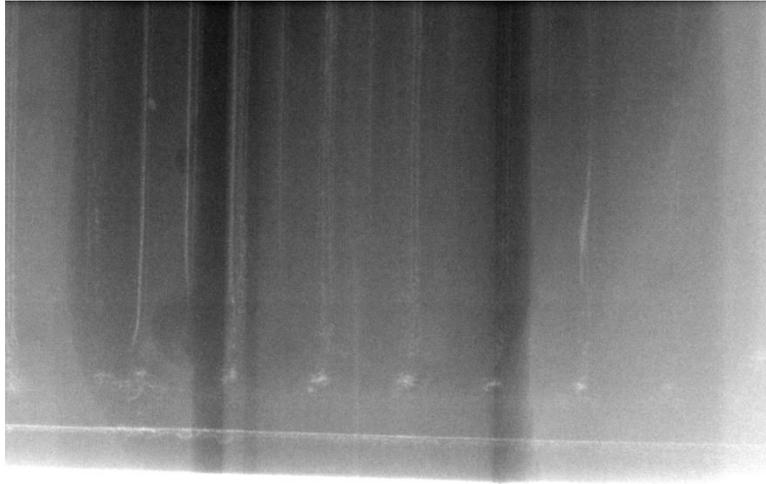


Figure 41 : Radiographie d'une éprouvette L frittée (emplacement du mord)

Pour finir, on peut retrouver clairement les deux autres motifs de remplissage sur les éprouvettes P et 45°. La Figure 42 fait apparaître le même contraste correspondant à la présence de porosités le long des lignes d'impression ainsi que les manques de petite taille au début de certaines lignes.

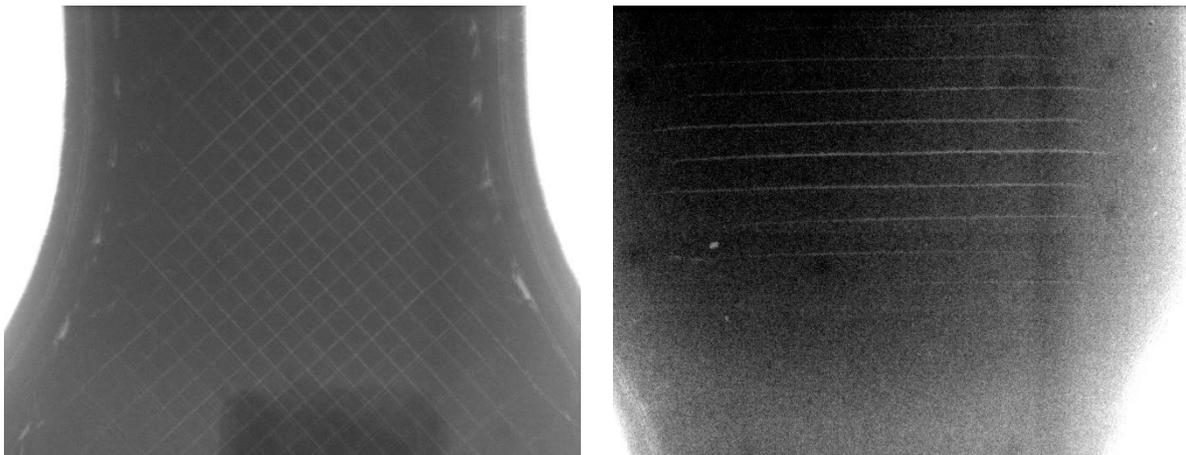


Figure 42 : Radiographies des éprouvettes P et 45° frittées

L'étape de frittage semble accentuer la démarcation des lignes entre elles et donc la présence de porosités. Ce phénomène est également observé par Kurose et al. [23] sur la présence de zones intercouche ou le frittage ne parvient pas à refermer les écarts entre les grains de poudre. Dans notre cas, on peut faire le même raisonnement en considérant le contact entre deux boudins de la même couche à l'état vert. S'il existe un vide entre ces deux traits de polymère chargé, le frittage permettra de lier efficacement les grains dans chacun des boudins mais le processus de diffusion aura du mal à se mettre en place entre les grains qui se trouvent au niveau du contact entre boudins. Si la densification réduit le volume des boudins sans les rapprocher, on comprend alors que les porosités soient plus marquées sur les pièces frittées.

Malgré cela, les échantillons imprimés avec des stratégies différentes présentent tous des taux de retrait conséquent qui témoignent d'une bonne densification des poudres. Le Tableau 8 donne les taux de retrait moyens en % dans les trois dimensions et pour les différentes stratégies. Ces données sont mesurées sur 6 échantillons identiques par stratégie. On peut faire remarquer que les données ne permettent pas de faire ressortir une tendance liée au positionnement des lignes de matière. Par

## Chapitre 4 : Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive

exemple, le retrait en largeur est toujours supérieur à celui en longueur avec des moyennes respectives de 15.12 % et 14.06 %, là où on aurait pu s'attendre à observer un comportement différent entre les types L et P. De même, les mesures de retrait en épaisseur (c'est-à-dire en retrait vertical) ne font pas apparaître d'anisotropie claire comme cela avait été le cas dans la bibliographie [23], [24]. Cependant, la forme des pièces et la faible épaisseur ne sont pas idéales pour mesurer le retrait dans cette direction comme le montre l'écart type plus important.

Tableau 8 : Rétraction moyenne des différents types d'éprouvettes

	Rétraction en longueur	Rétraction en largeur	Rétraction en épaisseur
Éprouvettes L	13.89 ± 0.60%	14.57 ± 0.85%	15.06 ± 1.85%
Éprouvettes P	14.00 ± 0.37%	15.48 ± 1.44%	11.43 ± 2.19%
Éprouvettes 45°	14.31 ± 0.57%	15.32 ± 1.09%	13.49 ± 3.27%

### 4.4.1.1.3 Comparaison des performances en traction

Trois échantillons de chaque type ont été soumis à un test de traction monotone. Le même dispositif expérimental que celui présenté au chapitre 2 est utilisé. La comparaison des résultats pour les grandeurs d'intérêt  $E$ ,  $R_e$ ,  $R_m$  et  $A\%$  est donnée aux Figure 44 et Figure 43. On observe tout d'abord que tous les échantillons atteignent ou dépassent les valeurs référence. Ces dernières sont prises dans la documentation du fabricant PolyMIM pour  $R_e$ ,  $R_m$  et  $A\%$ .  $E$  est une valeur standard rencontrée pour la plupart des aciers inoxydables 316L. Seul le module d'Young n'est pas atteint pour les échantillons de type L. En effet, cette donnée est fortement impactée par la présence de porosités puisqu'elles réduisent la section considérée pour le calcul de la contrainte. Il est possible que la disposition des porosités pour les échantillons P et 45° impacte moins la section effective. Toutefois, cette valeur est également très dépendante de la précision avec laquelle la section est mesurée. Le mauvais état de surface liée à l'effet de couche rend difficile la détermination précise de la largeur des éprouvettes.

Par ailleurs, les autres grandeurs restent extrêmement proches les unes des autres et ne permettent pas d'observer un impact singulier du motif de remplissage. Seul l'allongement à rupture laisse apparaître une déformation plus importante des éprouvettes P et 45° d'environ 40% par rapport aux éprouvettes L. Cependant, ces résultats nécessitent d'être répétés sur un plus grand nombre d'échantillons pour confirmer ces observations.

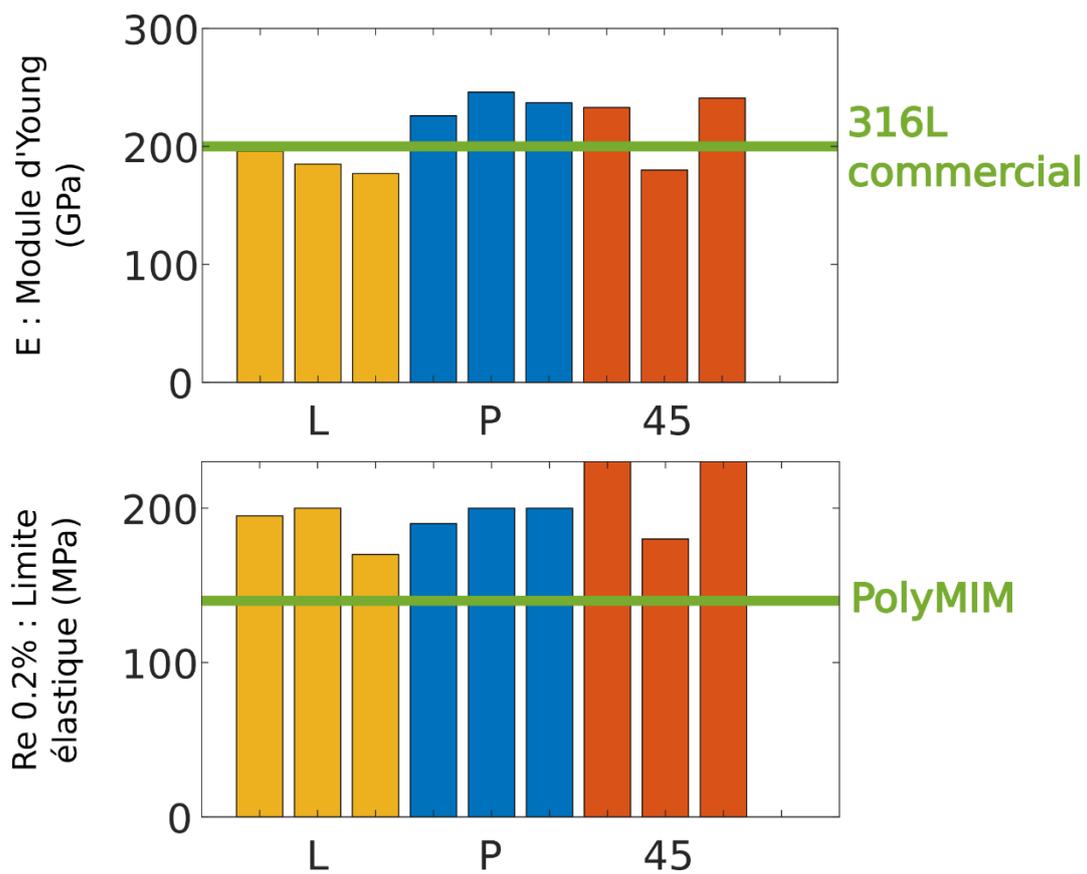


Figure 43 : Performances mécaniques en traction des différents types d'éprouvettes : E et Re

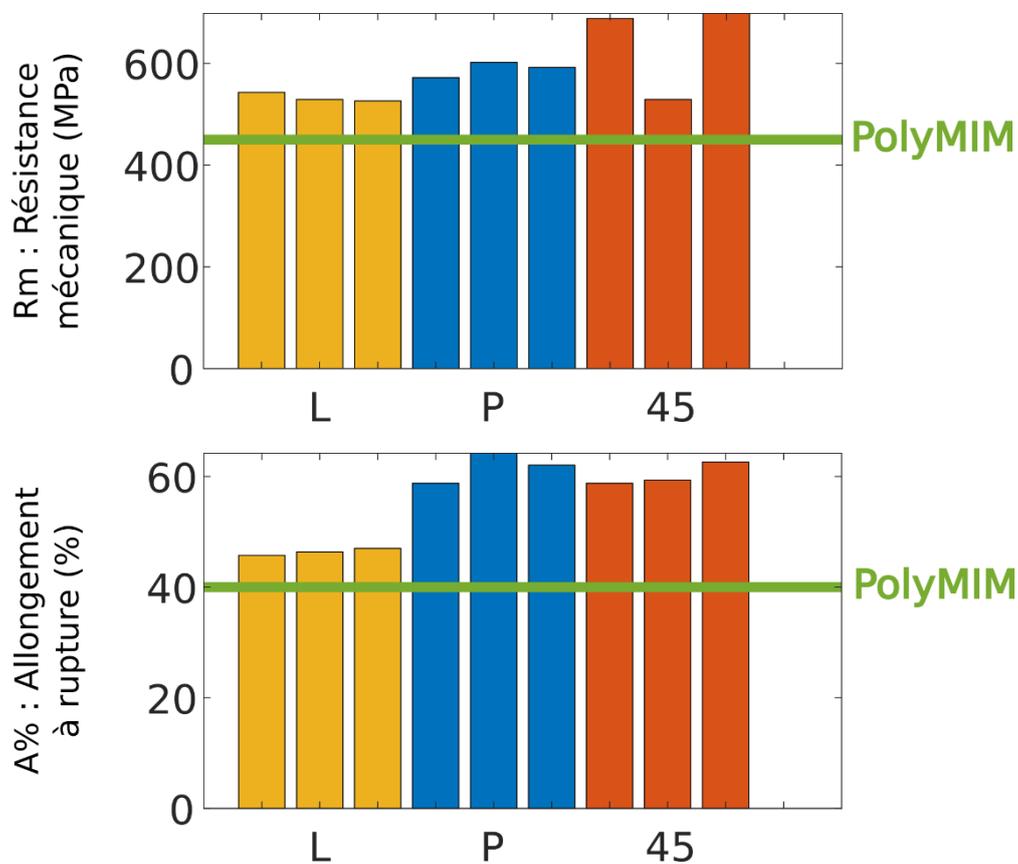


Figure 44 : Performances mécaniques en traction des différents types d'éprouvettes : Rm et A%

## Chapitre 4 : Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive

### 4.4.1.2 Perspective : Impact de l'environnement de frittage

Un autre aspect du procédé pouvant impacter les performances mécaniques concerne le frittage. Pour faciliter la mise en place du procédé, un gaz plus souple d'utilisation tel que le mélange RH5 (90%N<sub>2</sub> + 10%H<sub>2</sub>) de Airliquide a été utilisé au lieu du H<sub>2</sub> inflammable. Des essais exploratoires ont été réalisés sur les éprouvettes de type L frittées avec du RH5 et selon le même cycle thermique. Sur la Figure 45, on observe une forte modification du comportement mécanique. En particulier, l'allongement à rupture est bien plus faible pour les échantillons frittés sous RH que pour ceux frittés sous H<sub>2</sub>. À l'inverse, la limite élastique de l'éprouvette frittée sous RH5 est bien plus élevée. Ceci laisse entendre que malgré le fait que les éprouvettes soient correctement frittées sous RH5, ce gaz modifie de manière importante le matériau. Ces quelques observations laissent entrevoir le fait que l'étape finale de densification a un impact bien plus important sur certaines performances mécaniques que la stratégie de dépôt.

Des essais complémentaires ainsi qu'une étude approfondie de l'impact du frittage sur la microstructure devront être réalisés pour confirmer l'observation de cette tendance.

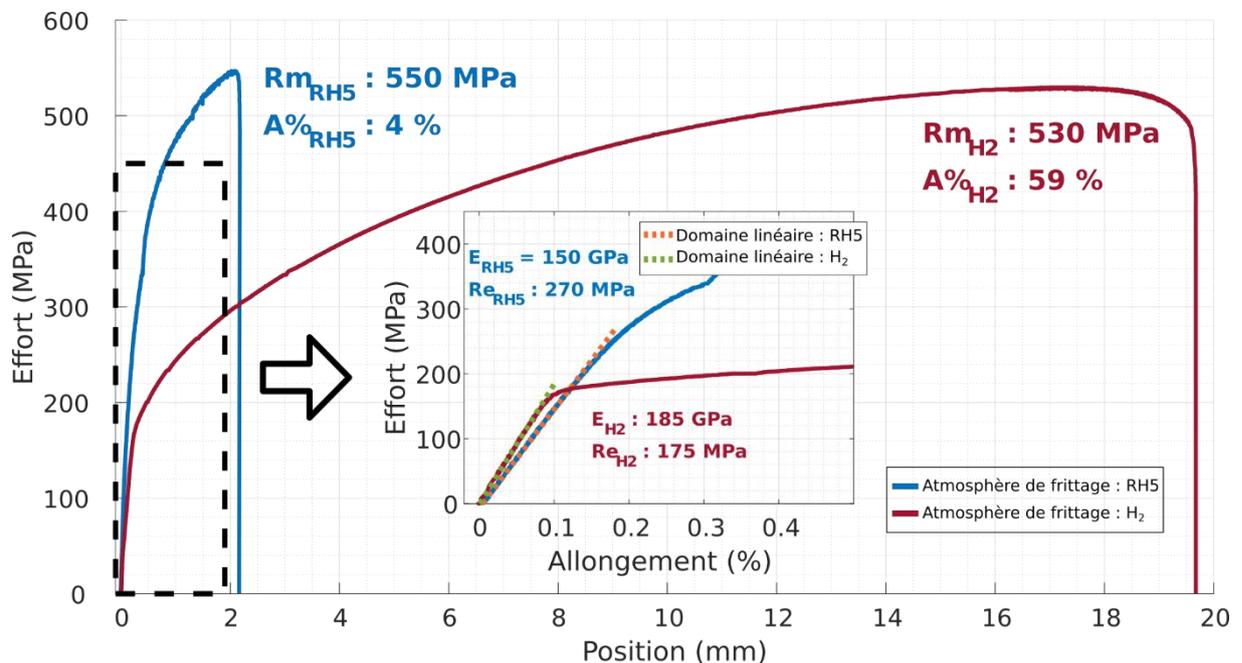


Figure 45 : Comparaison des courbes de traction de deux éprouvettes en acier inoxydable 316L frittées sous RH5 et sous H<sub>2</sub>

#### 4.4.2 Tores magnétiques en fer silicium 3%

On a pu vérifier que la stratégie de remplissage appliquée à une pièce imprimée est à l'origine d'une porosité orientée qui suit le parcours des lignes de matière déposées. Or, dans le domaine du magnétisme, la présence d'entrefer (c'est-à-dire de zones d'air) qui coupent un circuit magnétique en plusieurs sections de perméabilités relatives différentes, impacte lourdement les propriétés équivalentes du noyau. En effet, les entrefers constituent des zones de forte réluctance qui s'opposent au passage du flux. De cette façon, si un objet magnétique imprimé est traversé par un flux perpendiculaire au tracé des lignes de matière, les porosités apparaîtront alors comme un ensemble d'entrefer répartis sur toute la circulation du champ magnétique. Si on considère une représentation circuit simple du composant comme le propose la Figure 46, on obtient un matériau équivalent dont la perméabilité magnétique apparente est atténuée par la présence des entrefer [38], [46]. Par conséquent on peut s'attendre à observer un impact lié à la présence des vides qui ont été observés sur les éprouvettes frittées et qui modifiera les propriétés magnétiques du composant [26]. Pour vérifier l'impact de l'impression, des échantillons toriques destinés à la caractérisation magnétique ont été produits avec deux placements très différents de la matière. L'objectif est d'orienter les porosités de manière tangente au flux pour le premier type, et de manière normale pour le second pour rechercher des cas extrêmes.

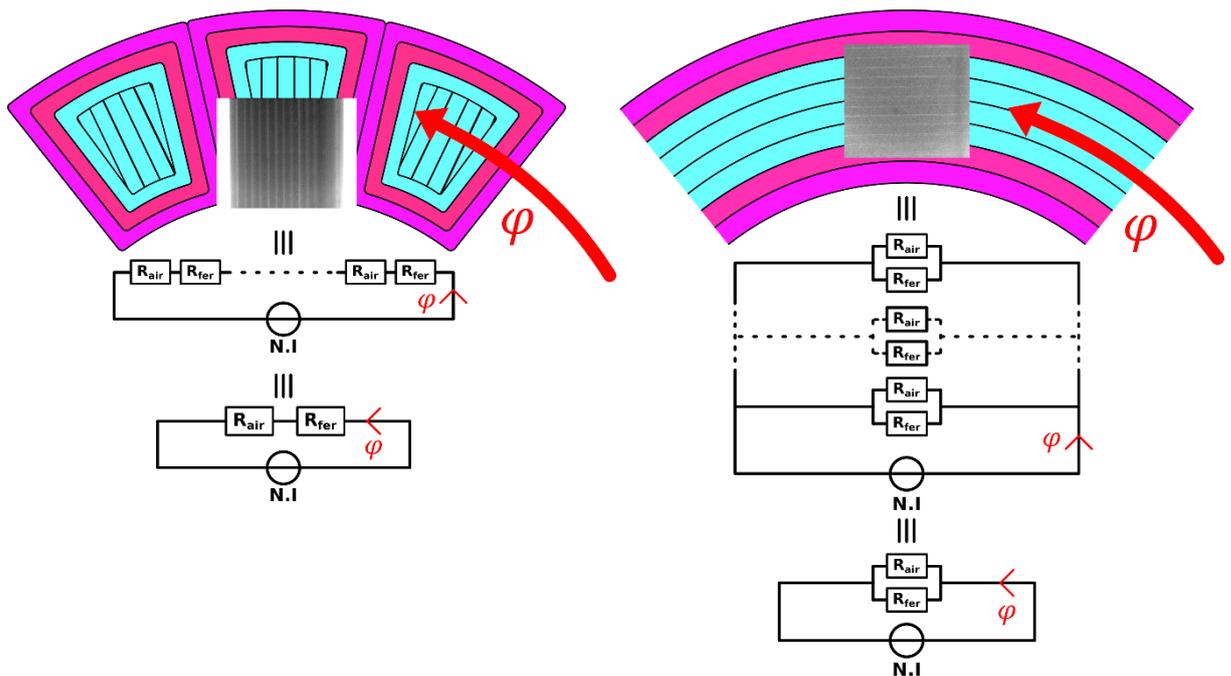


Figure 46 : Modèles équivalents faisant apparaître les réluctances liées aux porosités réparties en fonction du motif de dépôt

##### 4.4.2.1 Motif de remplissage

Dans notre cas, l'utilisation d'un tore fermé pour la caractérisation présente l'avantage de ne pas créer d'entrefer supplémentaires lors de la caractérisation. Cette difficulté est par exemple rencontrée lorsqu'un dispositif avec deux formes en C est utilisé. Cependant, il n'est pas possible de remplir la surface d'un tore avec un pavage constitué de rectangles orientés radialement. En effet, ceci demanderait d'être en mesure de faire varier l'épaisseur des lignes de matière pour en faire des portions de disques. Par conséquent, il est décidé de découper la forme du tore en 16 portions dont le remplissage est réalisé comme indiqué sur la Figure 47. Ceci permet de placer un maximum de porosités sur le chemin du flux tout en rendant simple sa construction. Ces échantillons sont repérés

## Chapitre 4 : Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive

par l'acronyme RAD (Radial). Le second type de tore est imprimé en déposant les lignes de matière de manière ortho radiale, permettant ainsi d'orienter toutes les porosités avec la direction de circulation du champ. Ces échantillons sont repérés par l'acronyme OR. La figure 9 fait également apparaître les noyaux frittés avant que ceux-ci ne soient bobinés.

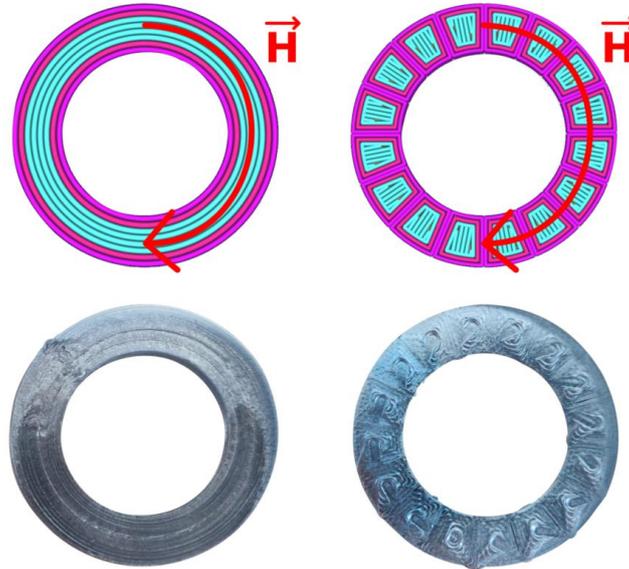


Figure 47 : Stratégies d'impression.

Gauche : Ortho radiale (OR) ou tangent au champ magnétique  $\vec{H}$  ; Droite : Radiale ou perpendiculaire à  $\vec{H}$ .

### 4.4.2.2 Caractérisation magnétique

Les mesures ont été réalisées sur 4 tores en Fe3%Si de type OR et 4 tores de type RAD. Ceux-ci ont été imprimés de manière similaire aux échantillons utilisés pour la validation du procédé au chapitre 2. Après frittages sous RH5, ils ont une épaisseur de 2 mm, un diamètre externe moyen de 36.5 mm et un diamètre interne moyen de 22.3 mm. Les 8 pièces ont été imprimées à la suite les unes des autres et ont été densifiées en 2 frittages. Chaque frittage été identique et contenait 2 échantillons de chaque stratégie. Ce gaz a été utilisé suite aux observations du chapitre 2 qui ne permettaient pas de discerner de différences de performances magnétiques (en induction et en perméabilité) entre les frittages sous H2 et ceux sous RH5.

La Figure 48 présente les courbes B-H pour une caractérisation à 5 Hz. Une fréquence faible est choisie afin de réduire au maximum les courants induits. Deux groupes se distinguent nettement. Pour la même excitation, les tores OR atteignent des niveaux d'induction magnétique globalement supérieurs à ceux des tores RAD. Ceci est mis en valeur par les points rouges qui correspondent à l'induction pour une excitation de 1000A/m. La valeur moyenne pour les tores avec une stratégie ortho radiale (OR) et radiale (RAD) sont respectivement de  $B_{OR,1000A/m} = 1,46 \text{ T} \pm 0.06$  et  $B_{RAD,1000A/m} = 0.96 \text{ T} \pm 0.22$ . Les points verts quant à eux reportent la position de la perméabilité maximale qui est présentée sur la Figure 49. Sur cette figure, on peut également observer une baisse de la perméabilité globale lors de l'utilisation d'un remplissage radial.

Cependant, il apparaît une variabilité plus importante qui révèle des écarts au sein de chaque groupe et en particulier pour les échantillons RAD. Néanmoins, les deux types d'impression ont été réalisés pour remplir l'intérieur de la pièce du mieux possible. Il faut également faire remarquer que la stratégie d'impression radiale utilisée n'est pas optimale pour mesurer l'effet du placement des lignes de

matière. En effet, les lignes placées sur les diamètres internes et externes sont nécessairement dans le sens du flux et ne permettent pas de placer les porosités sur l'intégralité de la section traversée par le flux. Ces lignes parallèles peuvent constituer des ponts magnétiques et permettre au flux de contourner les porosités.

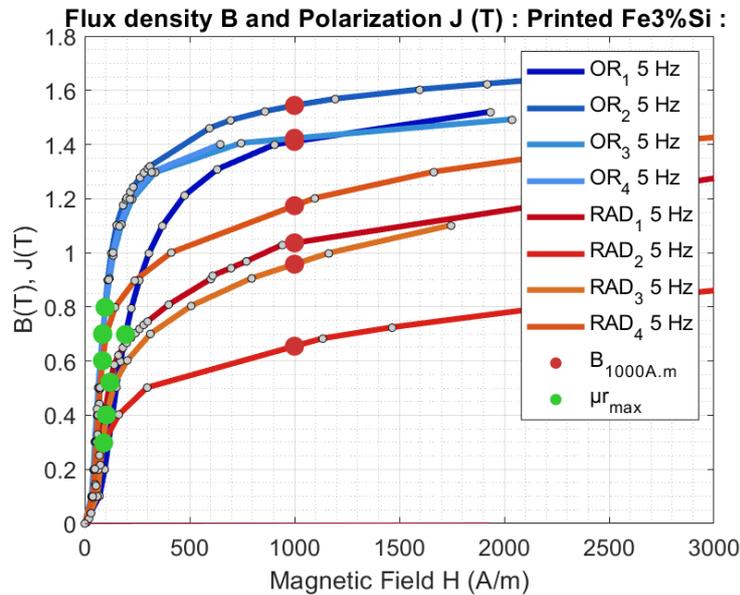


Figure 48 : Courbes B-H à 5Hz des tores RAD et OR imprimées en Fe3%Si et frittés sous RH5

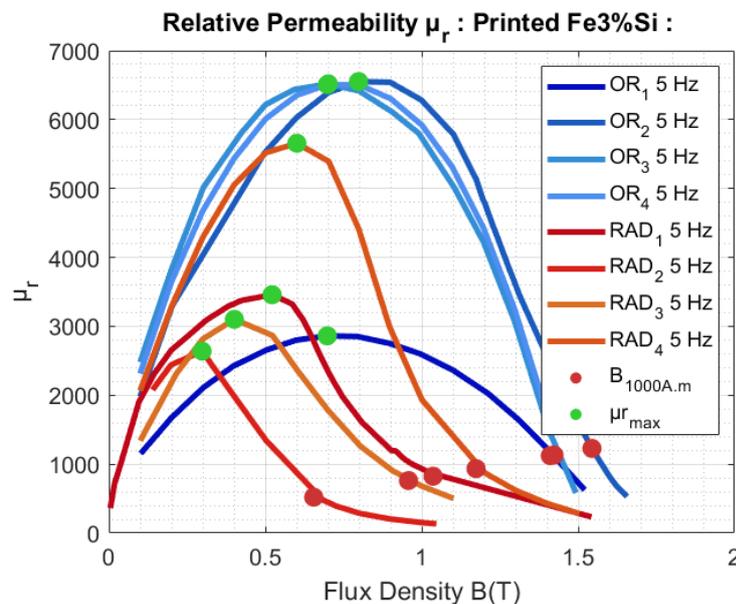


Figure 49 : Perméabilités relatives à 5Hz des tores RAD et OR imprimées en Fe3%Si et frittés sous RH5

Finalement, l'orientation des lignes de matière lors de l'impression fait apparaître une anisotropie magnétique importante causée par le procédé d'impression (ou créée grâce au procédé d'impression). Pour les matériaux magnétiques, le motif utilisé pour le dépôt de la matière semble avoir un impact non négligeable sur les performances, contrairement à ce que nous avons constaté avec les essais mécaniques en traction sur l'acier inoxydable 316L.

## 4.5 Conclusion

Les travaux présentés dans ce chapitre constituent l'une des premières motivations du projet de thèse. En effet, les possibilités qu'offre la fabrication additive trouvent une application toute désignée dans la concrétisation de dispositifs façonnés par une optimisation topologique. Tout d'abord, les technologies d'impression qui ont été présentées se caractérisent par une grande liberté géométrique. Ceci permet de ne pas limiter le processus de création en réduisant les contraintes de fabricabilité qui peuvent apparaître pour une forme complexe. De plus, la flexibilité et la versatilité des procédés autorisent la création de formes variées en utilisant une seule et même chaîne d'outils non spécialisée. Ceci simplifie également le passage à un dispositif applicatif concret en évitant la préparation de moules dédiés ou l'usinage de matériaux fragiles comme le sont les alliages de fer silicium ou les céramiques magnétiques.

L'utilisation d'un modèle à réluctances maillées a permis de déterminer avec précision la valeur d'une inductance bobinée grâce à une modélisation en magnétostatique pour un matériau linéaire. Cette méthode propose une résolution rapide des équations basées sur un modèle circuit équivalent, tout en considérant n'importe quelle distribution de matière dans le plan 2D. Ainsi, le fait de décrire la géométrie à partir d'une discrétisation régulière permet de ne pas restreindre le noyau magnétique à une forme prédéterminée. Ces deux points font du modèle MEC un candidat idéal pour la mise en place d'une optimisation topologique pour les circuits magnétiques.

Un algorithme à descente de gradient a été utilisé pour la détermination d'une forme optimale. Afin d'accélérer les calculs des dérivées partielles, la méthode de la variable adjointe a été appliquée au problème considéré, réduisant dans certains cas le temps d'optimisation d'un facteur 200. La topologie finale n'est pas modifiée dans tous les cas. Le plus souvent, la forme finale est un noyau arrondi autour de la fenêtre de bobinage. Le composant complet correspond donc à une déformation du E original qui consiste à arrondir les angles. Néanmoins, l'exploitation de ces outils a mené à l'amélioration de l'inductance du composant magnétique tout en conservant son volume initial. Bien que cet ensemble soit actuellement cantonné à la simulation de systèmes 2D, il a permis d'illustrer le passage de la résolution d'un problème numérique à l'impression et à la caractérisation du composant optimisé.

Finalement, les noyaux correspondant à différentes contraintes ont été fabriqués, démontrant ainsi la flexibilité du procédé et sa capacité à produire des formes sur demande. Les mesures expérimentales ont permis d'observer une amélioration de l'inductance sur le composant optimisé pour la contrainte de 100% du volume initial ainsi que la même évolution selon le niveau de contraintes de volume que celles observées numériquement. La différence qui peut être observée provient principalement de l'apparition de courants induits dans le matériau conducteur du noyau. Ces derniers dégradent fortement la perméabilité relative apparente mesurée et donc l'inductance de chaque échantillon.

Cependant, l'étude de la stratégie de remplissage montre que celle-ci impact également les performances de manière non négligeable. Elle génère une anisotropie magnétique forte dont la prise en compte dans la modélisation semble indispensable. En effet, la présence nette d'une porosité dirigée selon les lignes d'impression est révélée par les observations rayons X des pièces vertes et frittées. S'il est difficile d'observer un impact important de ces défauts sur la résistance mécanique des éprouvettes en acier inoxydable 316L, l'effet sur les propriétés magnétiques équivalentes est en revanche flagrant. La perméabilité relative et l'induction magnétique pour un point de fonctionnement

donné sont fortement impactées par la façon d'imprimer. Ces phénomènes ne sont pas pris en compte dans le modèle qui a été proposé car celui-ci décrit la matière sans prendre en compte la présence de porosités imposée par le dépôt de matière lors de l'impression. Pour fournir des géométries optimisées qui soient cohérentes avec le procédé et dont le caractère optimal se répercute sur l'échantillon expérimental, il est nécessaire de faire évoluer le modèle en intégrant les spécificités de la fabrication additive. À terme, le processus d'optimisation pourra, en plus de proposer une géométrie optimale, associer un motif de remplissage optimal à suivre pendant l'impression. Au-delà de l'aspect contraignant que cela représente, cet effet peut être considéré comme un outil de conception pour des cas plus complexes. Il peut permettre de modifier localement le comportement magnétique des composants et de créer une solution sur mesure pour le chemin du flux magnétique.

Pour conclure, la prolongation des travaux d'optimisation présentés ici consistera d'abord en l'utilisation de matériaux magnétiques mieux adaptés pour la partie expérimentale. En particulier, l'impression des matériaux ferrites présentée au chapitre 3 sera appliquée à cette étude dès que les difficultés de frittage seront surmontées et permettra de s'affranchir des problèmes de courants induits. Par la suite, il semble indispensable d'enrichir le modèle de la prise en compte de la stratégie d'impression et de l'anisotropie qu'elle génère. Ainsi, l'utilisation de ce modèle sur un composant différent ou pour un problème plus contraint pourra également mener à déterminer des topologies originales tout aussi intéressantes à imprimer. À plus long terme, l'application du modèle à d'autres physiques régies par des systèmes d'équations semblables ainsi que son extension à la 3D pourront être envisagées pour exploiter plus encore les possibilités offertes par les procédés de fabrication additive.

## 4.6 Références bibliographiques

- [1] S. Catalucci, N. Senin, D. Sims-Waterhouse, S. Ziegelmeier, S. Piano, and R. Leach, "Measurement of complex freeform additively manufactured parts by structured light and photogrammetry," *Measurement*, vol. 164, p. 108081, Nov. 2020, doi: 10.1016/j.measurement.2020.108081.
- [2] M. Delic and D. R. Evers, "The effect of additive manufacturing adoption on supply chain flexibility and performance: An empirical analysis from the automotive industry," *International Journal of Production Economics*, vol. 228, p. 107689, Oct. 2020, doi: 10.1016/j.ijpe.2020.107689.
- [3] X. Wang, F. Schmidt, D. Hanaor, P. H. Kamm, S. Li, and A. Gurlo, "Additive manufacturing of ceramics from preceramic polymers: A versatile stereolithographic approach assisted by thiol-ene click chemistry," *Additive Manufacturing*, vol. 27, pp. 80–90, May 2019, doi: 10.1016/j.addma.2019.02.012.
- [4] J. Allen, "An Investigation into the Comparative Costs of Additive Manufacture vs. Machine from Solid for Aero Engine Parts," 2006.
- [5] T. D. Ngo, A. Kashani, G. Imbalzano, K. T. Q. Nguyen, and D. Hui, "Additive manufacturing (3D printing): A review of materials, methods, applications and challenges," *Composites Part B: Engineering*, vol. 143, pp. 172–196, Jun. 2018, doi: 10.1016/j.compositesb.2018.02.012.
- [6] D. Jankovics and A. Barari, "Customization of Automotive Structural Components using Additive Manufacturing and Topology Optimization," *IFAC-PapersOnLine*, vol. 52, no. 10, pp. 212–217, 2019, doi: 10.1016/j.ifacol.2019.10.066.
- [7] A. L. R. Prathyusha and G. Raghu Babu, "A review on additive manufacturing and topology optimization process for weight reduction studies in various industrial applications," *Materials Today: Proceedings*, vol. 62, pp. 109–117, Jan. 2022, doi: 10.1016/j.matpr.2022.02.604.
- [8] T. Gauthey, P. Gangl, and M. H. Hassan, "Multi-Material Topology Optimization with Continuous Magnetization Direction for Permanent Magnet Synchronous Reluctance Motors." arXiv, Jul. 10, 2021. Accessed: Sep. 29, 2022. [Online]. Available: <http://arxiv.org/abs/2107.04825>
- [9] C. Huber *et al.*, "Topology Optimized and 3D Printed Polymer Bonded Permanent Magnets for a Predefined External Field," *ResearchGate*, Aug. 2017. [https://www.researchgate.net/publication/319402438\\_Topology\\_Optimized\\_and\\_3D\\_Printed\\_Polymer\\_Bonded\\_Permanent\\_Magnets\\_for\\_a\\_Predefined\\_External\\_Field](https://www.researchgate.net/publication/319402438_Topology_Optimized_and_3D_Printed_Polymer_Bonded_Permanent_Magnets_for_a_Predefined_External_Field) (accessed Feb. 26, 2020).
- [10] A. Manninen, J. Keränen, J. Pippuri-Mäkeläinen, S. Metsä-Kortelainen, T. Riipinen, and T. Lindroos, "Topology Optimization for Additive Manufacturing of Switched Reluctance Machines," p. 5.
- [11] G. A. Haveroth *et al.*, "Topology optimization including a model of the layer-by-layer additive manufacturing process," *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol. 398, p. 115203, Aug. 2022, doi: 10.1016/j.cma.2022.115203.
- [12] G. Devos, M. Hage-Hassan, P. Dessante, C. Gautier, A. Mercier, and E. Labouré, "Optimization strategy for the sizing of passive magnetic components," in *2020 22nd European Conference on Power Electronics and Applications (EPE'20 ECCE Europe)*, Sep. 2020, pp. 1–8. doi: 10.23919/EPE20ECCEurope43536.2020.9215932.
- [13] R. Youness and F. Messine, "Adjoint Based Topology Optimization in Nonlinear Magnetostatics Application to Hall Effect Thrusters," in *2019 22nd International Conference on the Computation of Electromagnetic Fields (COMPUMAG)*, Jul. 2019, pp. 1–4. doi: 10.1109/COMPUMAG45669.2019.9032827.
- [14] R. El Bechari, F. Guyomarch, and S. Brisset, "The Adjoint Variable Method for Computational Electromagnetics," *Mathematics*, vol. 10, no. 6, p. 885, Mar. 2022, doi: 10.3390/math10060885.
- [15] M. Fratila, A. Benabou, A. Tounzi, and M. Dessoude, "Iron Loss Calculation in a Synchronous Generator Using Finite Element Analysis," *IEEE Transactions on Energy Conversion*, vol. 32, no. 2, pp. 640–648, Jun. 2017, doi: 10.1109/TEC.2017.2648512.
- [16] H. T. Le Luong, C. Hénaux, F. Messine, G. Bueno-Mariani, N. Voyer, and S. Mollov, "Finite element analysis of a modular brushless wound rotor synchronous machine," *J. eng.*, vol. 2019, no. 17, pp. 3521–3526, Jun. 2019, doi: 10.1049/joe.2018.8206.

- [17] J. Marault, A. Tounzi, M. Hecquet, and F. Gillon, "A Fast and Accurate Analytical Tool to Study the Winding Function," in *2018 XIII International Conference on Electrical Machines (ICEM)*, Alexandroupoli, Sep. 2018, pp. 2409–2415. doi: 10.1109/ICELMACH.2018.8507175.
- [18] C. Beatrice, V. Tsakaloudi, S. Dobák, V. Zaspalis, and F. Fiorillo, "Magnetic losses versus sintering treatment in Mn-Zn ferrites," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 429, pp. 129–137, May 2017, doi: 10.1016/j.jmmm.2016.12.121.
- [19] M. Agarwala, D. Bourell, J. Beaman, H. Marcus, and J. Barlow, "Direct selective laser sintering of metals," *Rapid Prototyping Journal*, vol. 1, no. 1, pp. 26–36, Jan. 1995, doi: 10.1108/13552549510078113.
- [20] V. Chaudhary, S. A. Mantri, R. V. Ramanujan, and R. Banerjee, "Additive manufacturing of magnetic materials," *Progress in Materials Science*, vol. 114, p. 100688, Oct. 2020, doi: 10.1016/j.pmatsci.2020.100688.
- [21] T. Sun, W. Tan, L. Chen, and A. Rollett, "In situ / operando synchrotron x-ray studies of metal additive manufacturing," *MRS Bull.*, vol. 45, no. 11, pp. 927–933, Nov. 2020, doi: 10.1557/mrs.2020.275.
- [22] C. Dupuy, A. Benabou, S. Shihab, O. Messal, S. Clénet, and P. Peyre, "Influence of laser powder bed fusion process conditions and resulting microstructures on the electromagnetic properties of a 16MnCr5 steel," *Additive Manufacturing*, vol. 41, p. 101945, May 2021, doi: 10.1016/j.addma.2021.101945.
- [23] T. Kurose *et al.*, "Influence of the Layer Directions on the Properties of 316L Stainless Steel Parts Fabricated through Fused Deposition of Metals," *Materials*, vol. 13, no. 11, p. 2493, May 2020, doi: 10.3390/ma13112493.
- [24] W. Hassan, M. A. Farid, A. Tosi, K. Rane, and M. Strano, "The effect of printing parameters on sintered properties of extrusion-based additively manufactured stainless steel 316L parts," *Int J Adv Manuf Technol*, vol. 114, no. 9, pp. 3057–3067, Jun. 2021, doi: 10.1007/s00170-021-07047-w.
- [25] A. Bellini, L. Shor, and S. I. Guceri, "New developments in fused deposition modeling of ceramics," *Rapid Prototyping Journal*, vol. 11, no. 4, pp. 214–220, Sep. 2005, doi: 10.1108/13552540510612901.
- [26] T. Q. Pham, H. Suen, P. Kwon, and S. N. Foster, "Characterization of Magnetic Anisotropy for Binder Jet Printed Fe<sub>93.25</sub>Si<sub>6.75</sub>," in *2019 IEEE Energy Conversion Congress and Exposition (ECCE)*, Baltimore, MD, USA, Sep. 2019, pp. 745–752. doi: 10.1109/ECCE.2019.8913105.
- [27] M. Galati and P. Minetola, "Analysis of Density, Roughness, and Accuracy of the Atomic Diffusion Additive Manufacturing (ADAM) Process for Metal Parts," *Materials*, vol. 12, no. 24, p. 4122, Dec. 2019, doi: 10.3390/ma12244122.
- [28] L. M. Bollig, P. J. Hilpisch, G. S. Mowry, and B. B. Nelson-Cheeseman, "3D printed magnetic polymer composite transformers," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 442, pp. 97–101, Nov. 2017, doi: 10.1016/j.jmmm.2017.06.070.
- [29] S. Lammers *et al.*, "Additive Manufacturing of a lightweight rotor for a permanent magnet synchronous machine," in *2016 6th International Electric Drives Production Conference (EDPC)*, Nov. 2016, pp. 41–45. doi: 10.1109/EDPC.2016.7851312.
- [30] B. Ladghem Chikouche, K. Boughrara, F. Dubas, and R. Ibtouen, "Two-dimensional hybrid model for magnetic field calculation in electrical machines: exact subdomain technique and magnetic equivalent circuit," *COMPEL*, vol. 40, no. 3, pp. 535–560, Aug. 2021, doi: 10.1108/COMPEL-01-2021-0008.
- [31] S. Yang *et al.*, "Introduction to mesh based generated lumped parameter models for electromagnetic problems," *Trans. Electr. Mach. Syst.*, vol. 5, no. 2, pp. 152–162, Jun. 2021, doi: 10.30941/CESTEMS.2021.00019.
- [32] D. Fu, F. Gillon, Y. Xu, N. Bracikowski, and J. Gong, "Equivalent Magnetic Network of a Transverse-Flux Permanent Magnet Linear Motor," in *2018 XIII International Conference on Electrical Machines (ICEM)*, Sep. 2018, pp. 2157–2163. doi: 10.1109/ICELMACH.2018.8507074.
- [33] T.-K. Hoang, L. Vido, F. Gillon, and M. Gabsi, "Structural optimization to maximize the flux control range of a double excitation synchronous machine," *Mathematics and Computers in Simulation*, vol. 158, pp. 235–247, Apr. 2019, doi: 10.1016/j.matcom.2018.08.013.

## Chapitre 4 : Optimisation topologique d'un noyau magnétique : Exploiter la liberté de forme offerte par la fabrication additive

- [34] O. Bouchakour, V. Martin, F. Gillon, and X. Margueron, "Topology optimization for the tuning of HF transformer leakage inductance," p. 2, 2021.
- [35] S. Sanogo and F. Messine, "Topology optimization in electromagnetism using SIMP method: Issues of material interpolation schemes," *COMPEL*, vol. 37, no. 6, pp. 2138–2157, Nov. 2018, doi: 10.1108/COMPEL-04-2017-0170.
- [36] B. B. S. Mohamodhosen, F. Gillon, M. Tounzi, and L. Chevallier, "Topology optimisation using nonlinear behaviour of ferromagnetic materials," *COMPEL*, vol. 37, no. 6, pp. 2211–2223, Nov. 2018, doi: 10.1108/COMPEL-12-2017-0522.
- [37] M. Vincent *et al.*, "Additive manufacturing for soft magnetic materials," in *2021 IEEE International Magnetic Conference (INTERMAG)*, Apr. 2021, pp. 1–5. doi: 10.1109/INTERMAG42984.2021.9579804.
- [38] H. Waki, H. Igarashi, and T. Honma, "Estimation of effective permeability of magnetic composite materials," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 41, no. 5, pp. 1520–1523, May 2005, doi: 10.1109/TMAG.2005.845071.
- [39] L. Liu *et al.*, "Design and Additive Manufacturing of Multi-Permeability Magnetic Cores," p. 6, 2017.
- [40] R. H. Byrd, M. E. Hribar, and J. Nocedal, "An Interior Point Algorithm for Large-Scale Nonlinear Programming," *SIAM J. Optim.*, vol. 9, no. 4, pp. 877–900, Jan. 1999, doi: 10.1137/S1052623497325107.
- [41] J.-L. Duchaud, "Conception, modélisation et dimensionnement d'un système de levée de soupape à trois positions discrètes pour un moteur essence automobile.," p. 186.
- [42] T. Cherrière, S. Hlioui, L. Laurent, F. Louf, H. B. Ahmed, and M. Gabsi, "Topology Optimization of Asymmetric PMSM Rotor," p. 7.
- [43] R. E. Bechari, "Optimization and reliability analysis for electrical machines modeled by finite element method."
- [44] C. Bellehumeur, L. Li, Q. Sun, and P. Gu, "Modeling of Bond Formation Between Polymer Filaments in the Fused Deposition Modeling Process," *Journal of Manufacturing Processes*, vol. 6, no. 2, pp. 170–178, Jan. 2004, doi: 10.1016/S1526-6125(04)70071-7.
- [45] J. Damon, S. Dietrich, S. Gorantla, U. Popp, B. Okolo, and V. Schulze, "Process porosity and mechanical performance of fused filament fabricated 316L stainless steel," *RPJ*, vol. 25, no. 7, pp. 1319–1327, Aug. 2019, doi: 10.1108/RPJ-01-2019-0002.
- [46] J. Vesa and P. Rasilo, "Permeability Estimations of SMC Material Particles," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 56, no. 9, pp. 1–7, Sep. 2020, doi: 10.1109/TMAG.2020.3006425.



## Conclusion générale

Les travaux de thèse présentés ont permis d'explorer l'application de la fabrication additive aux matériaux magnétiques doux. Il ressort que les thématiques qui doivent être abordées pour atteindre un tel objectif sont particulièrement variées et transversales. Les compétences propres aux différents laboratoires ont été nécessaires pour progresser sur plusieurs problématiques telles que la mise en place des procédés, le développement des feedstocks et les différentes caractérisations.

Ainsi, l'encadrement partagé entre le L2ep et le LaMcube a été fructueux. Les procédés d'impression 3D FGF et DLP pour les feedstocks chargés, ainsi que les étapes de post traitement indispensables à la densification par frittage des pièces vertes ont été mis en œuvre et validés sur des feedstocks commerciaux d'acier inoxydable 316L et de Fe-3%Si. Fort de cette base technique solide, les recherches pour le développement de feedstocks chargés en ferrite Mn-Zn et pour leur frittage ont été poursuivies. Enfin, l'impression et la caractérisation des formes optimisées ainsi que l'étude de l'anisotropie générée lors de la dépose de matières ont permis d'illustrer la nécessité d'intégrer l'impact du procédé dans l'étape de modélisation et a fortiori dans la conception des pièces.

L'état de l'art présenté au premier chapitre a d'abord mis en avant le fait que le domaine du génie électrique a encore peu recours à la fabrication additive, et ce malgré les différentes possibilités qu'offrent ces procédés et l'intérêt important qu'y portent déjà divers secteurs industriels. Il a également pu être présentée l'existence d'une multitude de procédés comportant chacun des spécificités fortes. La nécessité d'avoir un contrôle important sur la chaîne de fabrication à la fois pour adapter le procédé ainsi que pour être en mesure de développer des feedstock nouveaux, a permis d'identifier les procédés indirects, tels que le MIM-like, comme une direction technologique intéressante. En particulier, ce choix permet d'envisager l'application de la fabrication additive aux matériaux magnétiques via un procédé qui est complémentaire à ceux de l'état de l'art, mais qui bénéficie également des méthodes de densification du MIM (Metal Injection Moulding) ou CIM (Ceramic Injection Moulding) et de l'accès à des feedstocks existant.

Les travaux présentés au second chapitre exploitent ces opportunités. L'utilisation de feedstocks commerciaux a permis la mise en place et la validation du procédé de fabrication complet. L'acier inoxydable 316L et le fer silicium 3% ont d'abord permis de calibrer les différentes étapes. Par la suite, la caractérisation des propriétés mécaniques en traction et des propriétés magnétiques à basse fréquence ont confirmé la possibilité de produire des pièces performantes via le procédé MIM-like. Les niveaux de densification des pièces frittés sont comparables à ceux annoncés pour le MIM et les propriétés mesurées atteignent des niveaux très proches des procédés conventionnels. Ces résultats et les équipements mis en place ont permis la poursuite des recherches pour le développement de feedstocks ferrite Mn-Zn.

L'application d'un procédé de fabrication additive au ferrite magnétique doux constitue l'une des motivations principales de ce projet de thèse. En effet, cette activité répond à un besoin technologique de l'industrie très concret et qui trouve encore peu de réponse dans la bibliographie. Les méthodes développées ont été mises à profit pour formuler et tester des feedstocks granulés chargés en poudre de ferrite dans le troisième chapitre. En parallèle, le procédé de mise en forme DLP a permis d'explorer l'utilisation d'un feedstock résine pour la réalisation de la pièce verte. Pour les deux voies, les étapes d'impression et de déliantage ont été réalisées avec succès. En ce qui concerne la phase de frittage, des difficultés ont été rencontrées au cours des divers essais et une piste prometteuse pour y remédier afin d'atteindre les performances magnétiques escomptées a pu être identifiée. Les actions

nécessaires ainsi que l'acquisition des équipements requis pour le contrôle de l'atmosphère de frittage ont été engagées. Ceci constitue les prochaines actions qui seront menées aux laboratoires.

Enfin, un travail de conception par optimisation topologique a été mené pour illustrer les possibilités d'exploitation du procédé de fabrication additive et ses capacités dans le quatrième et dernier chapitre. L'application de la méthode de la variable adjointe au modèle à réluctance maillée permet d'accélérer l'obtention du gradient de la fonction objectif et par conséquent de réduire les temps nécessaires à la convergence de l'algorithme. Certaines des formes optimisées ont été imprimées et caractérisées, terminant ainsi le chemin de la conception jusqu'à la fabrication additive d'un composant magnétique. Cependant, l'étude de l'impact du procédé sur les performances des matériaux imprimés a permis de mettre en lumière la présence d'une anisotropie magnétique générée lors du dépôt de matière. Ceci permet d'illustrer la nécessité d'intégrer certains des paramètres du procédé d'impression à l'étape de modélisation ainsi que dans la conception des pièces.

Au terme de ces travaux, différentes activités de recherche habituellement abordées autour de la fabrication additive ont été menées : la mise en place de procédés, le développement d'un feedstock à partir de matières premières, l'exploitation des capacités offertes à la conception via l'optimisation et enfin, l'étude de l'impact du procédé sur les performances. Les différents points qui ont été abordés ont mené à la création d'outils réutilisables et à l'acquisition de compétences précieuses qui permettent d'envisager un peu plus concrètement la mise en forme des matériaux magnétiques par fabrication additive.

Ces avancées nécessitent bien sûr d'être consolidées et emmenées bien plus loin. Il a été possible d'ouvrir de nombreuses portes et possibilités de continuité pour cette activité de recherche. À partir des conclusions précédentes, on peut donner les perspectives qui permettront à la fois de capitaliser sur les résultats obtenus et d'améliorer l'utilisation et la compréhension de ces procédés dans le cadre du génie électrique. Celles-ci sont listées par ordre décroissant d'immédiateté.

- La mise en place du frittage sous atmosphère contrôlée constitue la suite immédiate de ces travaux de recherche. L'identification du blocage technique auquel nous étions confrontés nous a permis de mettre en place une stratégie pour les prochains essais de frittage. L'obtention de performances magnétiques est un point indispensable pour conclure l'action menée sur l'impression du ferrite Mn-Zn.
- La confirmation de la présence d'une anisotropie magnétique sur d'autres paramètres d'impression MIM-like, ainsi que la mise en lien avec la qualité de la pièce verte sont des actions qui seront aussi immédiatement continuées. Cet élément est non seulement indispensable à l'amélioration du comportement magnétique des pièces imprimées, il peut également représenter un outil de conception intéressant puisqu'il pourra être contrôlé via la préparation du programme d'impression.
- L'extension de la gamme de matériaux imprimables est une tâche générale qui doit suivre les nécessités du domaine. Plusieurs feedstock MIM et CIM sont disponibles et peuvent permettre d'imprimer du cuivre, des céramiques, d'autres nuances des aciers magnétiques ou certains aimants. Il s'agit d'une tâche à moyen terme.
- Une fois l'anisotropie mieux comprise et quantifiée, celle-ci pourra être prise en compte dans la modélisation magnétique des composants imprimés et par extension dans le processus d'optimisation topologique. En particulier, il sera intéressant d'intégrer le trajet de dépôt dans la modélisation pour prendre en compte une partie des paramètres du procédé.
- De même, l'extension du modèle à la 3D permettra de réaliser des optimisations plus intéressantes et dédiées pour la fabrication additive.

- L'extension de la gamme de matériaux imprimés en MIM/CIM-like peut aussi être faite par de nouveaux développements de feedstocks. Par exemple, des matériaux tels que le Fe6.5%Si ou le ferrite Ni-Zn peuvent présenter un très grand intérêt mais n'existent pas sous forme de formulation MIM/CIM commerciales. Le premier permet de réduire davantage les courants induits alors que le second se trouve être plus facile à fritter que le ferrite Mn-Zn.

La thématique de la fabrication additive continue à croître en importance au sein du L2ep et du LaMcube. D'importants développements dans le cadre du projet Fabricar3v ont permis de développer le procédé d'impression pour granulés et de l'étendre à d'autres matériaux tels que le titane et ses alliages ou l'alumine. L'hybridation du procédé et l'impression de plusieurs matériaux pour une seule pièce sont également réalisées. Enfin, l'étude des différents paramètres du procédés sur les performances fait partie des problématiques centrales qui sont étudiées.

L'importante diversité des thèmes et des domaines abordés est l'une des caractéristiques de la fabrication additive. Sa capacité d'application à de nombreuses situations ainsi que les différentes routes qu'elle permet d'emprunter confirment sa qualité de procédé versatile et central, à la fois pour l'industrie et pour la recherche scientifique.



## Annexes

Annexes .....	213
Annexe 1 : Documentation Feedstock PolyMIM.....	214
Annexe 2 : Masse volumique par double pesée .....	218
Annexe 3 : Induction dans un Tore .....	219
Annexe 4 : Calcul de $\partial L \partial \rho$ pour l'adjoint appliqué au modèle MEC.....	221
Cas général : .....	224
Cas particuliers .....	225
Annexe 5 : Stratégie de frittage ferrite en escalier .....	229
Annexe 6 : Liste des publications et valorisations scientifiques .....	230
Conférences : .....	230
Articles : .....	230
Autre : .....	230



<b>Sintering process</b> <i>Sinterprozess</i>	<b>Sintering atmosphere</b> <i>Sinteratmosphäre</i>	100% dry Hydrogen
	<b>Sintering substrata</b> <i>Sinterunterlage</i>	Non-metallic base (e.g. Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )
	<b>Sintering cycle</b> <i>Sinterzyklus</i>	RT – 5K/min – 600°C, 2h hold 600°C – 5K/min – 900°C, 1,0h hold 900°C – 5K/min – 1325°C, 3,0h hold 15K/min - cooling
<b>Heat treatment</b> <i>Wärmebehandlung</i>	We will be glad to support you in determining the optimal treatment parameters for your application <i>Gerne unterstützen wir Sie bei der Ermittlung der für Ihren Anwendungsfall optimalen Wärmebehandlung-Parameter.</i>	
	<b>Heat treatment</b> <i>Vergüten</i>	applicable
	<b>Inductive hardening/</b> <i>Induktivhärten</i>	-
	<b>Case hardening</b> <i>Einsatzhärten</i>	-
	<b>Carbonitriding</b> <i>Karbonitrieren</i>	-
<b>Shelf life</b> <i>Lagerfähigkeit</i>	If stored appropriately: 12 months. Protect feedstock against moisture. <i>Bei sachgemäßer Lagerung 12 Monate; vor Feuchtigkeit schützen.</i>	

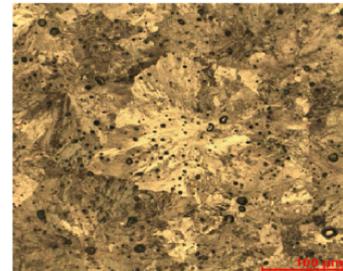
<b>Oversize factor</b> <i>Werkzeugaufmaßfaktor</i>	min.	average	max.	AA 2.8 MIM 0125
	1,1627	1,1669	1,1711	
<b>Density [g/cm<sup>3</sup>]</b> <i>Dichte</i>	min.	average	max.	DIN EN ISO 3369
	7,55	7,60	7,70	

## Product Data sheet - polyMIM® Fe3Si

Version 04 / 09.2019

Am Gefach  
55566 Bad Sobernheim  
Telefon: +49 6751 85769-0  
Telefax: +49 6751 85769-5300  
[info@polymim.com](mailto:info@polymim.com)  
[www.polymim.com](http://www.polymim.com)

<b>Product</b> <i>Produkt</i>	polyMIM® Fe3Si D 321E					
<b>Product description</b> <i>Produktbeschreibung</i>	Feedstock for metal injection moulding.					
<b>Oversize factor*</b> <i>Aufmaßfaktor</i>	Min. 1,1627	Average 1,1669	Max. 1,1711			
*All specified dimensions must be multiplied by this rate.						
<b>MVR [cm³/10min]</b> <i>Schmelzvolumenrate</i>	Min. 7,5	Average 12,0	Max. 20,0	DIN EN ISO 1133 (190°C/10kg)		
<b>Typical Composition</b> (as sintered in % by weight) <i>Typische Zusammensetzung</i>		Fe	C	Si	Others individually	
	>	--	--	2,5	--	
	<	Balance	0,1	3,1	0,1	
<b>Typical properties</b> <i>Typische Eigenschaften</i>			as sintered			
	Density <i>Dichte</i>	≥	7,55 g/cm³			
	Yield strength Rp02 <i>Streckgrenze</i>	≥	300 MPa			
	Tensile strength Rm <i>Zugfestigkeit</i>	≥	500 MPa			
	Elongation A10 <i>Bruchdehnung</i>	≥	20%			
	Hardness <i>Härte</i>	≥	120HV			
	Coercivity <i>Koerzitivfeldstärke</i>		H <sub>c</sub> ~ 62 A/m (ρ=7.60 g/cm³)			
	Residual Induction <i>Remanente Induktion</i>		B <sub>r</sub> ~ 1.325 T (ρ=7.60 g/cm³)			
	Maximum Polarization <i>Max. Polarisationsspannung</i>		J <sub>s</sub> (4 kA/m) ~ 1590 T (ρ=7.60 g/cm³)			
	Permeability <i>Permeabilität</i>		μ <sub>max</sub> = 8.674 (ρ=7.60 g/cm³)			
<b>Injection process</b> <i>Spritzgußprozess</i>	Cylinder temperature <i>Zylindertemperatur</i>	Zone 1 175°C	Zone 2 183°C	Zone 3 185°C	Zone 4 188°C	Nozzle 190°C
	Tool temperature <i>Werkzeugtemperatur</i>	50-65°C				
	Injection speed <i>Einspritzgeschwindigkeit</i>	5-30 cm³/s				
	Screw circumferential speed <i>Schneckenumfangsgeschwindigkeit</i>	6-15 m/min				
	Injection pressure <i>Einspritzdruck</i>	950-1150 bar				
	Hold pressure <i>Nachdruck</i>	650-900 bar				
	Back pressure <i>Staudruck</i>	25 bar				
<b>Debinding process</b> <i>Entbinderungsprozess</i>	Solvent <i>Flüssigkeit</i>	Water or distilled water				
	Additive <i>Badzusatz</i>	Corrosion inhibitor: Inhibitor 4000 (Zschimmer & Schwarz, Quantity added : 2Vol%)				
	Debinding temperature <i>Entbinderungstemperatur</i>	40– 60°C				
	Debinding time <i>Entbinderungszeit</i>	depending on part thickness (eg 4mm part approx. 12 h at 60°C)				
	Drying <i>Trocknung</i>	to constant weight, approx. 2 h at 100°C (drying under vacuum preferable)				
	Weight loss <i>Gewichtsverlust</i>	> 3,8 weight%				
	Equipment <i>Anlagentechnik</i>	Water bath or debinding equipment				



<b>Sintering process</b> <i>Sinterprozess</i>	<b>Sintering atmosphere</b> <i>Sinteratmosphäre</i>	100% dry Hydrogen
	<b>Sintering substrata</b> <i>Sinterunterlage</i>	Non-metallic base (e.g. Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )
	<b>Sintering cycle</b> <i>Sinterzyklus</i>	RT – 5K/min – 600°C, 2h hold 600°C – 5K/min – 900°C, 1,0h hold 900°C – 5K/min – 1325°C, 3,0h hold 15K/min - cooling
<b>Heat treatment</b> <i>Wärmebehandlung</i>	We will be glad to support you in determining the optimal treatment parameters for your application <i>Gerne unterstützen wir Sie bei der Ermittlung der für Ihren Anwendungsfall optimalen Wärmebehandlung-Parameter.</i>	
	<b>Heat treatment</b> <i>Vergüten</i>	applicable
	<b>Inductive hardening/</b> <i>Induktivhärten</i>	-
	<b>Case hardening</b> <i>Einsatzhärten</i>	-
	<b>Carbonitriding</b> <i>Karbonitrieren</i>	-
<b>Shelf life</b> <i>Lagerfähigkeit</i>	If stored appropriately: 12 months. Protect feedstock against moisture. <i>Bei sachgemäßer Lagerung 12 Monate; vor Feuchtigkeit schützen.</i>	

<b>Oversize factor</b> <i>Werkzeugaufmaßfaktor</i>	min.	average	max.	AA 2.8 MIM 0125
	1,1627	1,1669	1,1711	
<b>Density [g/cm<sup>3</sup>]</b> <i>Dichte</i>	min.	average	max.	DIN EN ISO 3369
	7,55	7,60	7,70	

## Annexe 2 : Masse volumique par double pesée

On effectue un bilan des forces qui s'appliquent à l'échantillon immergé dans l'eau en considérant son poids, la poussée d'Archimède et la force de réaction de la nacelle.

En projetant sur l'axe vertical, on a :

$$0 = -\text{poids} + \text{poussée}_{\text{Archimède}} + \text{réaction}_{\text{nacelle}}$$
$$0 = -m_{\text{sec}} \cdot g + m_{\text{eau déplacée}} \cdot g + f$$

$f$  correspond au poids mesuré par la balance.

On peut écrire :

$$f = m_{\text{immergé}} \cdot g$$

Et donc :

$$m_{\text{eau déplacée}} = m_{\text{sec}} - m_{\text{immergé}}$$

On peut écrire à partir des masses volumiques :

$$v_{\text{échantillon}} = v_{\text{eau déplacée}} \Leftrightarrow \frac{\rho_{\text{échantillon}}}{m_{\text{sec}}} = \frac{\rho_{\text{eau}}}{m_{\text{eau déplacée}}}$$
$$\Leftrightarrow \rho_{\text{échantillon}} = \frac{m_{\text{sec}}}{m_{\text{eau déplacée}}} \cdot \rho_{\text{eau}}$$

Finalement :

$$\rho_{\text{échantillon}} = \frac{m_{\text{sec}}}{m_{\text{sec}} - m_{\text{immergé}}} \cdot \rho_{\text{eau}}$$

### Annexe 3 : Induction dans un Tore

On considère d'abord un Tore de rayon  $R$  et de section carré de côté  $L$  (Figure 1) :

$$\text{Equation de Maxwell-Ampère : } \overrightarrow{\text{rot}}(\vec{H}) = \vec{j} \quad (1)$$

avec  $H$  le champ magnétique et  $J$  la densité surfacique de courant

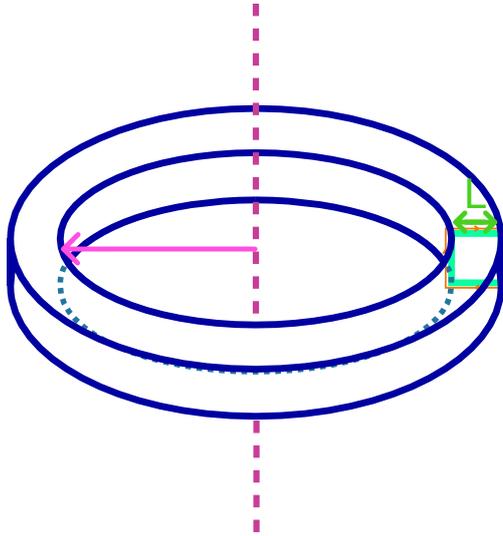


Figure 1 : Schéma du tore

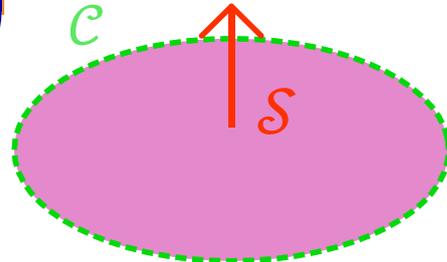


Figure 2 : Contour considéré

En intégrant sur la surface  $S$  qui s'appuie sur le contour  $C$  (Figure 2), on a :

$$\iint_S \overrightarrow{\text{rot}}(\vec{H}) \cdot \vec{dS} = \iint_S \vec{j} \cdot \vec{dS} \quad (2)$$

Le théorème de Stokes nous donne :

$$\iint_S \overrightarrow{\text{rot}}(\vec{A}) \cdot \vec{dS} = \oint_C \vec{A} \cdot \vec{dl} \quad (3)$$

avec  $A$  un vecteur quelconque

On a donc :

$$\iint_S \overrightarrow{\text{rot}}(\vec{H}) \cdot \vec{dS} = \iint_S \vec{j} \cdot \vec{dS} \Leftrightarrow \oint_C \vec{H} \cdot \vec{dl} = \iint_S \vec{j} \cdot \vec{dS} \quad (4)$$

Cette équation correspond au théorème d'Ampère

On s'intéresse ensuite à un enroulement de conducteur autour de la section (Figure 3).

- Le champ magnétique est nul en dehors du tore
- Le champ magnétique  $H$  est orienté selon le vecteur  $\vec{e}_\theta$  :  $\vec{H} = H \cdot \vec{e}_\theta$

- Le champ magnétique  $H$  est invariant selon  $\theta$  et  $z$  :  $H = H(r)$

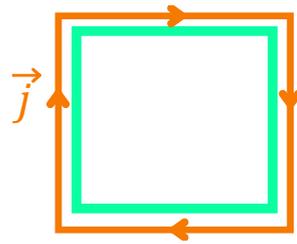


Figure 3 : Enroulement autour du noyau magnétique

En considérant une surface de normale colinéaire à l'axe du tore, les vecteurs  $\vec{j}$  et  $\vec{dS}$  sont colinéaires. L'équation (4) devient donc :

$$H(r) \cdot 2 \cdot \pi \cdot r = n \cdot I \Leftrightarrow \frac{B(r)}{\mu_0 \mu_r} \cdot 2 \cdot \pi \cdot r = n \cdot I \quad (5)$$

$$B(r) = \mu_0 \mu_r \frac{n \cdot I}{2 \cdot \pi \cdot r} \quad (6)$$

avec  $r$  le rayon du point auquel on considère le champ,  $n$  le nombre de spires bobinées autour du tore et  $I$  l'intensité du courant

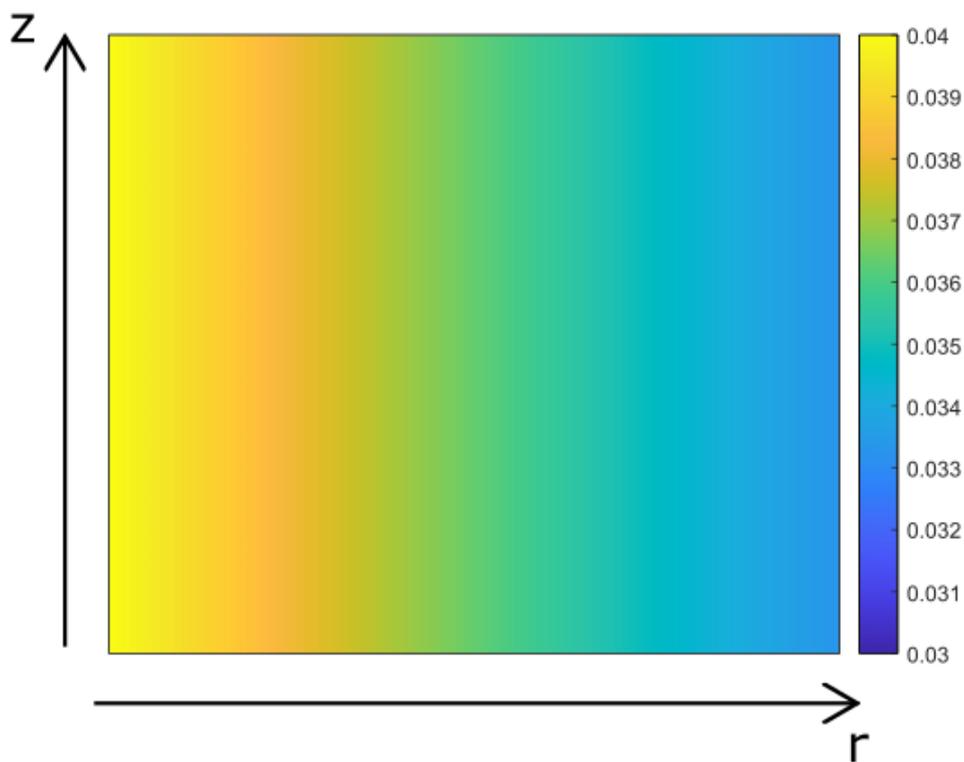


Figure 4 : Induction dans la section de tore en fonction du rayon  $r$  et de la hauteur  $z$

### Annexe 4 : Calcul de $\frac{\partial L}{\partial \rho}$ pour l'adjoint appliqué au modèle MEC

Pour dériver la matrice  $L$  par rapport à  $\rho_{i,j}$ , on commence par identifier tous les éléments qui contiennent  $\rho_{i,j}$ . Ce seront les éléments modifiés lors de la dérivation, c'est-à-dire ceux qui contiennent des  $Rk_{i,j}$ .

Pour les trouver, le plus simple est de se servir du schéma du MEC et de la matrice du système d'équations linéaires :

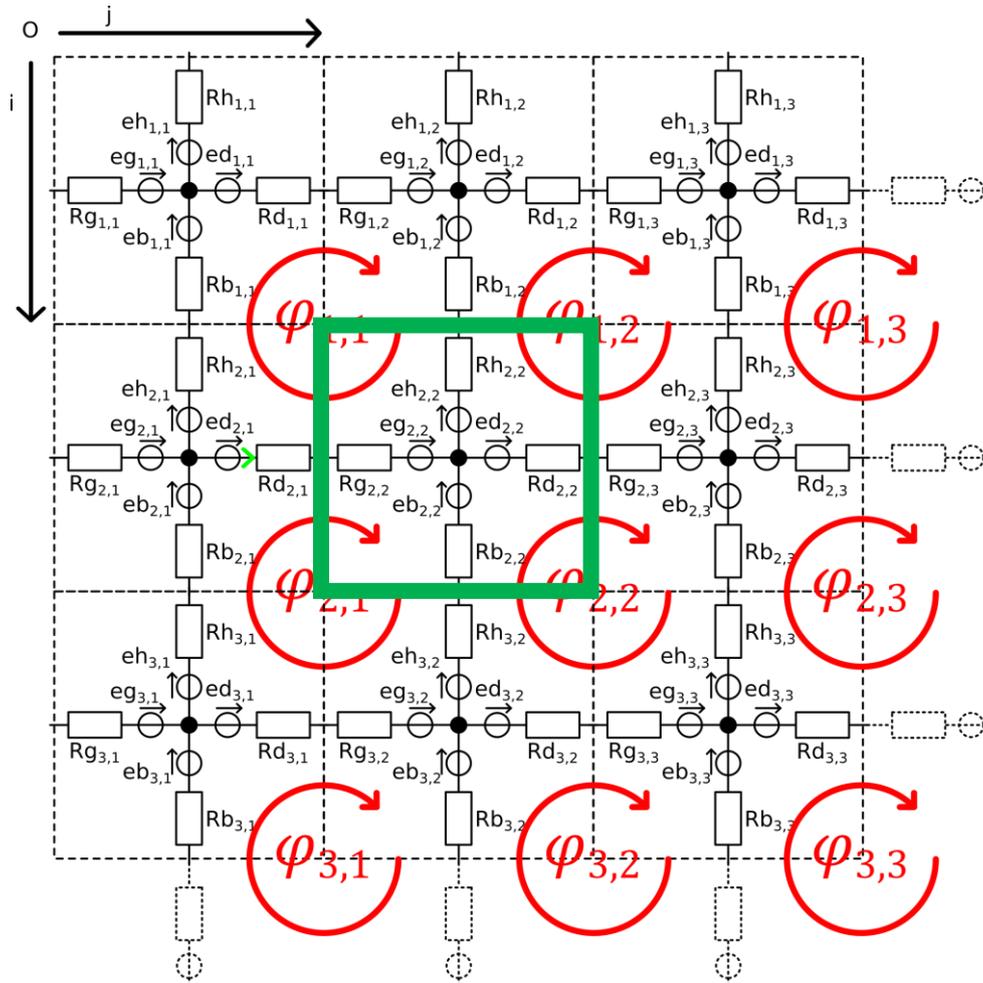


Figure 5 : Quatre éléments d'un réseaux de réductance et les flux de mailles associés

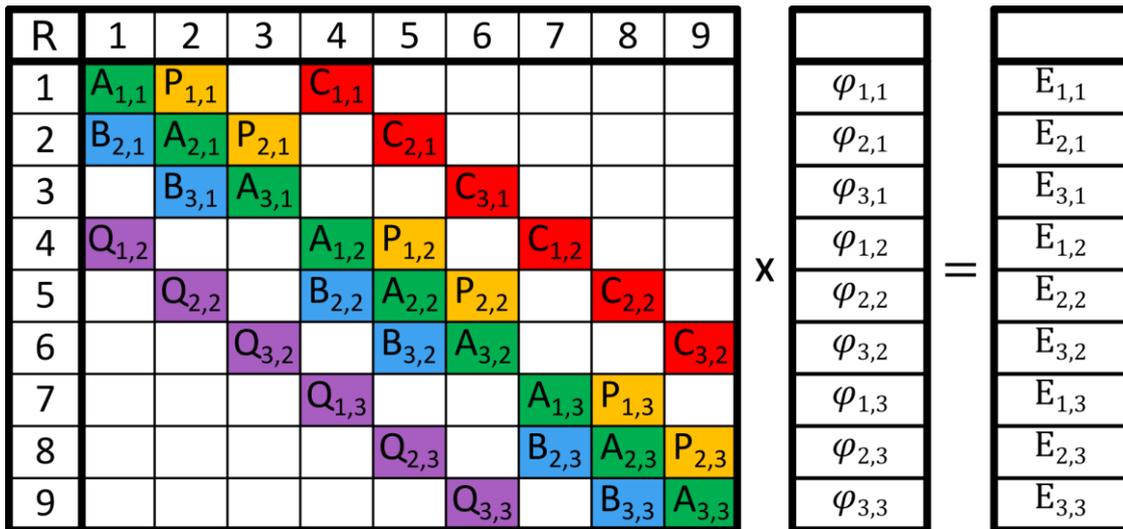


Figure 6 : Représentation du système matriciel correspondant aux équations des différentes mailles

Chaque ligne de cette matrice (Figure 6) traduit l'équation de la maille associée au flux de maille  $\varphi_{i,j}$ . On observe que dans le cas général, chaque case  $\rho_{i,j}$  de la Figure 5 touche quatre flux  $\varphi_{i,j}$ ,  $\varphi_{i-1,j}$ ,  $\varphi_{i,j-1}$  et  $\varphi_{i-1,j-1}$ . Il faut donc sélectionner les cases relatives aux équations correspondantes. Dans le cas de la case  $\rho_{2,2}$  encadrée en vert, les lignes de la matrice correspondantes sont celles mises en évidence sur la Figure 7.

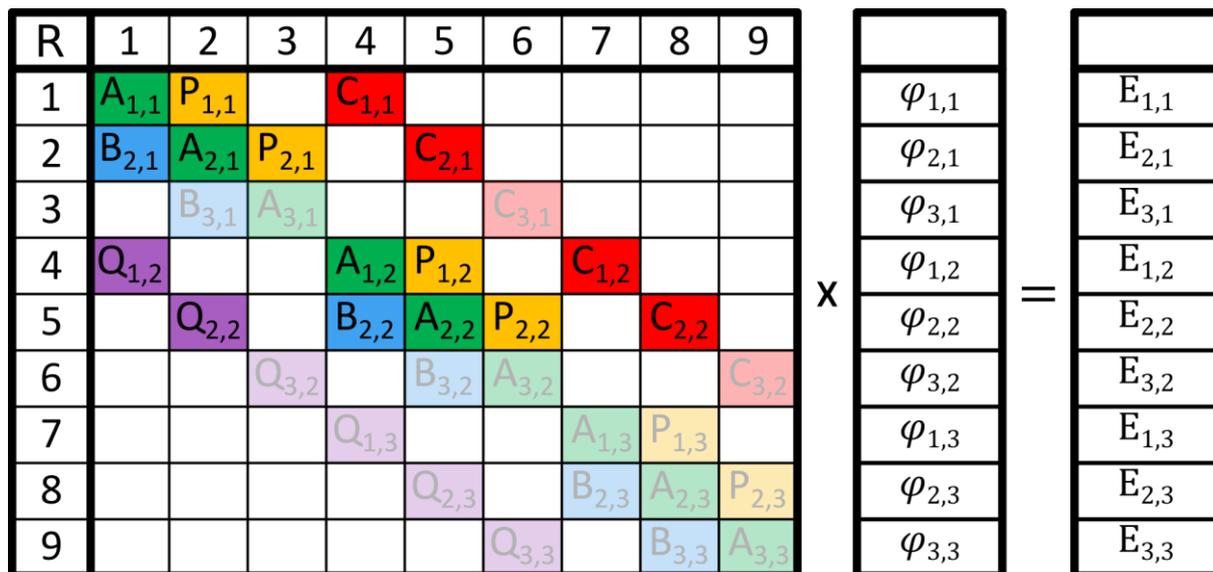


Figure 7 : Lignes considérées pour la case  $\rho_{i,j}$  du MEC

Parmi celles-ci il faut exclure les éléments qui sont facteur d'un flux différents des 4 donnés précédemment. Ces cases ne contiendront pas d'élément  $Rk_{i,j}$ . On a alors les cases de la Figure 8.

R	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	A <sub>1,1</sub>	P <sub>1,1</sub>		C <sub>1,1</sub>					
2	B <sub>2,1</sub>	A <sub>2,1</sub>	P <sub>2,1</sub>		C <sub>2,1</sub>				
3		B <sub>3,1</sub>	A <sub>3,1</sub>			C <sub>3,1</sub>			
4	Q <sub>1,2</sub>			A <sub>1,2</sub>	P <sub>1,2</sub>		C <sub>1,2</sub>		
5		Q <sub>2,2</sub>		B <sub>2,2</sub>	A <sub>2,2</sub>	P <sub>2,2</sub>		C <sub>2,2</sub>	
6			Q <sub>3,2</sub>		B <sub>3,2</sub>	A <sub>3,2</sub>			C <sub>3,2</sub>
7				Q <sub>1,3</sub>			A <sub>1,3</sub>	P <sub>1,3</sub>	
8					Q <sub>2,3</sub>		B <sub>2,3</sub>	A <sub>2,3</sub>	P <sub>2,3</sub>
9						Q <sub>3,3</sub>		B <sub>3,3</sub>	A <sub>3,3</sub>

$\varphi_{1,1}$
$\varphi_{2,1}$
$\varphi_{3,1}$
$\varphi_{1,2}$
$\varphi_{2,2}$
$\varphi_{3,2}$
$\varphi_{1,3}$
$\varphi_{2,3}$
$\varphi_{3,3}$

E <sub>1,1</sub>
E <sub>2,1</sub>
E <sub>3,1</sub>
E <sub>1,2</sub>
E <sub>2,2</sub>
E <sub>3,2</sub>
E <sub>1,3</sub>
E <sub>2,3</sub>
E <sub>3,3</sub>

Figure 8 : Cases considérées pour la case  $\rho_{i,j}$  du MEC

La matrice qui traduit la dérivée partielle  $\frac{\partial L}{\partial \rho_{i,j}}$  est donc nulle partout sauf pour les cases colorées et opaques de la Figure 8. Les coordonnées de ces cases peuvent être généralisées pour les indices  $i$  et  $j$  de l'élément  $\rho_{i,j}$  considéré ainsi que pour  $n_y$  le nombre de ligne du maillage considéré :

- 1)  $L\left((j-2)(n_y-1)+i-1, (j-2)(n_y-1)+i-1\right)$
- 2)  $L\left((j-2)(n_y-1)+i, (j-2)(n_y-1)+i\right)$
- 3)  $L\left((j-1)(n_y-1)+i-1, (j-1)(n_y-1)+i-1\right)$
- 4)  $L\left((j-1)(n_y-1)+i, (j-1)(n_y-1)+i\right)$
- 5)  $L\left((j-2)(n_y-1)+i-1, (j-2)(n_y-1)+i\right)$
- 6)  $L\left((j-2)(n_y-1)+i, (j-2)(n_y-1)+i-1\right)$
- 7)  $L\left((j-1)(n_y-1)+i-1, (j-1)(n_y-1)+i\right)$
- 8)  $L\left((j-1)(n_y-1)+i, (j-1)(n_y-1)+i-1\right)$
- 9)  $L\left((j-1)(n-1)+i-1, (j-2)(n-1)+i-1\right)$
- 10)  $L\left((j-1)(n-1)+i, (j-2)(n-1)+i\right)$
- 11)  $L\left((j-2)(n-1)+i-1, (j-1)(n-1)+i-1\right)$
- 12)  $L\left((j-2)(n-1)+i, (j-1)(n-1)+i\right)$

Maintenant que les cases sont repérées, il faut les remplir pour avoir les différentes matrices qui forment le gradient. On discerne plusieurs cas en fonction de si la dérivée partielle est calculée pour un élément au milieu du quadrillage, sur les bords ou dans les coins. Finalement, on obtient  $n_x \cdot n_y$  matrices carrées de dimensions  $\left((n_y-1) * (n_x-1)\right)^2$ .

### Cas général :

Les cases sont numérotées comme indiqué sur la Figure 9. Les flèches repèrent la coordonnée de la case qui correspond aux indices  $i$  et  $j$  considérés.

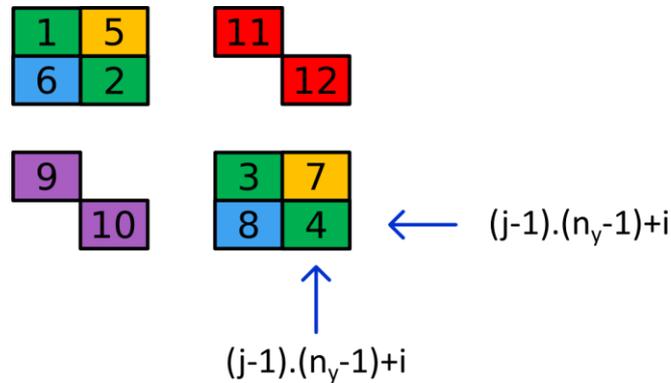


Figure 9 : Numérotation des éléments non nul dans la matrice dérivée

Les valeurs à assigner aux cases sont :

- 1)  $\frac{\partial R_{g_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} + \frac{\partial R_{h_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}$
- 2)  $\frac{\partial R_{g_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} + \frac{\partial R_{b_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}$
- 3)  $\frac{\partial R_{h_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} + \frac{\partial R_{d_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}$
- 4)  $\frac{\partial R_{b_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} + \frac{\partial R_{d_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}$
- 5)  $\frac{\partial R_{g_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}$
- 6)  $\frac{\partial R_{g_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}$
- 7)  $\frac{\partial R_{d_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}$
- 8)  $\frac{\partial R_{d_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}$
- 9)  $\frac{\partial R_{h_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}$
- 10)  $\frac{\partial R_{b_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}$
- 11)  $\frac{\partial R_{h_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}$
- 12)  $\frac{\partial R_{b_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}$

Finalement, le produit  $\frac{\partial K}{\partial \rho} \cdot \varphi_m$  est une matrice de dimension  $((n_y - 1) * (n_x - 1), n_y * n_x)$  dont chaque vecteur s'écrit  $\frac{\partial K}{\partial \rho_i} \cdot \varphi_m$ :

$$\begin{pmatrix} 0 \\ \vdots \\ \left(\frac{\partial R_{g_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} + \frac{\partial R_{h_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}\right) \cdot \varphi_{i-1,j-1} + \frac{\partial R_{g_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} \cdot \varphi_{i,j-1} + \frac{\partial R_{h_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} \cdot \varphi_{i-1,j} \\ \frac{\partial R_{g_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} \cdot \varphi_{i-1,j-1} + \left(\frac{\partial R_{g_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} + \frac{\partial R_{b_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}\right) \cdot \varphi_{i,j-1} + \frac{\partial R_{b_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} \cdot \varphi_{i,j} \\ 0 \\ \vdots \\ 0 \\ \frac{\partial R_{h_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} \cdot \varphi_{i-1,j-1} + \left(\frac{\partial R_{h_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} + \frac{\partial R_{d_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}\right) \cdot \varphi_{i-1,j} + \frac{\partial R_{d_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} \cdot \varphi_{i,j} \\ \frac{\partial R_{b_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} \cdot \varphi_{i,j-1} + \frac{\partial R_{d_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} \cdot \varphi_{i-1,j} + \left(\frac{\partial R_{b_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} + \frac{\partial R_{d_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}\right) \cdot \varphi_{i,j} \\ \vdots \\ 0 \end{pmatrix}$$

Les coordonnées des termes non nuls sont respectivement :

$$(j - 2) \cdot (n_y - 1) + i - 1$$

$$(j - 2) \cdot (n_y - 1) + i$$

$$(j - 1) \cdot (n_y - 1) + i - 1$$

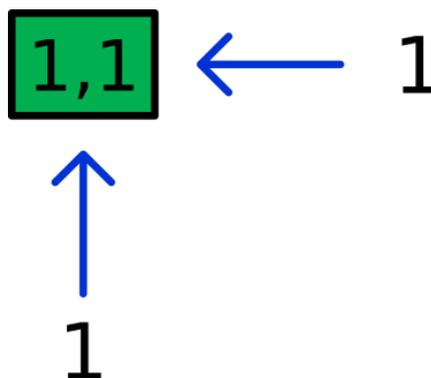
$$(j - 1) \cdot (n_y - 1) + i$$

### Cas particuliers

Les différents cas particuliers qui correspondent aux quatre coins et aux cases qui se trouvent en bordure de l'espace de simulation.

#### *Les quatre coins*

Une seule case est affectée.



$$1,1) \frac{\partial L}{\partial \rho_{1,1}} = \frac{\partial L_{11}}{\partial \rho_{11}} = \frac{\partial R_{d_{11}}}{\partial \rho_{11}} + \frac{\partial R_{b_{11}}}{\partial \rho_{11}}$$

$$\boxed{1, n_x} \leftarrow (n_x - 2) \cdot (n_y - 1) + 1$$

$$\uparrow$$

$$(n_x - 2) \cdot (n_y - 1) + 1$$

$$1, n_x) \frac{\partial L}{\partial \rho_{1, n_x}} = \frac{\partial L_{(n_x - 2) \cdot (n_y - 1) + 1, (n_x - 2) \cdot (n_y - 1) + 1}}{\partial \rho_{1, n_x}} = \frac{\partial R_{g_{1, n_x}}}{\partial \rho_{1, n_x}} + \frac{\partial R_{b_{1, n_x}}}{\partial \rho_{1, n_x}}$$

$$\boxed{n_y, 1} \leftarrow n_y - 1$$

$$\uparrow$$

$$n_y - 1$$

$$n_y, 1) \frac{\partial L}{\partial \rho_{n_y, 1}} = \frac{\partial L_{(n_y - 1) \cdot (n_y - 1)}}{\partial \rho_{n_y, 1}} = \frac{\partial R_{h_{n_y, 1}}}{\partial \rho_{n_y, 1}} + \frac{\partial R_{d_{n_y, 1}}}{\partial \rho_{n_y, 1}}$$

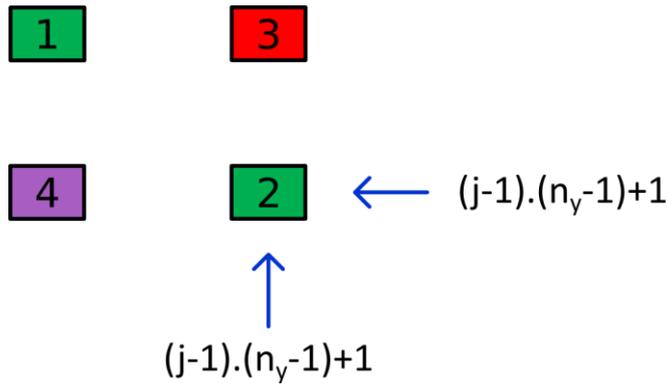
$$\boxed{n_y, n_x} \leftarrow (n_x - 1) \cdot (n_y - 1)$$

$$\uparrow$$

$$(n_x - 1) \cdot (n_y - 1)$$

$$n_y, n_x) \frac{\partial L}{\partial \rho_{n_y, n_x}} = \frac{\partial L_{(n_x - 2) \cdot (n_y - 1) + n_y - 1, (n_x - 2) \cdot (n_y - 1) + n_y - 1}}{\partial \rho_{n, n}} = \frac{\partial L_{(n_x - 1) \cdot (n_y - 1), (n_x - 1) \cdot (n_y - 1)}}{\partial \rho_{n_y, n_x}} = \frac{\partial R_{g_{n, n}}}{\partial \rho_{n, n}} + \frac{\partial R_{h_{n, n}}}{\partial \rho_{n, n}}$$

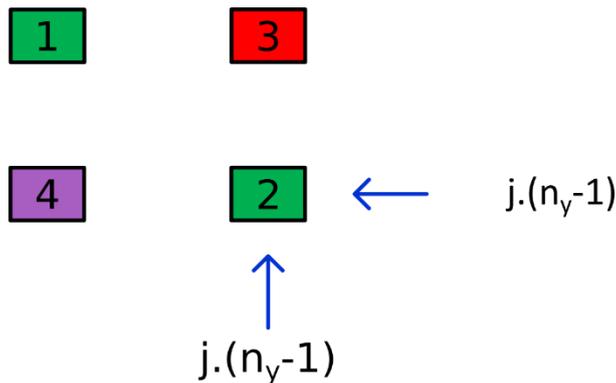
Ligne du haut



- 1)  $L((j-2)(n-1) + i, (j-2)(n-1) + i)$
- 2)  $L((j-1)(n-1) + i, (j-1)(n-1) + i)$
- 3)  $L((j-2)(n-1) + i, (j-1)(n-1) + i)$
- 4)  $L((j-1)(n-1) + i, (j-2)(n-1) + i)$

- 1)  $\frac{\partial R_{g_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} + \frac{\partial R_{b_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}$
- 2)  $\frac{\partial R_{d_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} + \frac{\partial R_{b_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}$
- 3)  $\frac{\partial R_{b_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}$
- 4)  $\frac{\partial R_{b_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}$

Ligne du bas



- 1)  $L((j-2)(n-1) + i - 1, (j-2)(n-1) + i - 1)$
- 2)  $L((j-1)(n-1) + i - 1, (j-1)(n-1) + i - 1)$
- 3)  $L((j-2)(n-1) + i - 1, (j-1)(n-1) + i - 1)$
- 4)  $L((j-1)(n-1) + i - 1, (j-2)(n-1) + i - 1)$

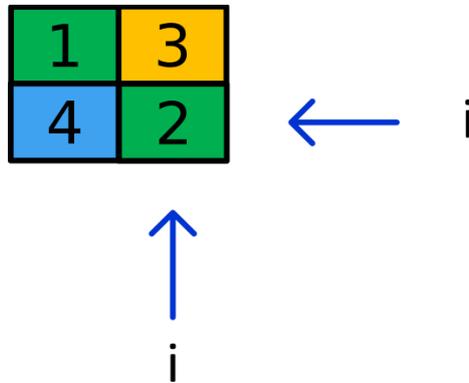
- 1)  $\frac{\partial R_{h_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} + \frac{\partial R_{g_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}$

$$2) \frac{\partial R_{n_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} + \frac{\partial R_{d_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}$$

$$3) \frac{\partial R_{n_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}$$

$$4) \frac{\partial R_{d_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}$$

Première colonne



$$1) L((j-1)(n-1) + i - 1, (j-1)(n-1) + i - 1)$$

$$2) L((j-1)(n-1) + i, (j-1)(n-1) + i)$$

$$3) L((j-1)(n-1) + i - 1, (j-1)(n-1) + i)$$

$$4) L((j-1)(n-1) + i, (j-1)(n-1) + i - 1)$$

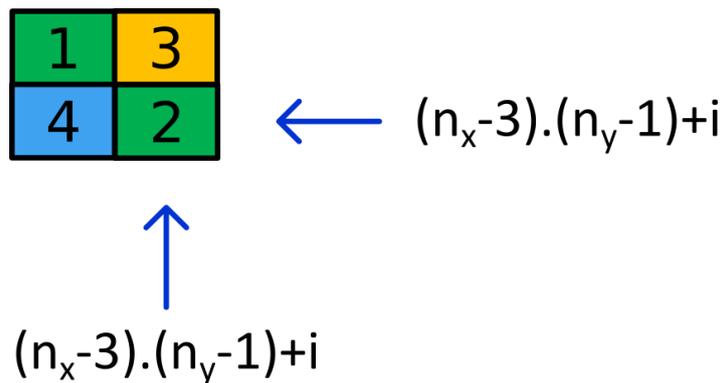
$$1) \frac{\partial R_{n_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} + \frac{\partial R_{d_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}$$

$$2) \frac{\partial R_{b_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}} + \frac{\partial R_{d_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}$$

$$3) \frac{\partial R_{d_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}$$

$$4) \frac{\partial R_{d_{i,j}}}{\partial \rho_{i,j}}$$

Dernière colonne



$$1) L((j-2)(n-1) + i - 1, (j-2)(n-1) + i - 1)$$

$$2) L((j-2)(n-1) + i, (j-2)(n-1) + i)$$

$$3) L((j-2)(n-1) + i - 1, (j-2)(n-1) + i)$$

$$4) L((j-2)(n-1) + i, (j-2)(n-1) + i - 1)$$

## Annexe 5 : Stratégie de frittage ferrite en escalier

Une fois le frittage sous air effectué (croix rouge sur la Figure 10), un mélange N<sub>2</sub>/O<sub>2</sub> réglé à une pression partielle de 10<sup>-1</sup> % en O<sub>2</sub> peut être introduit pour effectuer un premier refroidissement jusqu'à 1000 °C. Suite à cela, l'atmosphère est passée entièrement sous N<sub>2</sub> pour le refroidissement final. Bien que cette stratégie nécessite l'utilisation de deux débitmètres, elle permet néanmoins de se passer de leur asservissement à la température. Il est également envisageable d'utiliser des paliers plus faciles à mettre en place, en particulier pour le rapport des débits mais cela reviendrait à se rapprocher des frontières de phases et il faut garder à l'esprit que celles-ci sont données pour un ferrite manganèse zinc légèrement différent du nôtre.

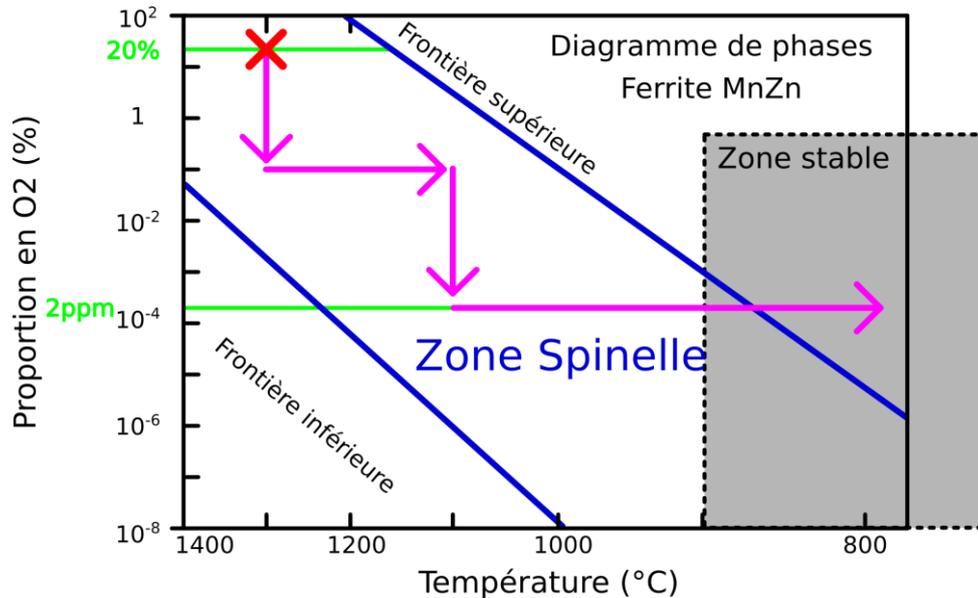


Figure 10 : Stratégie de frittage pour conserver la phase spinelle

## Annexe 6 : Liste des publications et valorisations scientifiques

### Conférences :

- Intermag 2021 : Présentation à distance
  - « Additive manufacturing for soft magnetic material »
- EMMC 2018 : Poster à Oxford  Best Poster Award
  - « 316 L Steel MIM-like 3D Printing »
- SMM 2022 : 2 Poster à Grenoble
  - « MIM-like Additive Manufacturing of Fe<sub>3</sub>Si magnetic materials »
  - « CIM-like Additive Manufacturing for soft magnetic Mn-Zn ferrite materials »
- CEFC 2022 : 1 poster à distance (second auteur, travail coécrit avec Reda El Bechari)
  - « From Topology Optimization to 3D Printing of an Electromagnetic Core »

### Articles :

[1] M. Vincent et al., “Additive manufacturing for soft magnetic materials,” in 2021 IEEE International Magnetic Conference (INTERMAG), Apr. 2021, pp. 1–5. doi: 10.1109/INTERMAG42984.2021.9579804.

[2] V. Martin et al., “Low cost 3D printing of metals using filled polymer pellets,” HardwareX, vol. 11, p. e00292, Apr. 2022, doi: 10.1016/j.ohx.2022.e00292.

[3] V. Martin et al., “MIM-like additive manufacturing of Fe<sub>3</sub>Si magnetic materials,” Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 564, p. 170104, Dec. 2022, doi: 10.1016/j.jmmm.2022.170104.

[4] R. El Bechari, V. Martin et al., “From Topology Optimization to 3D Printing of an Electromagnetic Core”, Transaction on Magnetics

### Autre :

- Traduction de l’article HardwareX en français et mise en ligne sur le site linuxfr.org

## **Fabrication additive de matériaux magnétiques doux par voie indirecte**

### Résumé de thèse :

L'utilisation des technologies de fabrication additive s'est fortement démocratisée depuis la fin des années 80 et l'apparition des premières imprimantes 3D. Grâce aux nombreux développements dont elles ont fait l'objet, ces solutions constituent désormais une réponse pertinente aux problématiques des divers secteurs de la recherche scientifique et de l'industrie. En particulier, le génie électrique peut grandement tirer profit des nouvelles opportunités offertes par l'impression 3D.

Ces travaux de thèse portent sur la mise en place et l'étude d'un procédé de fabrication additive pour le génie électrique, en particulier pour l'impression de matériaux magnétiques doux utilisés lors de la réalisation de dispositifs électriques de conversion d'énergie. Un procédé indirect inspiré des technologies de moulage métal par injection est développé et deux matériaux classiques du domaine sont considérés en particulier : le fer silicium 3% et le ferrite manganèse zinc.

La validation du procédé ainsi que l'étude de son impact sur les performances sont d'abord présentées. Par la suite, le développement d'un feedstock polymère chargé en poudre de ferrite est exploré pour les méthodes d'impression FFF et DLP. Enfin, la mise en place d'un processus d'optimisation topologique basé sur un modèle de réluctances maillées est réalisée. Celui-ci est appliqué au cas d'un composant magnétique passif et suivi de l'impression et de la caractérisation des géométries optimales.

Mots clefs : Fabrication additive ; Matériaux magnétiques doux ; Optimisation topologique

## **Additive manufacturing of soft magnetic materials by indirect process**

### Thesis Summary:

The use of additive manufacturing technologies has become widespread since the late 1980s and the emergence of the first 3D printers. Thanks to the numerous developments they have undergone, these solutions now provide a relevant response to the challenges faced by various sectors of scientific research and industry. In particular, electrical engineering can greatly benefit from the new opportunities offered by 3D printing.

This thesis focuses on the establishment and study of an additive manufacturing process for electrical engineering, specifically for printing soft magnetic materials used in the production of energy conversion devices. An indirect process inspired by metal injection molding technologies is developed, and two common materials in the field are considered: 3% silicon steel and manganese zinc ferrite.

The validation of the process and its impact on performance are initially presented. Subsequently, the development of a polymer feedstock loaded with ferrite powder is explored for Fused Filament Fabrication (FFF) and Digital Light Processing (DLP) printing methods. Finally, the implementation of a topology optimization process based on a meshed reluctances model is carried out. This process is applied to the case of a passive magnetic component, followed by the printing and characterization of the optimal geometries.

Key words: Additive manufacturing; Soft magnetic materials; Topological optimization