

**Ecole Doctorale «Science Physiques pour
L'Ingénieur et Microtechniques »
Université Franche - Comté
Université de Technologie de Belfort - Montbéliard**

THESE

Présentée pour obtenir le grade de

**DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE TECHNOLOGIE DE
BELFORT-MONTBELIARD
EN SCIENCES POUR L'INGENIEUR**

Présentée et soutenue publiquement le 4 Avril 2013

Baicheng ZHANG

**Fusion sélective par laser (SLM)
- Influence de l'atmosphère et réalisation d'alliage
in situ**

Rapporteurs

Monsieur Thierry GROSDIDIER, Professeur, LEM3, Université de Lorraine, Metz
Monsieur Patrice PEYRE, Directeur de Recherche CNRS - ENSAM, Paris

Examineurs

Monsieur Alain BERNARD, Professeur, Ecole Centrale de Nantes
Monsieur Philippe BERTRAND, Professeur, Ecole Nationale d'Ingénieurs de
Saint-Etienne
Monsieur Christian CODDET, Professeur, Université de Technologie de
Belfort-Montbéliard
Monsieur Hanlin LIAO, Professeur, Université de Technologie de Belfort-Montbéliard

Remerciement

Ce travail de thèse a été réalisé au sein du Laboratoire d'Etudes et de Recherche sur les Matériaux, les Procédés et les Surfaces (LERMPS) de l'Université de Technologie de Belfort – Montbéliard (UTBM). J'exprime mes très sincères remerciements à Monsieur Christian CODDET, mon directeur de thèse, de m'avoir accepté et acquiescé dans le laboratoire. Et je remercie très sincèrement Monsieur Lucas DEMBINSKI, d'avoir assuré l'encadrement des travaux tout en laissant libre cours de mon initiative. Particulièrement Monsieur Hanlin LIAO, professeur à l'UTBM, pour m'avoir suivi et considérablement aidé tout au long de cette étude. Sa compétence scientifique et ses précieux conseils ont permis de conduire cette étude avec succès.

Je remercie chaleureusement Monsieur Thierry GROSDIDIER, Professeur de LEM3 à l'Université de Lorraine de Metz, Monsieur Patrice PEYRE, Directeur de Recherche CNRS – ENSAM à Paris, Monsieur Alain BERNARD, Professeur d'Ecole Centrale de Nantes, et Monsieur Philippe BERTRAND, Professeur d'Ecole Nationale d'Ingénieurs de Saint-Etienne, pour l'intérêt qu'ils ont manifesté à cette thèse en acceptant d'être les rapporteurs de mon travail.

Je souhaite exprimer ma gratitude envers Messieurs Christian ADAM, Charles BERNAGE et Joël CHAUVELOT pour leur aide lors de la transformation de nouvel système SLM.

Je remercie l'ensemble de mes collègues ainsi que tous les membres de l'équipe du laboratoire LERMPS, qui ont rendu ces années de recherche particulièrement animées et agréables.

Enfin, je tiens tout particulièrement à remercier ma famille, mes amis et tous ceux qui voudront bien se reconnaître ici, pour leurs constants encouragements, leurs conseils pratiques, les discussions fructueuses et pour tout ce qui a permis de mener à terme cette étude.

Résumé

Au cours de la dernière décennie, le procédé de fabrication additive par fusion sélective d'un lit de poudre SLM a attiré une grande attention dans le domaine de l'industrie, car il permet de produire rapidement des pièces de formes complexes. Le but de ce travail est d'étendre les performances des procédés SLM en étudiant la possibilité d'élaborer des pièces en atmosphère raréfiée. Pour atteindre cet objectif, une approche théorique et expérimentale a été développée, avec la mise en place d'une machine de fusion sélective par laser capable de travailler dans le domaine de pression de 1 à 10^{-2} mbar.

Le travail sous vide permet d'éviter la formation du "bouclier" de plasma généré à partir de l'atmosphère de gaz ionisé par l'énergie du laser. Ceci permet d'une part d'éviter la contamination chimique du matériau (oxydation, nitruration,...) au cours des processus de fusion et d'autre part de réduire le taux de porosité

L'effet des paramètres du laser et des variables d'environnement sur la qualité de pièces a été étudié en considérant le cas du fer pur, de l'acier Inox 316L et du titane.

Par ailleurs nous avons étudié la possibilité d'obtenir des alliages in-situ au cours de la fabrication par la technique SLM à partir de mélanges de poudres.

Des essais ont été conduits à partir de mélanges Mg/Al, Fe/Ni et Ti/Ni. Dans tous les cas nous avons pu obtenir des alliages in-situ pour les domaines de composition visés qui correspondent à des applications pratiques (structures légères, alliage magnétique à faible coercitivité, alliage à mémoire de forme). Les propriétés des matériaux obtenus, d'après les premières caractérisations effectuées, se comparent de façon favorable par

rapport aux techniques classiques d'élaboration et de mise en œuvre.

Mots-Clés: Fusion sélective par laser;

Titane;

SLM sous vide;

Mélange de poudres;

Mg-Al;

Fe-Ni;

Ti-Ni;

Abstract

During the last decade, selective laser melting attracted attention in industry because it could allow producing parts with complex shapes rapidly and accurately. The aim of this work is to obtain parts with desired properties by SLM technology. To achieve this point, a theoretical and experimental approach was developed concerning a new process which carries out the selective laser melting process at pressures in the range 1 to 1×10^{-2} mbar.

Vacuum operating under allows avoiding the plasma shield generated from the gas atmosphere ionized by the high laser energy, which on the one hand avoids the chemical contamination (oxidizing, nitriding...) during the melting process and on the other hand reduces the porosity rate.

The effect of laser parameters and environment variables on the quality of parts was studied by considering the case of pure iron, stainless steel 316L and titanium.

Moreover, we studied the possibility of obtaining in-situ alloys during the SLM manufacturing technique from mixtures of powders.

Tests were conducted from mixtures Mg/Al, Fe/Ni and Ti/Ni. In all cases we were able to obtain in-situ alloys for areas covered composition corresponding to practical applications (lightweight structures, low coercivity magnetic alloy, shape memory alloy). The properties of material obtained from the characterizations performed, which are comparable with the conventional development and implementation.

Keywords: Ti;

SLM under vacuum;

Mixed powder;

Mg-Al;

Fe-Ni;

Ti-Ni;

SOMMAIRE

Introduction.....	3
CHAPITRE I Etude Bibliographique	9
I.1 Technologie de prototypage rapide (RP)	9
I.1.1 Introduction	9
I.1.2 Introduction à la technologie du prototypage rapide.....	11
I.2 Les différentes techniques de prototypage rapide.....	14
I.2.1 Stéréolithographie (SLA)	14
I.2.2 Dépôt de fil FDM (fused deposition Modeling).....	16
I.2.3 Dépôt direct de métal (direct metal deposition, DMD).....	18
I.2.4 Frittage de poudres plastiques par laser (Selective laser sintering, SLS)...	20
I.2.5 Frittage sélectif indirect par laser (Indirect selective laser sintering, ISLS)	21
I.2.6 Frittage sélectif direct par laser (Direct selective laser sintering, DSLS) ..	22
I.2.7 Fusion sélective par laser (Selective laser melting, SLM)	24
I.3 Caractéristiques du procédé SLM	26
I.3.1 La technologie	26
I.3.2 Les facteurs d'influence du processus SLM	27
I.3.3 Elaboration d'une pièce	29
I.3.3.1 Prétraitement.....	29
I.3.3.2 Fabrication du modèle	30
I.3.3.3 Post-traitement.....	31
I.3.4 Développement de la technologie SLM	32
I.4 Les matériaux utilisés en SLM	35
I.4.1 Matériaux de structure à base de Fer.....	35
I.4.2 Matériaux à base d'aluminium.....	37
I.4.3 Alliages à base de cuivre	39
I.4.4 Matériaux à base de titane pour applications médicales	39
CHAPITRE II Matériaux et Equipements Expérimentaux.....	49
II.1 Mise sous vide de la machine SLM.....	49
II.1.1 Introduction.....	49

SOMMAIRE

II.1.2 Le système SLM original.....	50
II.1.3 Enceinte à vide et systèmes d'asservissement	55
II.1.4 Processus de mise sous vide de la machine SLM	59
II.1.4.1 Groupes de pompage et éanch é t é de l'enceinte.....	59
II.1.4.2 Conception et travaux d'installation	62
II.2 Techniques de caract érisation	65
II.2.1 Observation de la microstructure	65
II.2.2 Analyses par diffraction de Rayons X	66
II.2.3 Analyses granulom étriques	66
II.2.4 Estimation de la porosité.....	67
II.2.5 Rugosité et profil de surface	67
II.2.6 Microdureté Vickers et indentation.....	67
II.2.7 Caract éristique m écanique	69
II.2.8 Caract éristique magn étique.....	70
II.2.9 Caract éristiques thermodynamiques	71
II.3 Poudres utilis ées	71
II.4 Autre mat ériaux utilis ées	77
CHAPITRE III Etude des processus impliqu ées dans l' élaboration de pi èces par SLM	83
III.1 Introduction	84
III.2 Etude à partir du fer pur	85
III.2.1 Transmission du faisceau laser au travers de la couche poudre	85
III.2.2 Evolution des dimensions des cordons	90
III.2.3 Microstructure de la section d'un cordon de fusion.....	93
III.2.4 Morphologie de la surface de la couche fondue	95
III.2.5 Evolution de la densité et de la microstructure d'une couche de fer.....	97
III.2.5.1 Densité.....	97
III.2.5.2 Microstructure.....	99
III.2.6 Analyse th éorique de l' évolution de la microstructure	101
III.3 Etude à partir de l'INOX 316L	104
III.3.1 Influence des param ètres du proc é d é sur la géométrie des dépôts monocouches	104
III.3.2 Analyse microstructurale de dépôts d'INOX 316L.....	111
III.3.3 Effet de la variable d'environnement	113

III.3.3.1 Effet de la nature des gaz	113
III.3.3.2 Effet d'un préchauffage de la poudre sur la densité et la précision dimensionnelle des dépôts	116
III.3.4 Résistance à la traction et module d'Young des dépôts SLM d'inox 316L	119
III.4 Conclusion.....	126
CHAPITRE IV Cas de la fusion sélective du titane sous vide.....	131
IV.1 Introduction	131
IV.2 Analyse de phases.....	133
IV.3 Morphologie et rugosité des surfaces de Ti élaborés sous vide pour différents paramètres laser.....	134
IV.4 Evolution de la densité des échantillons élaborés sous vide	141
IV.5 Evolution de la microstructure des échantillons.....	142
IV.6 Rôle de "bouclier" du plasma et de l'évaporation sous vide.....	145
IV.7 Evolution de la viscosité du bain de fusion sous vide	147
IV.8 Conclusions:	150
CHAPITRE V Exploration de l'élaboration de pièces en alliages par mélanges de poudres.....	155
V.1 Cas de l'alliage Mg-9% Al	155
V.1.1 Introduction	155
V.1.2 Choix des paramètres	156
V.1.3 Etude des phases formées.....	158
V.1.4 Morphologie de surface des échantillons	160
V.1.5 Répartition des éléments Mg et Al dans les échantillons	161
V.1.6 Effet des paramètres d'élaboration sur la porosité.....	162
V.2 Cas d'un alliage Fe-Ni.....	163
V.2.1 Introduction	163
V.2.2 Nature des phases formées	164
V.2.3 Microstructure des alliages.....	166
V.2.4 Etude des caractéristiques magnétiques	168
V.3 Cas d'un alliage Ti-Ni	170
V.3.1 Introduction	170
V.3.2 Etude des phases	171
V.3.3 Densité des pièces en Ti-Ni élaborés par SLM	174
V.3.4 Température de transformation martensitique.....	175

SOMMAIRE

V.4 Conclusions.....	179
Conclusions G é n é r a l e s e t P e r s p e c t i v e s	185
Liste de publication.....	187

Introduction G é n é rale

Introduction

La fusion s é l e c t i v e p a r l a s e r (S L M) e s t à p r é s e n t c o n n u e c o m m e u n e t e c h n o l o g i e u n i q u e p e r m e t t a n t d e p r o d u i r e d e s o b j e t s c o m p l e x e s à p a r t i r d e p o u d r e s m é t a l l i q u e s a v e c d e s p r o p r i é t é s m é c a n i q u e s i n t é r e s s a n t e s . C e t t e t e c h n o l o g i e o f f r e d e n o m b r e u x a v a n t a g e s p a r r a p p o r t a u x t e c h n i q u e s c l a s s i q u e s d e f a b r i c a t i o n : m o i n s d e t e m p s a v a n t l a m i s e s u r l e m a r c h é u t i l i s a t i o n d e m a t é r i a u x p e u c o û t e u x , p o l y v a l e n c e , h a u t e p r é c i s i o n , c a p a c i t é à p r o d u i r e p l u s d e f o n c t i o n n a l i t é s a v e c u n d e s i g n u n i q u e , e t c . I l e s t a i n s i p o s s i b l e d e c r é e r d e s p i è c e s f o n c t i o n n e l l e s d i r e c t e m e n t à p a r t i r d e p o u d r e s m é t a l l i q u e s s a n s u t i l i s e r d e l i a n t s i n t e r m é d i a i r e s o u d e s é t a p e s d e t r a i t e m e n t s u p p l é m e n t a i r e s a p r è s l ' o p é r a t i o n d e f u s i o n l a s e r .

Toutefois, une combinaison de propriétés mécaniques telles que la plasticité et la dureté, la ténacité et l'élasticité est d'une importance capitale pour les composants métalliques et cette combinaison n'est pas toujours facile à obtenir bien que ce procédé soit étudié depuis plus de vingt ans. C'est pourquoi notre travail s'est focalisé principalement sur une évolution de cette technologie dans un environnement de très faible pression afin d'éliminer ou tout au moins de réduire l'interaction du matériau fondu avec l'atmosphère environnante, en particulier l'oxygène.

Pour ce faire nous avons tenu compte des progrès dans la maîtrise des systèmes de pompage, des alimentations électriques, des systèmes d'automatisation, des régulations en ligne, etc.

Par ailleurs, compte tenu des délais importants inhérents aux processus de

transformation des machines complexes, nous avons été amené à nous pencher sur le rôle des différents paramètres du procédé, en particulier celui de la qualité d'énergie transmise au lit de poudre et conduisant à sa transformation, aussi bien au chauffage qu'au refroidissement.

Nous avons aussi accordé une attention particulière aux caractéristiques du matériau précurseur et en particulier exploré la possibilité de produire des alliages in-situ afin d'ouvrir de nouvelles perspectives et éventuellement de réduire le coût des matières premières dans le procédé.

Pour présenter ce travail, ce mémoire a été organisé en cinq chapitres :

Le premier est consacré à la présentation de l'état de l'art. La technique de fabrication additive y est présentée avec son contexte historique.

Le développement technologique concernant la mise sous vide d'un système SLM est décrit dans le second chapitre. Une brève description des conditions de travail des installations sous vide et des systèmes techniques associés est tout d'abord donnée. Ensuite les concepts et le cahier des charges du système SLM sous vide sont présentés. Les problèmes de conception liés à l'enceinte, à la régulation du vide, aux systèmes d'asservissement et aux systèmes de pompage sont décrits ainsi que les solutions techniques choisies et validées.

Le troisième chapitre présente une étude des processus impliqués dans l'élaboration d'une pièce par SLM. Cette étude est organisée en considérant l'évolution des structures observées en fusion/solidification dans l'ordre point → cordon → surface → volume. La transmission du faisceau laser à travers la couche de poudre, la formation du cordon de fusion; la qualité de surface; la densité et la microstructure du matériau formé ont été considérées. Des poudres de fer et d'acier Inox 316 L ont servi de support à cette étude et pour terminer, les observations effectuées ont été appliquées à la réalisation d'échantillons d'acier inox présentant des caractéristiques "bonnes matières".

Le quatrième chapitre est consacré à l'étude des phénomènes particuliers intervenant lors d'un travail sous très basse pression. Le titane ayant servi de base à cette étude, les observations effectuées ne sont pas nécessairement transposables à tous les matériaux mais, d'une façon générale, il a été mis en évidence le fait que la transmission d'énergie au lit de poudre et le comportement de ce dernier sont nettement modifiés en l'absence d'atmosphère.

Le cinquième chapitre présente les essais exploratoires effectués en vue de la synthèse directe d'alliages en cours de fabrication par l'utilisation de mélanges de poudres. Les résultats obtenus qui ont montré la faisabilité d'alliages Mg-Al, Fe-Ni et Ti-Ni semblent tout à fait prometteurs.

Chapitre I

Etude Bibliographique

CHAPITRE I Etude Bibliographique

Ce chapitre présente une revue bibliographique des différents sujets traités dans le cadre de cette thèse. Un panorama concernant les progrès les plus récents en matière de technologies de fabrication additive est réalisé. Ce chapitre inclut notamment : les avancées du prototypage rapide, le principe et le développement de la fusion sélective par laser (SLM), les matériaux utilisés en SLM.

I.1 Technologie de prototypage rapide (RP)

I.1.1 Introduction

A partir de la fin du 20^e siècle, la technologie d'usinage fait face à un grand défi à cause de la concurrence sur le marché qui est de plus en plus féroce. D'une part il y a la diversification et de la personnalisation de la demande des consommateurs et d'autre part les fabricants s'engagent dans une concurrence portant sur un marché global. Afin d'occuper rapidement le marché, le cycle de développement des produits et le cycle de production doivent être raccourcis.

Depuis 1960, date où le premier laser était inventé par Theodore Maiman [1], les recherches scientifiques sur l'interaction entre le rayonnement laser et les matériaux sont devenues un point focal. Toutefois l'application des technologies laser dans l'ingénierie s'est seulement développée aux cours des 10 dernières années, parce que les phénomènes physiques impliqués dans le processus d'interaction entre laser et matériaux sont très complexes. Ainsi, encore aujourd'hui, c'est un challenge pour les

Etant donnés les avantages du prototypage rapide, les Etats-Unis, l'Europe et le Japon ont rapidement appliqué cette technologie dans les domaines de l'aviation, de l'automobile, de la mécanique [3]. En 1992, les appareils de prototypage rapide ont été utilisés dans 500 projets sur 17 pays. En 1994, le nombre d'appareils s'élève à 1600, la plupart de ceux-ci étant utilisés aux Etats-Unis. A la fin de 2002, il y avait plus de 10000 systèmes installés dans le monde comme le montre la Figure I.2.

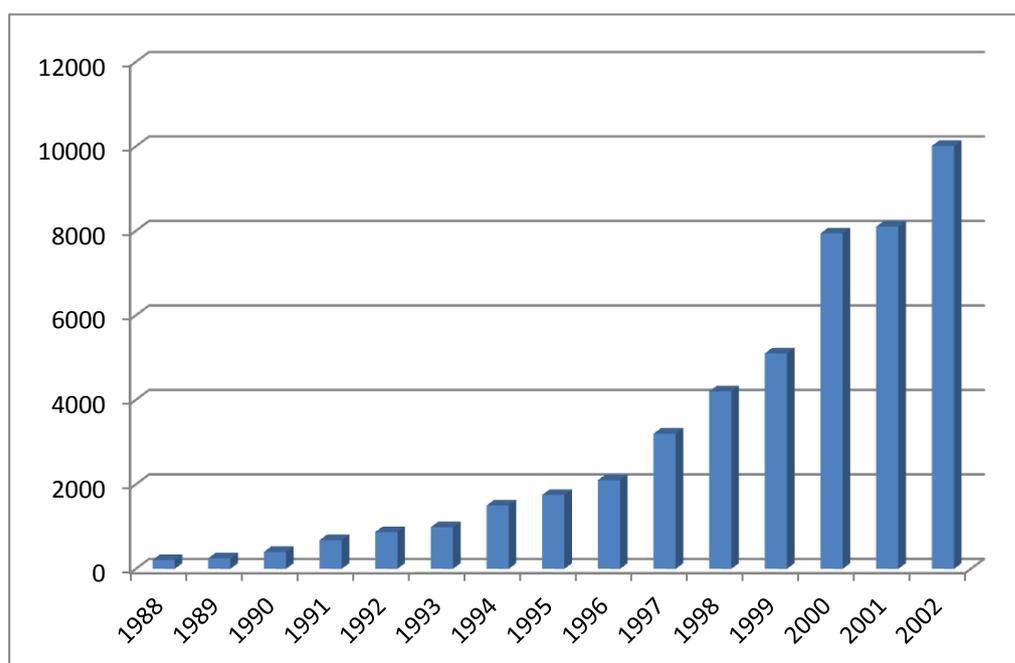


Figure I.2 Statistique de développement des systèmes de prototypage rapide [3]

I.1.2 Introduction à la technologie du prototypage rapide

Pendant le processus de fabrication additive, la machine lit les données à partir d'un fichier de CAO et établit des couches successives de liquide, poudre, ou tôle. Et de cette façon s'accumule une série de couches transversales. Ces couches, qui correspondent à la section virtuelle du modèle CAO, sont réunies ou fusionnées pour

créer la forme finale. Le principal avantage de la fabrication additive est sa capacité à créer presque n'importe quelle forme ou fonction géométrique.

L'interface standard de données entre les logiciels de CAO et les machines est le format de fichier .stl . Un fichier .stl se rapproche de la forme d'une pièce ou d'un assemblage en utilisant des facettes triangulaires. Les petites facettes produisent une surface de qualité supérieure. Les fichiers .vml (ou .wrl) plus modernes sont utilisés comme entrée pour les technologies d'impression 3D qui sont capables d'imprimer en couleur.

Le mot "rapide" est relatif: la construction d'un modèle peut en effet prendre de plusieurs heures à plusieurs jours, selon la méthode utilisée, la taille et la complexité du modèle.

La figure I.3 présente la structure générale des procédés de prototypage rapide.

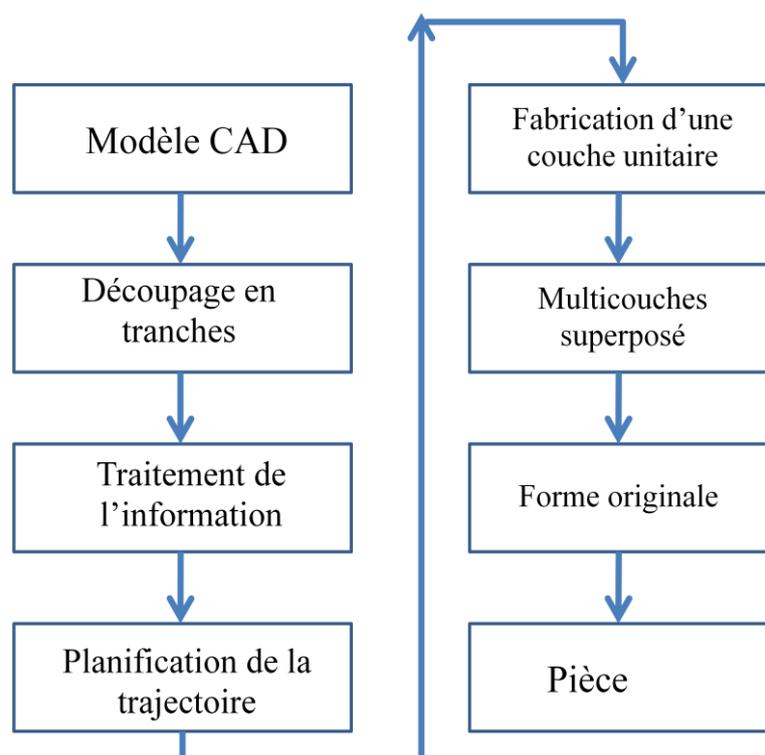


Figure I.3 Schéma général du procédé de prototypage rapide

Quelquefois deux matériaux sont utilisés: le premier matériau est le matériau de la pièce et le second est le matériau servant à fabriquer des supports (pour soutenir les parois en cours de construction en saillie). Le matériau support est enlevé plus tard par la chaleur ou pas dissolution dans un solvant ou dans l'eau.

Le moulage par injection peut être moins coûteux pour la fabrication de produits en grande quantité mais la fabrication additive peut être plus rapide et moins coûteuse pour la production de petites quantités de pièces. Les imprimantes 3D donnent aux concepteurs et aux équipes de développement la capacité à produire des pièces et des modèles conceptuels en utilisant une imprimante adaptée à la taille d'un bureau.

Le prototypage rapide est désormais entré dans le domaine de la fabrication rapide qui est considéré par de nombreux experts comme le "niveau suivant" de la technologie

[4].

I.2 Les différentes techniques de prototypage rapide

Actuellement, la classification des procédés de prototypage rapide est basée sur les matériaux utilisés et sur la source laser, comme le montre la Figure I.4.

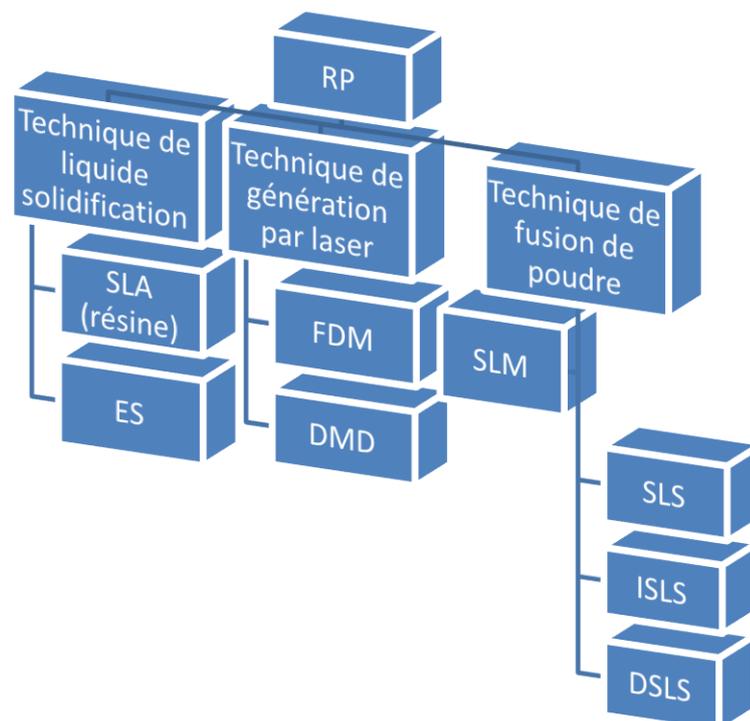


Figure I.4 Classification des technologies de prototypage rapide

I.2.1 Stéréolithographie (SLA)

Ce procédé a été breveté par Charles W. Hull aux Etats-Unis en 1984 [5]. Comme il s'agit de la technologie primitive, SLA est le procédé de prototypage rapide le plus mature et le plus utilisé au monde depuis que le premier prototype (SLA-250) a été lancé par la compagnie 3D Systèmes en 1988 [6].

Ce procédé utilise une résine photosensible comme matière première qui est solidifiée par un laser ultraviolet contrôlé par ordinateur. Le procédé peut élaborer rapidement et

automatiquement des pièces complexes avec une haute précision et une bonne qualité de surface.

Comparé aux autres technologies de prototypage rapide, SLA présente les avantages d'une bonne qualité de surface, d'un procédé de solidification stable, d'une haute précision. Mais la matière première de ce procédé est limitée à une variété de résines photosensibles qui présente une certaine toxicité et qui ont besoin de protection contre la lumière. Les propriétés mécaniques des pièces SLA sont aussi plus faibles que celles des plastique industriels, elles sont fragiles et peu résistantes. Cette technologie est donc souvent utilisé pour élaborer des moules de coulé et des pièces décoratives [7]. Des images de machines et de pièces fabriquées par SLA sont montrés en Figures I.5 et I.6.

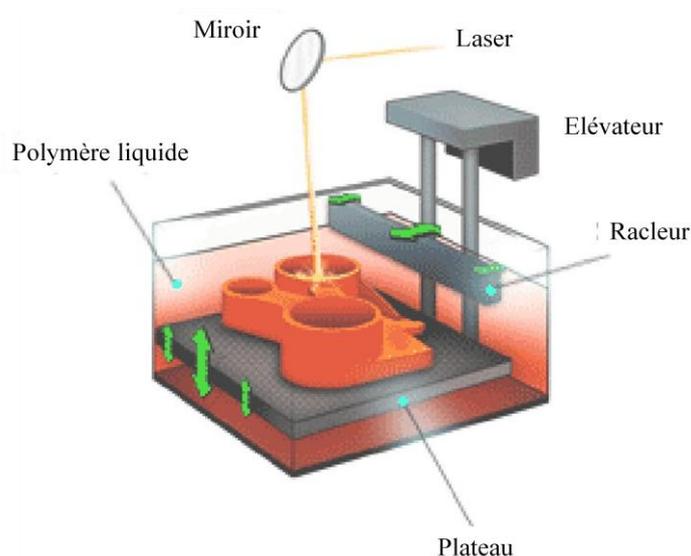


Figure I.5 Schéma d'une machine de Stéréolithographie [6]



(a)



(b)

Figure I.6 (a) Modèle d'implant osseux artificiel ; (b) Modèle d'enceinte de moteur [8]

I.2.2 D é p ô t de fil FDM (fused deposition Modeling)

Cette technique consiste à faire fondre un polymère thermofusible à travers une buse chauffée. Un filament en fusion (de l'ordre du dixième de millimètre) en sort. Ce fil est déposé en ligne et vient se coller sur ce qui a été déposé au préalable, comme montré à la Figure I. 7. Le FDM est une technique brevetée par la société Stratasys. Ces machines sont destinées aussi bien au prototypage rapide qu'à la production directe de pièces. Le gros intérêt du FDM est de permettre de créer des pièces en bonne matière, disposant de caractéristiques mécaniques, thermiques et d'une stabilité voisines de celles des pièces thermoplastiques injectés. Les supports nécessaires à la production des pièces sont dans la plupart des cas constitués d'une matière soluble. La densité des pièces est également réglable car cette technique autorise à ne remplir que

partiellement les volumes en créant un réseau de type nid d'abeille - un gain apprécié pour le temps de production et la légèreté des pièces réalisées [9].

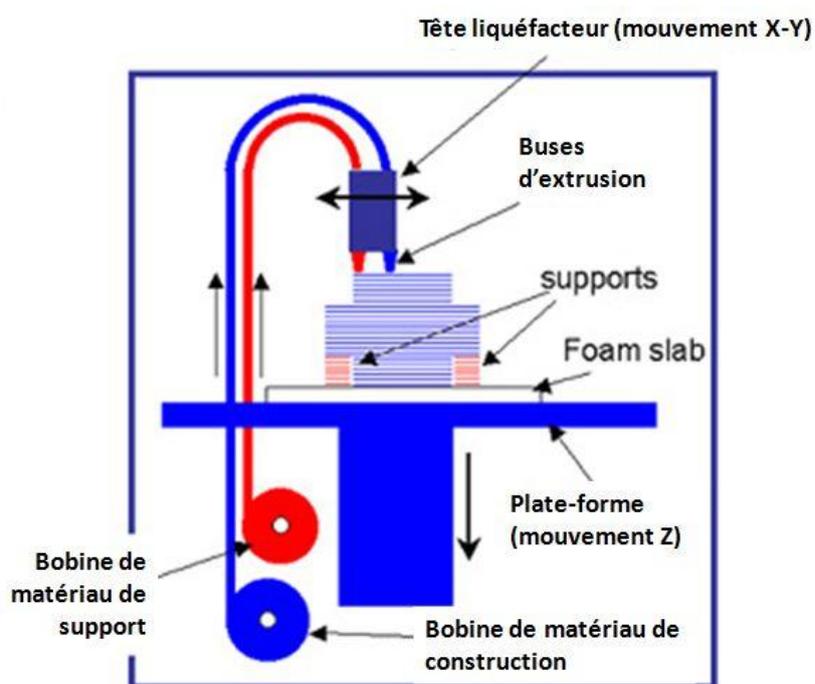


Figure I.7-Schéma d'une machine FDM [10]

I.2.3 D p t direct de m tal (direct metal deposition, DMD)

Le proc d  DMD est un processus permettant d'obtenir un composant m tallique directement   partir d'un mod le 3-D CAD [11]. Ce processus utilise une alimentation en poudre continue dans la zone de fusion (melt pool) que le faisceau laser produit sur la surface, comme montr    la Figure I.8. Le traitement est effectu  g n ralement sous un gaz inerte (argon, h lium, ou azote) pour r duire l'oxydation. Plusieurs compositions de poudre peuvent  tre aliment es simultan ment ou successivement pour produire un alliage dans la zone de fusion ou fournir des choix de mat riaux relatifs   une localisation au sein d'une partie d sir e. Le taux d'alimentation en poudre, la vitesse de balayage, la temp rature et le d bit de gaz sont les param tres cl s qui doivent  tre contr l s pour assurer la qualit  du d p t [12].

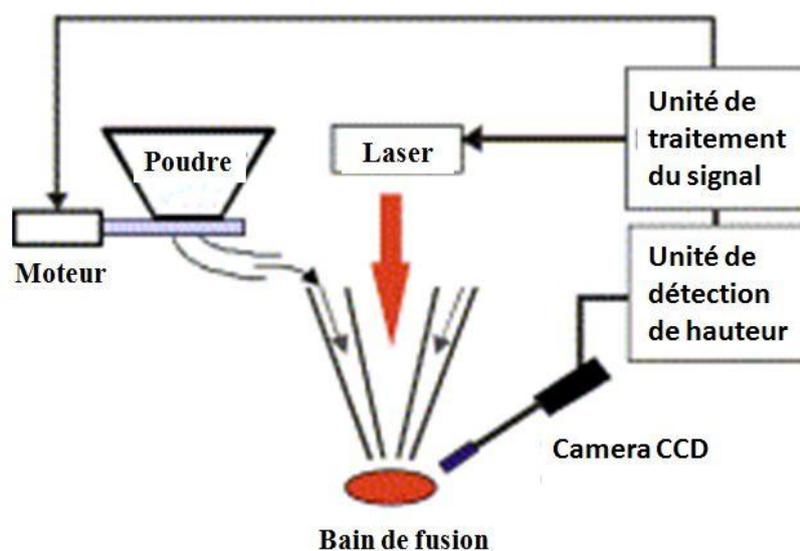
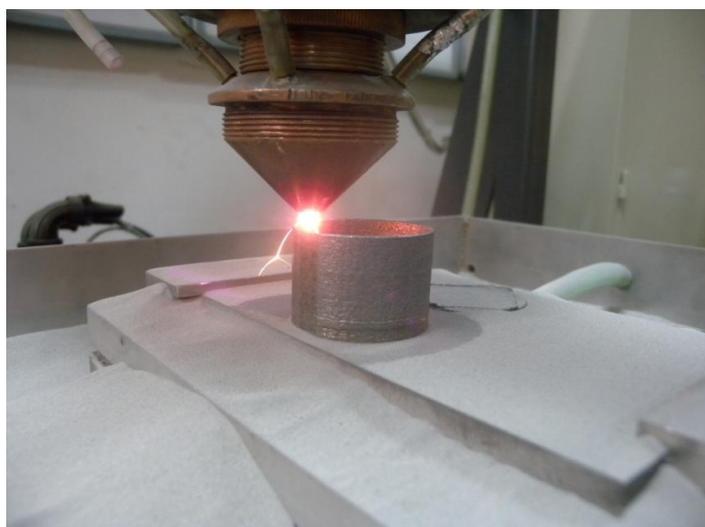
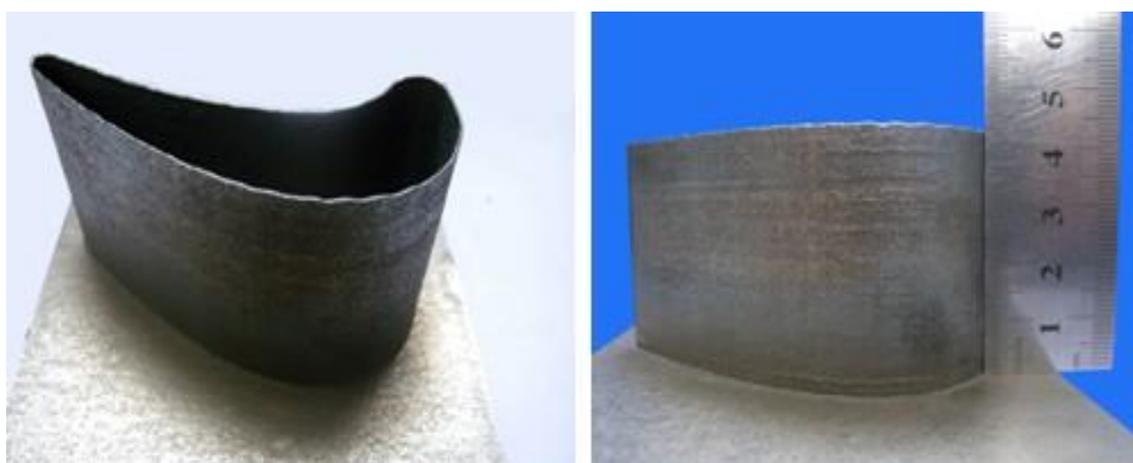


Figure I. 8-Sch ma du proc d DMD [13]

Ce procédé a été employé avec succès pour des applications aéronautiques et biomédicales notamment avec l'alliage de titane Ti-6Al-4V (Figure I.9 a). Toutefois, une porosité subsiste parfois dans les matériaux déposés, ce qui peut dégrader fortement leur résistance mécanique et leur résistance à la fatigue. Des images des pièces fabriquées par DMD sont présentées dans la Figure I.9 (b).



(a)



(b)

Figure I.9 (a) Procédé DMD; (b) Pièce produite par DMD [14]

I.2.4 Frittage de poudres plastiques par laser (Selective laser sintering, SLS)

Comparé à la stéréolithographie (SLA), cette technologie élargit beaucoup le choix de matériaux. L'appareil SLS se compose principalement d'un système de répartition de poudre et d'un laser CO₂ qui permet d'assurer le processus de frittage, comme le montre la figure I.10. Les matériaux classiques incluent le polyamide, le polycarbonate, le polystyrène et le PEEK. Selon les conditions de traitement et les matériaux, un post-traitement thermique et une finition de surface comme le rodage ou le sablage sont nécessaires. Quelques propriétés mécaniques de pièces fabriquées par SLS sont données en table I.1.

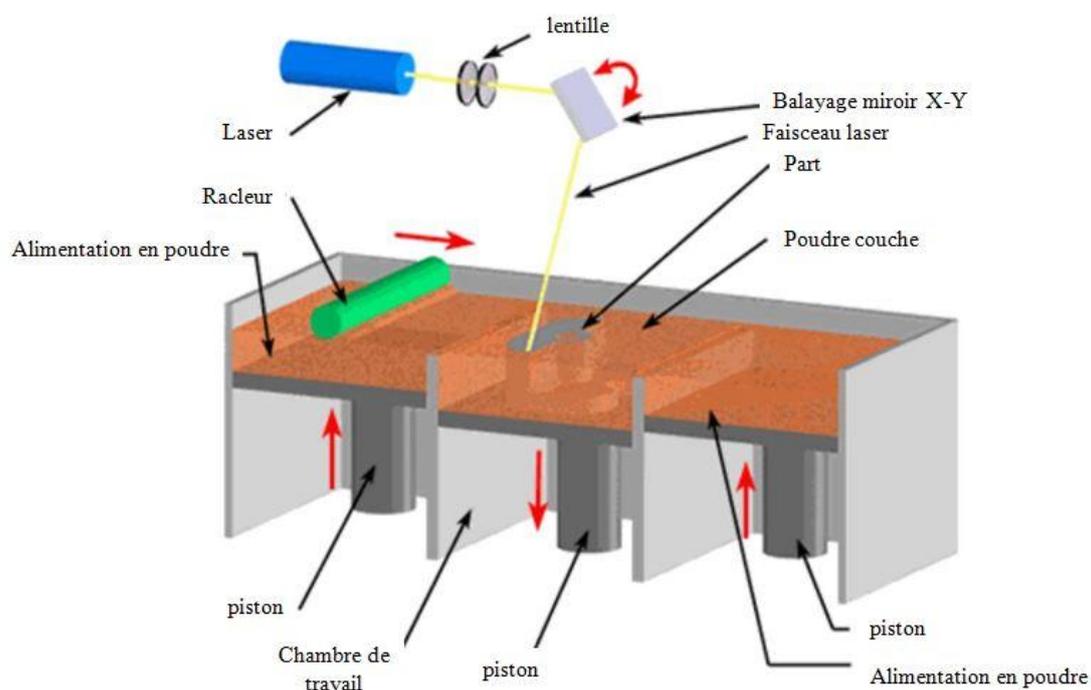


Figure I. 10-Schéma d'un système SLS [15]

Tableau I.1 Propriétés du polyamide SLS [16]

Propriété	Polyamide à cristaux	Polyamide avec fibre de verre
Résistance à la traction	44 N/mm ²	38 N/mm ²
Module d'élasticité	1600 N/mm ²	5910 N/mm ²
Allongement	9%	2%
Module de flexion	1285 N/mm ²	3300 N/mm ²

I.2.5 Frittage sélectif indirect par laser (Indirect selective laser sintering, ISLS)

Le but du frittage indirect sélectif par laser (ISLS) est de fabriquer des pièces métalliques. Ce processus utilise un premier assemblage de particules de poudres métalliques qui sont enrobées par une matière plastique. La taille des particules métalliques est d'environ 50 μm et l'épaisseur du revêtement plastique entre 5 et 10 μm [17].

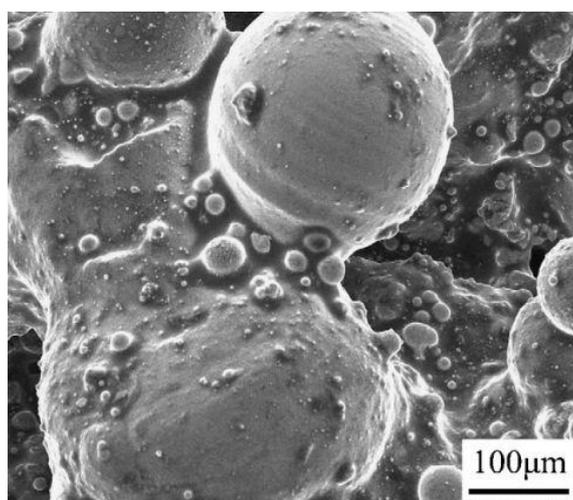


Figure I. 11- Poudre métallique enrobée par une matière plastique pour le procédé ISLS

Au cours du frittage, le revêtement plastique est fondu par le rayon laser (CO₂, puissance maximale 100W) et connecte les particules de poudre métallique qui sont ainsi plaquées ensemble. Parce que la résistance mécanique de la pièce agglomérée par le matériau plastique est très faible, elle a besoin d'être frittée à haute température après évaporation du liant plastique. Ultimeurement, un autre matériau métallique à bas point de fusion peut être utilisé pour remplir les cavités résiduelles et remplacer le matériau plastique. Après le traitement thermique, les dimensions de la pièce auront changé par suite des contractions qui se produisent au cours du frittage [17]. Quelques propriétés mécaniques de pièces fabriquées par ISLS sont données en table I.2.

Tableau I.2 Propriétés de pièces réalisées par ISLS [18]

Propriétés	Values	Propriétés	Values
Résistance à la traction	510 N/mm ²	Allongement	10%
Elastique (0.2%)	305 N/mm ²	Dureté	87 RB

I.2.6 Frittage sélectif direct par laser (Direct selective laser sintering, DSLS)

Les matériaux fondus par frittage sélectif direct par laser sont des mélanges de poudres, l'une avec un haut point de fusion et l'autre avec un bas point de fusion; la poudre à bas point de fusion constitue l'adhésif. Le processus est basé sur le principe du frittage en phase liquide qui permet une densification élevée de la couche de poudre par le «réarrangement» de la poudre à haut point de fusion dans la phase

liquide à bas point de fusion.

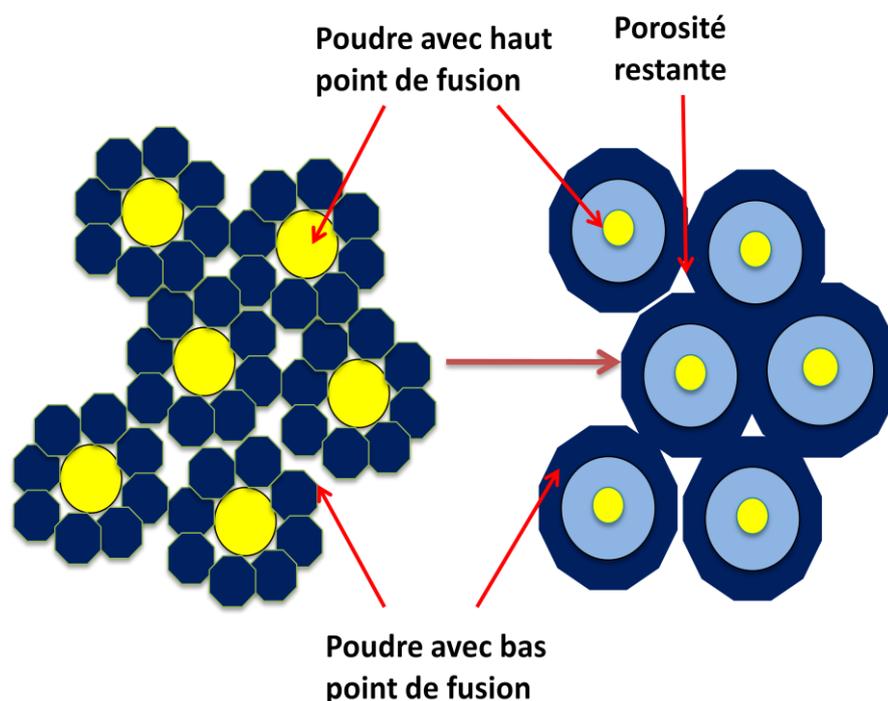


Figure I. 12 Schéma du procédé DSLS

Afin d'optimiser les propriétés mécaniques divers mélanges de poudres ont été développés, par exemples Cu-(Sn/Pb) [19], Cu-Sn [20], Cu-Fe [21], et Bronze-Ni [22]. La technologie DSLS est principalement appliquée aux moules et aux pièces en petites quantités. Par rapport au SLS simple, l'avantage du DSLS est d'éviter un chauffage après fabrication. Quelques propriétés mécaniques de pièces fabriquées par ISLS sont donnés dans le tableau I.3.

Tableau I.3 Propriétés mécaniques de pièces DSLS [18]

Propriétés	Poudre à base de fer	Poudre à base de bronze
Porosité	2%~5%	20%~25%
Résistance à la traction	500~550 N/mm ²	120~180 N/mm ²
Allongement	7%	4.2%
Rugosité R_z	50 μm	50~60 μm

1.2.7 Fusion sélective par laser (Selective laser melting, SLM)

L'élaboration rapide de pièces de précision gagne de plus en plus d'importance pour répondre aux besoins du marché. Néanmoins, les technologies de RP ne peuvent pas satisfaire tous les besoins car les propriétés du produit élaboré par SLA, SLS, ISLS ou DSLS respectent rarement les exigences d'application courantes. Une nouvelle technologie est donc nécessaire pour élaborer des pièces métalliques disposant de bonnes propriétés mécaniques. La technologie de fusion sélective par laser utilise une seule poudre métallique, comme l'INOX [23], l'acier [24], le Ti [25], l'aluminium [26], etc. Elle n'a pas besoin d'ajouter un matériau de remplissage ou un adhésif dans la poudre métallique. Afin d'augmenter le taux d'absorption de l'énergie laser par la poudre métallique, un laser Nd:YAG avec une longueur d'onde de 1064nm est utilisé. La technique SLM offre une capacité d'élaboration très rapide de pièces de précision pour une large gamme de matériaux. Les propriétés des pièces obtenues sont

similaires aux propriétés des produits obtenus par les procédés conventionnels. Pendant le processus de fusion, le laser ne fondre pas seulement la couche de poudre, mais aussi une partie de la couche sous-jacente. On obtient alors une liaison métallurgique entre les cordons de balayage et les couches précédentes. Selon les propriétés des matières premières, la densité des pièces peut atteindre 100% et il n'est pas nécessaire de recourir à des post-traitements pour améliorer la densité des pièces. Quelques propriétés mécaniques typiques de pièces fabriquées par SLM sont données dans le tableau I.4.

Tableau I.4 Propriétés de pièces élaborées par SLM [18]

Propriété	INOX X2CrNiMo17-13-2	Acier à outils X38CrMoV5-1	Titane TiAl6V4
Résistance à la traction	550 N/mm ²	1720 N/mm ²	1140 N/mm ²
Limite conventionnelle d'élasticité	450 N/mm ²	1000 N/mm ²	1040 N/mm ²
Allongement	15%	2.3%	6%
Dureté	240 HV0.1	52HRC	435 HV10

La technologie SLM offre en outre l'avantage d'une grande variété de matières premières, quasiment sans limites géométriques pour le modèle de pièce. Dans les applications de prothèses chirurgicales, la technologie SLM permet de fabriquer directement des substituts osseux personnalisés à partir des données de tomographie. La première application en volume de cette technologie se situe dans le domaine dentaire [27].

I.3 Caractéristiques du procédé SLM

I.3.1 La technologie

La figure I. 13 présente un système SLM commercial fabriqué par la société MCP-Allemagne. Un système de circulation d'atmosphère contrôlée offre un espace confiné rempli par différents gaz tels que N_2 , Ar, H_2 . La pression de la chambre peut être contrôlée entre 0 et 20 mbar. Le laser Nd : YAG d'IPG laser GmbH dispose d'une puissance maximale de 120W. Les dimensions du banc de travail sont de 200 mm \times 200 mm (Longueur \times Largeur). Le diamètre du faisceau laser peut varier de 35 μ m à 100 μ m. Selon les conditions de fonctionnement, l'épaisseur de la couche de poudre peut être réglée sur trois niveaux, 50 μ m ; 75 μ m et 100 μ m. Quelques pièces fabriquées par SLM sont montrées dans la Figure. I.14.

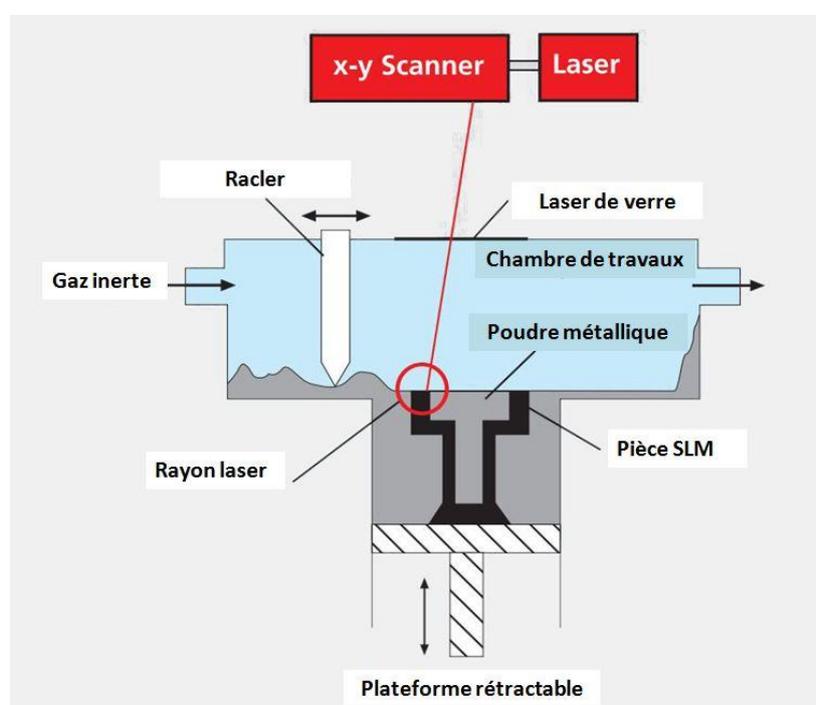


Figure I.13 Schéma d'un système SLM de MCP-Allemagne [28]



Figure I.14 Quelques pièces élaborées par SLM [28]

I.3.2 Les facteurs d'influence du processus SLM

Les paramètres du processus peuvent être regroupés en trois sections: les paramètres laser; les paramètres système; les paramètres d'environnement. Les paramètres laser, tels que la puissance, la vitesse de balayage, le diamètre du faisceau déterminent la largeur du cordon de balayage (représenté dans la figure I.15). La vitesse de fabrication a un rapport avec la vitesse de balayage. Les paramètres système concernent l'épaisseur de la couche de poudre (C), la surface de poudre traitée (a, b), la distance entre deux cordons adjacents (HS); ces paramètres influent sur la qualité de la pièce. La figure I.16 présente trois modes de balayage: (a) un mode de trame courte dans la direction X, (b) un mode de trame longue dans la direction Y, (c) une alternance d'orientations, en commençant avec un mode de trame courte pour la première couche. L'espacement des lignes de balayage en X et Y est égal. Les paramètres d'environnement comportent la température de préchauffage, l'atmosphère et la pression de gaz [29].

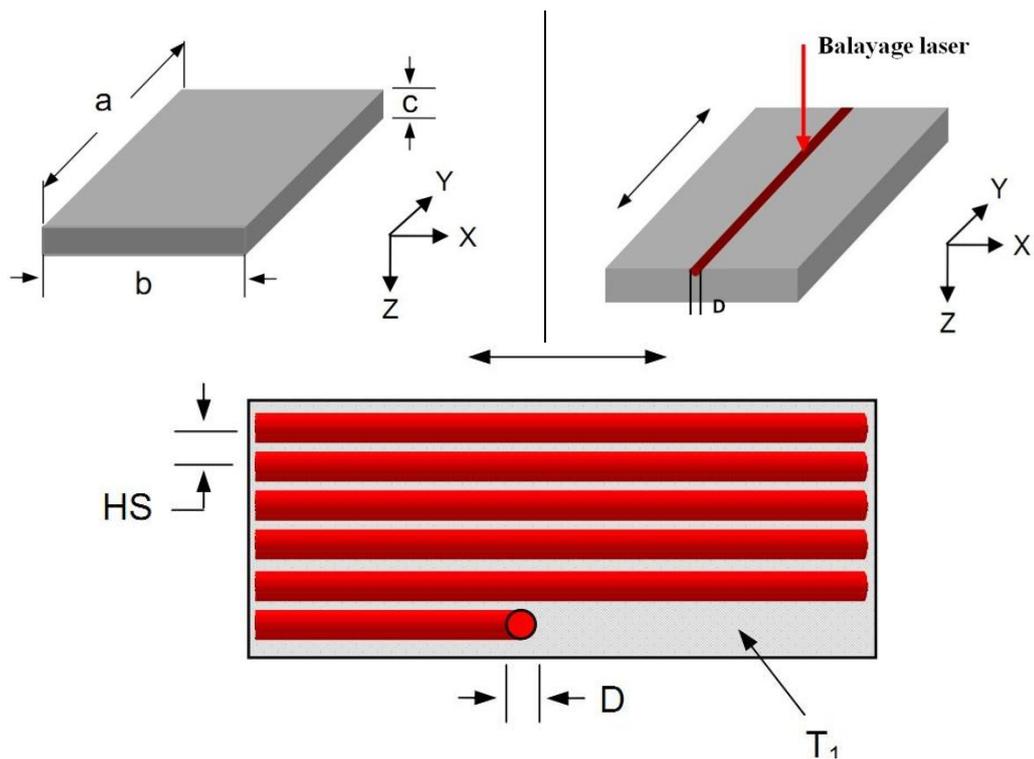


Figure I.15 Les paramètres SLM

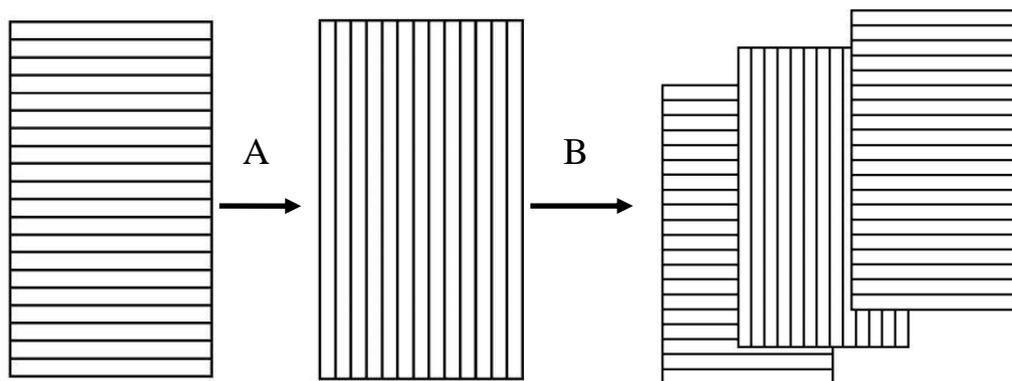


Figure I.16 Quelques méthodes de balayage

I.3.3 Elaboration d'une pièce

L'élaboration d'une pièce par SLM peut être divisée en trois parties: prétraitement, fusion de la poudre, post-traitement.

I.3.3.1 Prétraitement

Le prétraitement inclut la conversion des données du modèle CAO; la détermination de l'orientation de la pièce; l'addition de supports; le tranchage. En tant que source des données, le modèle 3D de la pièce est construit par un logiciel CAD tel que Catia, Pro-E, UG, etc. comme montré sur la Figure I.17(a). Cependant le modèle numérique original ne peut pas être lu par le système SLM; il doit être converti en format STL. Le traitement des données STL utilise des plaques triangulaires pour approcher la surface du modèle. Le positionnement de la pièce par rapport au plan de construction influence le temps de fabrication et la qualité de surface de la pièce, comme le montre la Figure I.17(b). Généralement, la direction la plus courte est la dimension choisie comme direction-Y. Mais quelques fois la direction de la longueur peut être choisie afin d'améliorer la précision; il est aussi possible de placer le modèle de façon inclinée pour réduire les supports et économiser les matériaux. L'addition de supports est la clé du procédé de fabrication parce qu'elle influence fortement le succès d'élaboration comme le montre la Figure I.17(c). Dans le principe de l'addition de supports proposé par la compagnie EOS, la limite de l'angle de contact des supports est de 135°. Afin d'éliminer facilement les supports et d'obtenir une surface lisse, les supports sont fixés

de façon ponctuelle. Après l'addition des supports, le logiciel tranche le modèle selon l'épaisseur de couche choisie comme montre la Figure I.17(d).

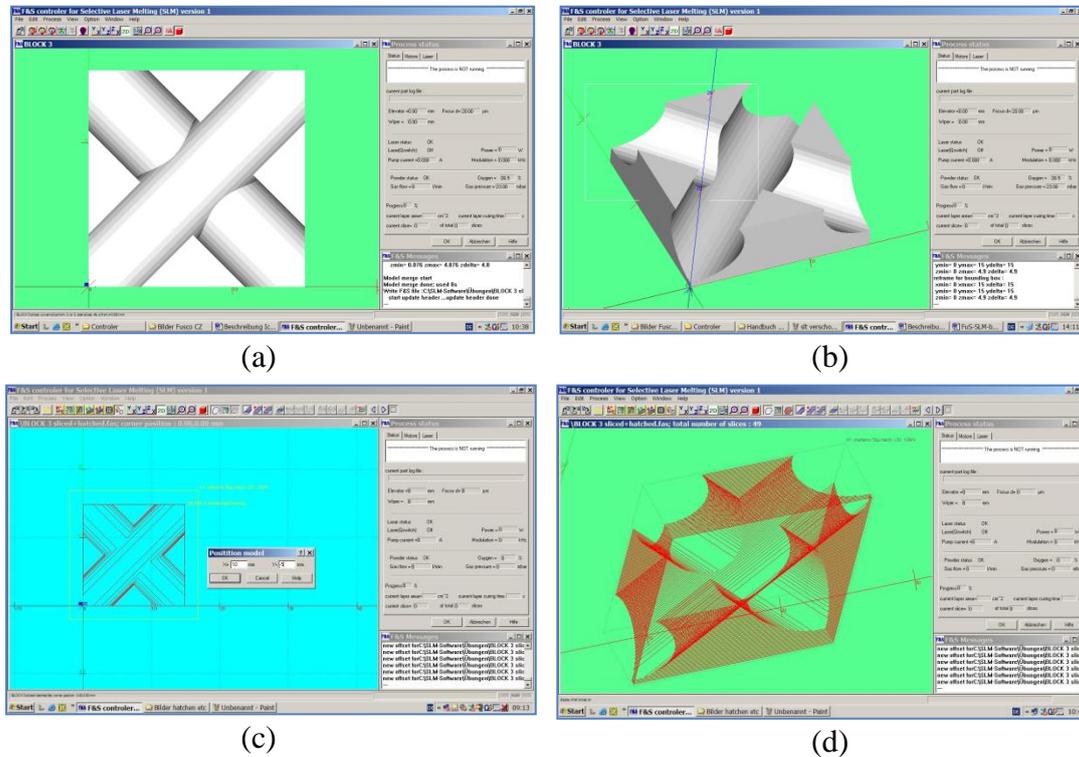


Figure I.17 Pr étraitement des donn ées pour la technologie SLM [29]

I.3.3.2 Fabrication du mod èle

Avant de d ébuter la fabrication la poudre est pr échauff ée pour limiter les d éformations. Ensuite le laser fond la couche de poudre avec les param ètres d éfinis selon les trajectoires établies à partir du mod èle. Les particules fondues sous le rayon laser forment une trace solide, comme le montre la Figure I.18. Le proc édé est contr ôlé par un logiciel qui arr ête le processus quand la derni ère couche est finie [30].

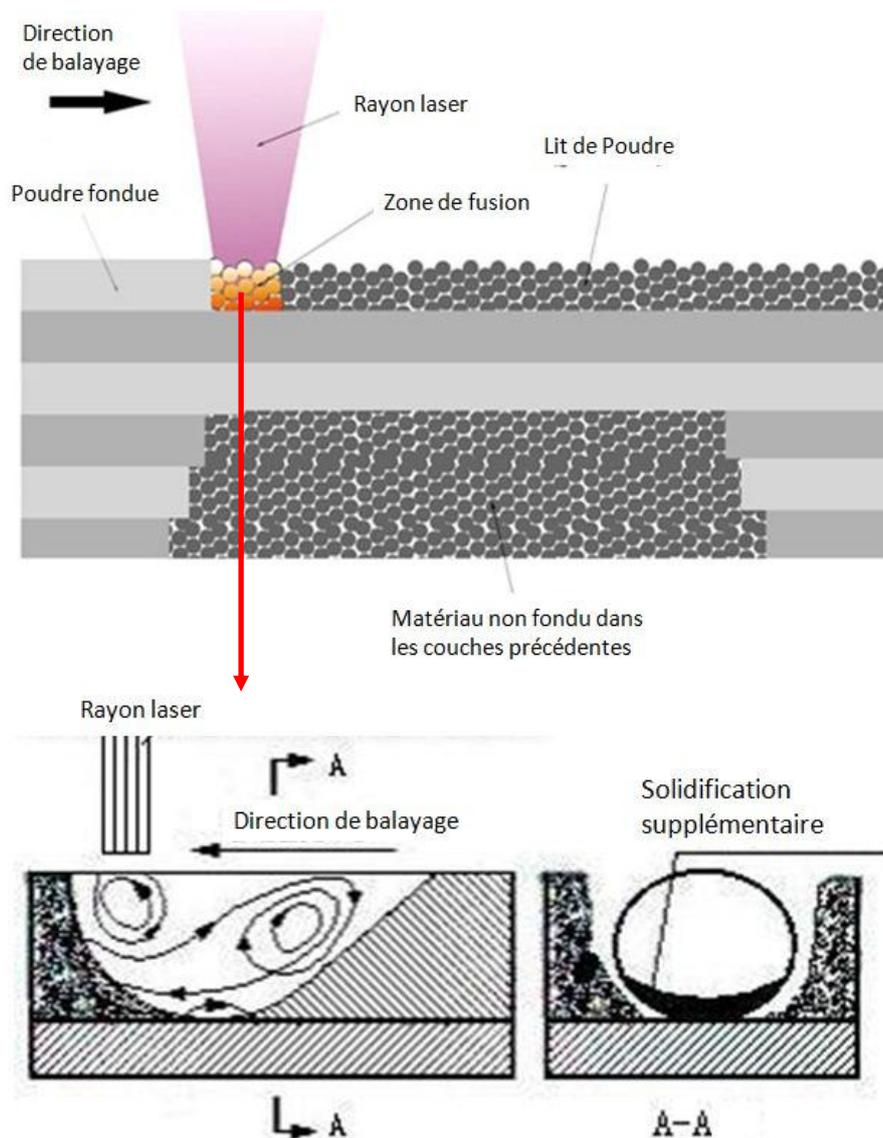


Figure I.18 Formation de pièces par SLM [31]

I.3.3.3 Post-traitement

Après le procédé de frittage, il est nécessaire de nettoyer la pièce, d'enlever les supports et de polir la surface. Les pièces fabriquées par SLM peuvent aussi subir un traitement thermique afin d'éliminer les contraintes internes et réduire la porosité

I.3.4 Développement de la technologie SLM

La machine MicroFORM™ de la société 3D MICROMAC est un poste de travail permettant de réaliser le processus SLM sous vide pour la production de prototypes ainsi que des lots de petites pièces (Figure I.20). Le processus SLM sous vide a de nombreux avantages. La poudre fondue par le laser dans le vide n'est pas affectée par la présence de gaz. Par ailleurs le bouclier d'absorption provoqué par la formation d'un plasma de gaz peut être réduit, ce qui signifie qu'il est possible d'augmenter la puissance du laser. Toutefois les dimensions de la chambre de travail sont ici limitées à 25 mm ou 50 mm (diamètre) & 40 mm (hauteur) [32].

Depuis que la technologie SLM/SLS a été inventée à la fin des années 80 du siècle dernier, les équipements ont évolué comme en période de révolution industrielle. Les fournisseurs principaux d'équipements commerciaux sont concentrés en Europe, tels que (EOS, Germany); Phenix (Phenix system, France); MCP (MCP HEK-GMBH). La figure I.21 présente les évolutions de quelques machines SLS/SLM. La première génération de machine SLM EOS M270 EOSINT comportait une source laser de 200W (Yb-fibre) et une chambre de travail 250 mm*250 mm*215 mm. En 2011 la deuxième génération (EOSINT M280) a été lancée avec une source laser de puissance plus élevée (400 W) et une plus grande chambre de travail (250 mm * 250 mm * 325 mm). La tendance d'évolution des machines SLM est donc une augmentation de la puissance laser et une augmentation du volume de travail [33]. Une tendance similaire peut être observée pour d'autres sociétés comme Phenix ou MCP tel que montré dans

la figure I.21 (c-d) et (e-f). Une puissance laser plus élevée conduit à une meilleure densité des pièces et à une plus haute vitesse de balayage qui permet d'accroître la vitesse de fabrication et de diminuer les contraintes résiduelles.

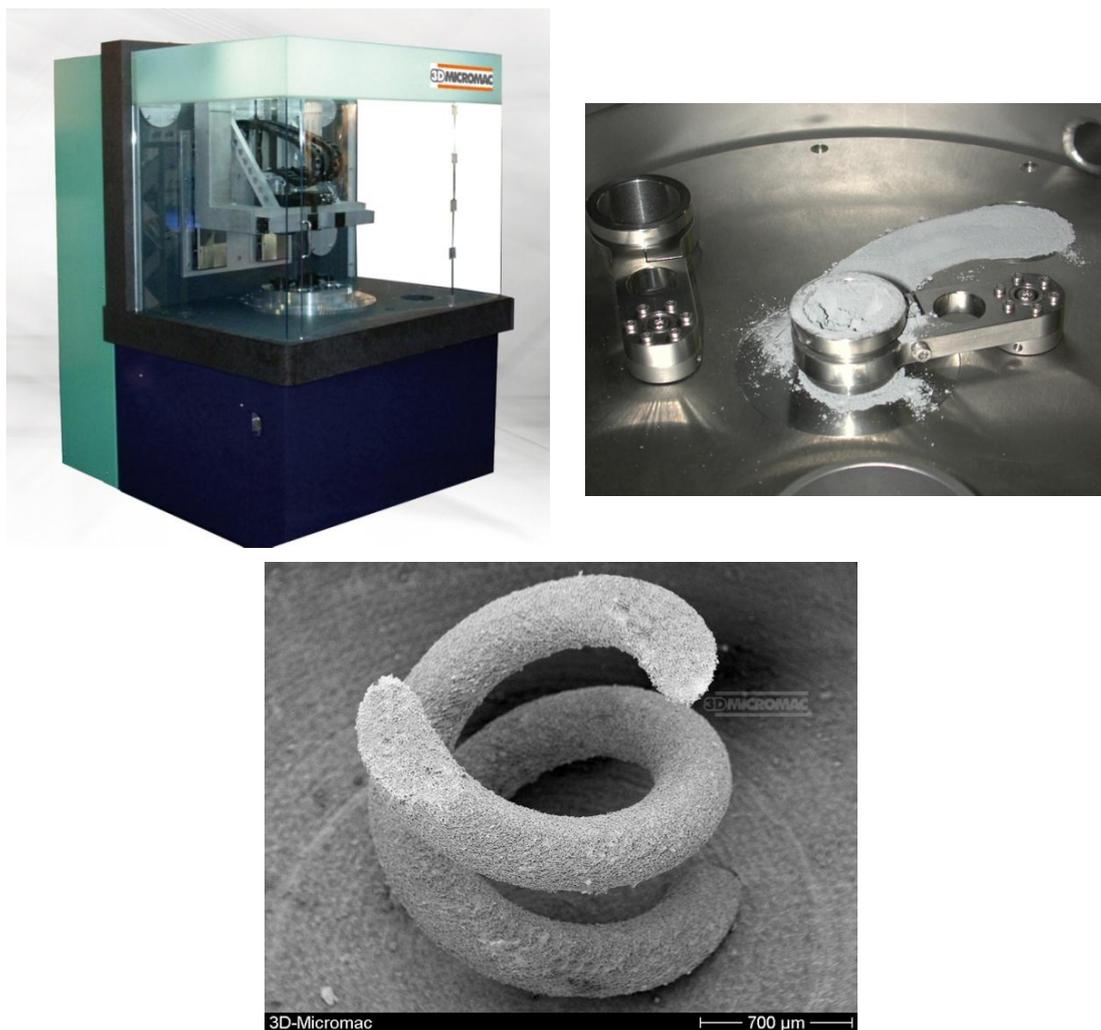


Figure I.19 Image de la machine SLM MicroFORM et exemple de pièce

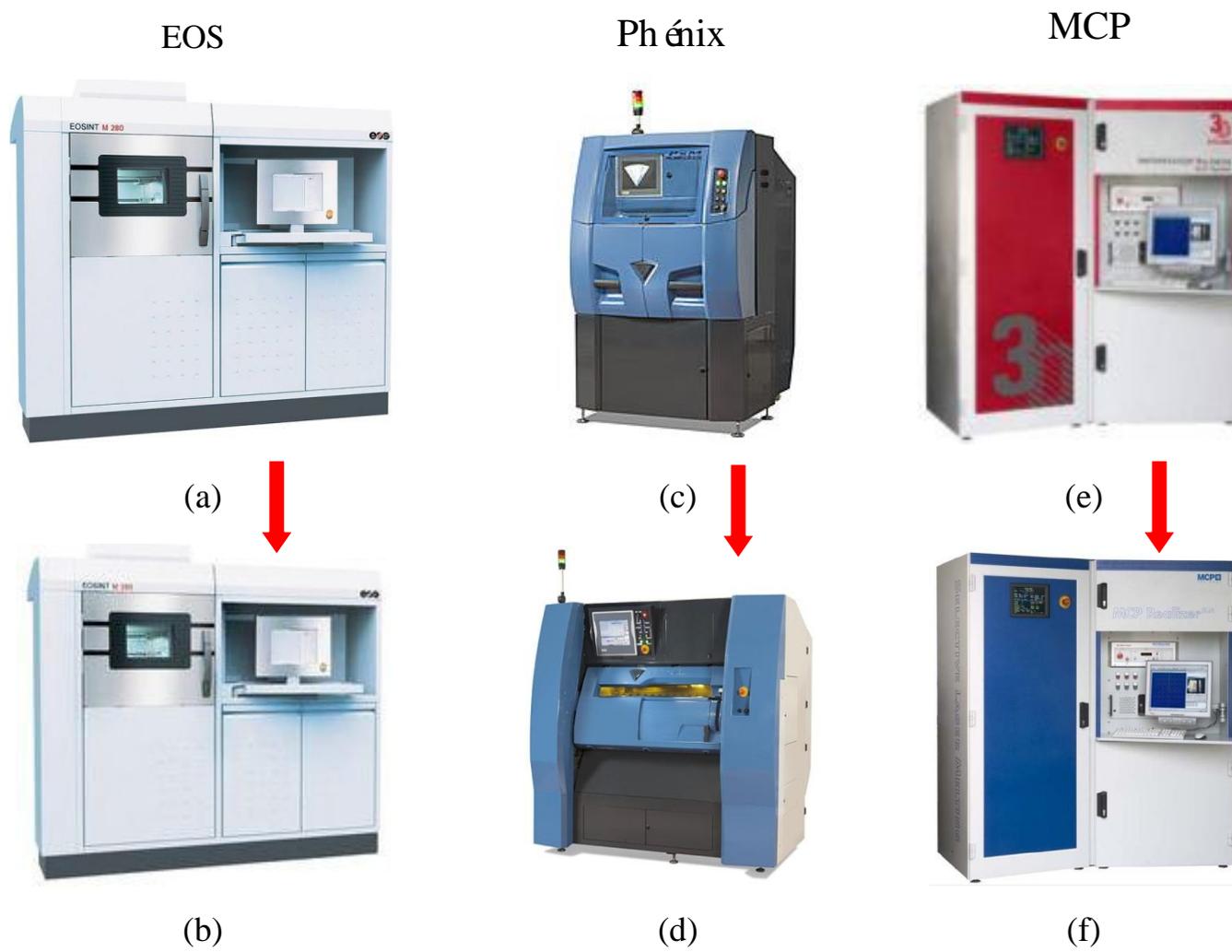


Figure I.20 Evolution des machines SLM fabriquées par EOS, Phenix et MCP

I.4 Les matériaux utilisés en SLM

De nombreux matériaux sont actuellement utilisés en SLM. Ils peuvent être répartis dans quatre catégories: les bases fer, les bases aluminium, les bases cuivre et les bases titane.

I.4.1 Matériaux de structure à base de Fer

Etant donné leurs nombreuses applications industrielles, les alliages à base de fer ont été les premiers matériaux étudiés quand la technique SLM a été inventée. A présent, les alliages à base de Fer qui peuvent être utilisés en SLM incluent les INOX, les aciers ordinaires, les aciers rapides [34], les alliages Fer-Nickel [35], etc. Les pièces élaborées par SLM avec des poudres d'alliages à base fer présentent une faible porosité à cause de la bonne mouillabilité du fer. Les caractéristiques mécaniques des alliages fabriqués par SLM, après optimisation des paramètres, peuvent être meilleures que celles des alliages fabriqués par les méthodes traditionnelles. En raison de la particularité du processus SLM, le niveau de dureté ne peut pas être le même que celui obtenu avec les méthodes classiques de traitement thermique [29]. Par ailleurs la porosité la dureté et les caractéristiques mécaniques des alliages à base de fer dépendent de la teneur en carbone. Une haute teneur en carbone peut augmenter le taux d'absorption du rayonnement laser ainsi que la mouillabilité comme montré dans les figures I.21, 22, 23.

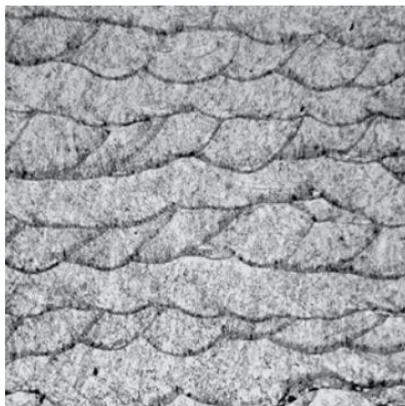
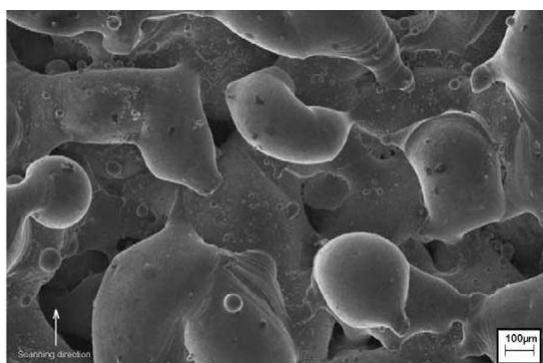
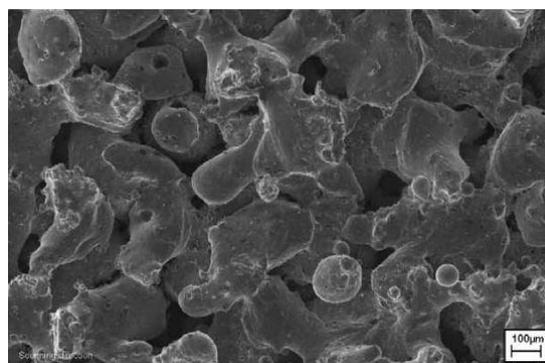


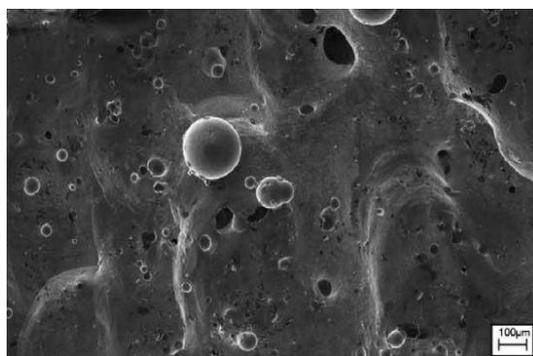
Figure I. 21 Microstructure d'un alliage à base fer fabriqué par SLM [36]



(a) Fer

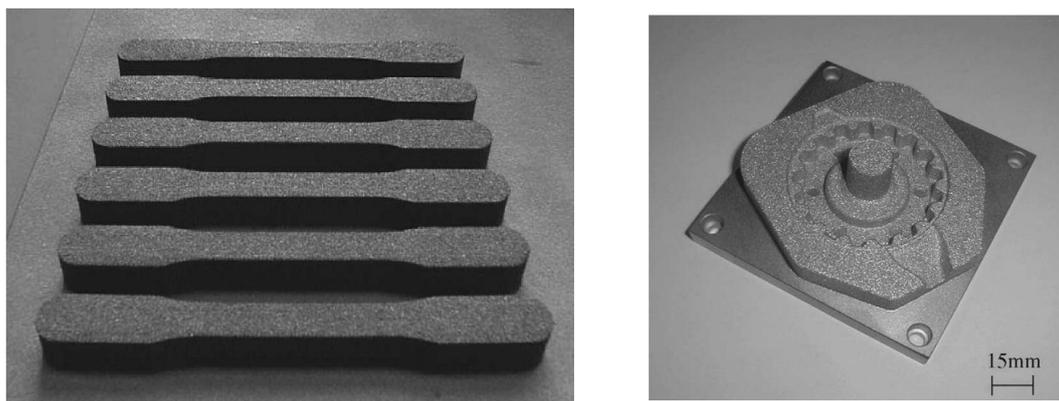


(b) Fer-0.8wt% carbone



Fer-1.6wt% carbone

Figure I.22 Image MEB montrant l'évolution de la qualité de surface en fonction de la teneur en carbone de l'alliage [36]



(a)

(b)

Figure I.23 (a) Echantillons de traction en fer SLM; (b) moule de roue dentée en fer SLM [36]

I.4.2 Matériaux à base d'aluminium

Les alliages à base d'aluminium sont largement utilisés dans les industries automobile, aéronautique et mécanique, mais la précision des pièces fabriquées par fonderie ou décolletage est difficile à contrôler. Le coût de production pourrait donc être diminué par la technique SLM car elle permet d'obtenir des petites pièces avec précision sans post-traitement. La combinaison SLM-alliages d'aluminium pourrait particulièrement résoudre les problèmes de fabrication de pièces complexes dans les applications aérospatiales. Cependant cette technique présente encore quelques difficultés comme le faible taux d'absorption du faisceau laser par l'aluminium, l'affinité élevée du métal pour l'oxygène et la mouillabilité relativement faible de l'aluminium fondu. La qualité de surface d'échantillons est montrée dans la Figure. I.24 (a). Des agglomérats de métal et des pores interconnectés peuvent être observés. La taille des agglomérats se situe entre 200 et 400 μm [37]. La microstructure présente des grains colonnaires

(Figure. I.24 (b)) avec une largeur moyenne de grain de 4 μm . Un exemple de pièce fabriquée par SLM est montré dans la figure I.25.

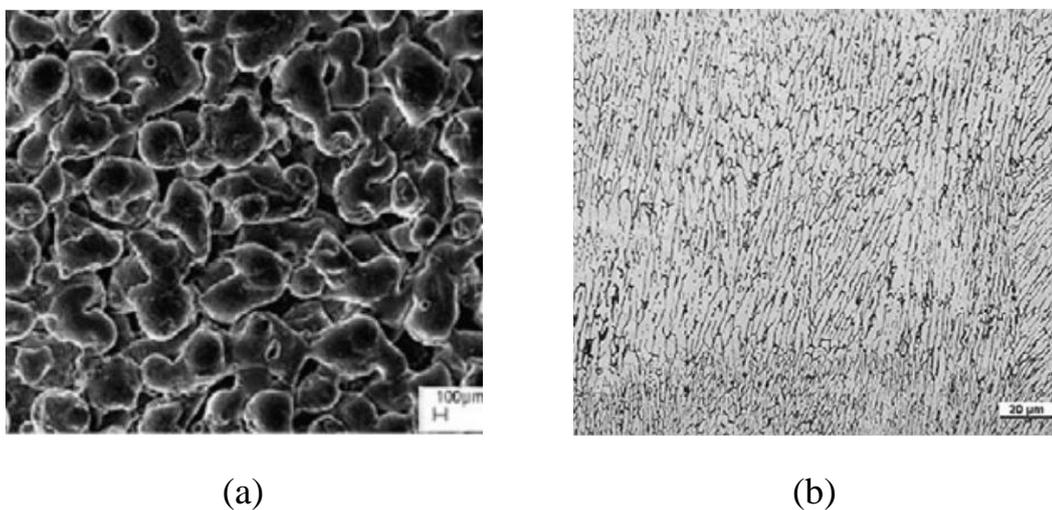


Figure. I.24 (a) Morphologies de surface d'éprouvettes en aluminium frittées par laser; (b) Micrographie optique montrant la microstructure [37]



Figure I.25 Ventilateur en aluminium réalisé par SLM. [28]

I.4.3 Alliages à base de cuivre

Les matériaux à base de cuivre sont attrayants en raison de la bonne conductivité thermique et conductivité électrique de cet élément. La faisabilité de la production de pièces métalliques à base de Cu par SLM a été démontrée pour des alliages tels que Cu-Sn, bronze et Cu-H13 [38, 39]. Toutefois les contraintes résiduelles sont difficiles à surmonter et les pièces disposent généralement d'une densité relative assez faible (70-80%). Les pièces poreuses doivent alors être densifiées, par frittage complémentaire ou par infiltration. L'avantage de l'infiltration est un faible retrait et des caractéristiques de précision plus élevées comparé au frittage. Les résines époxy sont souvent utilisées comme matière d'infiltration en raison d'un bon mouillage pour les matériaux métalliques.

I.4.4 Matériaux à base de titane pour applications médicales

Les matériaux utilisés en dentisterie ou pour des dispositifs implantables dans l'os doivent posséder des propriétés mécaniques et physico-chimiques permettant d'atteindre un haut degré de biocompatibilité et de bio-fonctionnalité. Le titane et ses alliages sont de ce fait largement utilisés pour les implants orthopédiques et dentaires parce qu'ils possèdent une faible densité, de bonnes propriétés mécaniques (module d'élasticité, la dureté et résistance à la fatigue) et une bonne inertie biologique et chimique. Par ailleurs, la surface de TiO_2 offre un substrat idéal pour la formation de cristaux de phosphate de calcium, à travers des processus spécifiques d'échange chimique avec les constituants des fluides corporels [40]. Bien que les alliages

disposent de propriétés physiques et mécaniques supérieures, le titane commercialement pur est universellement considéré comme le matériau de choix dans l'implantologie dentaire, en raison de sa résistance exceptionnelle à la corrosion et de sa biocompatibilité [41]. Jusqu'à récemment, les implants ont été produits à partir de tiges en titane usinées. Différents traitements de surface ou des revêtements sont ensuite appliqués pour améliorer la stabilité et l'ostéointégration. Au cours des dernières années le développement de la technique SLM a sensiblement élargi le champ d'application des alliages de titane car les implants peuvent alors être produits plus économiquement que par les techniques traditionnelles. En effet, la technique SLM offre de grands avantages dans le domaine des biomatériaux, en particulier dans l'implantologie dentaire, en raison de sa capacité à construire directement en trois dimensions (3D) des composants métalliques avec peu ou pas de processus de post-traitement, comme montré dans la Figure I. 26.

La formation de grains colonnaires le long de la direction de construction peut être observée à la fois à la surface (Figure I.27 (a)) et dans le cœur de l'échantillon (Figure I.27 (b)). Ceci est typique de l'alliage Ti-6Al-4V et se trouve déterminé par le refroidissement directionnel et par l'écart relativement important entre les liquides et le solidus de l'alliage. Ce dernier définit la solidification de l'alliage qui a tendance à s'initier sur les solides existants (la couche précédente) plutôt que de former de nouveaux germes [42].



Figure I.26 Mod ěle physique 3D construit en TA6V [41]

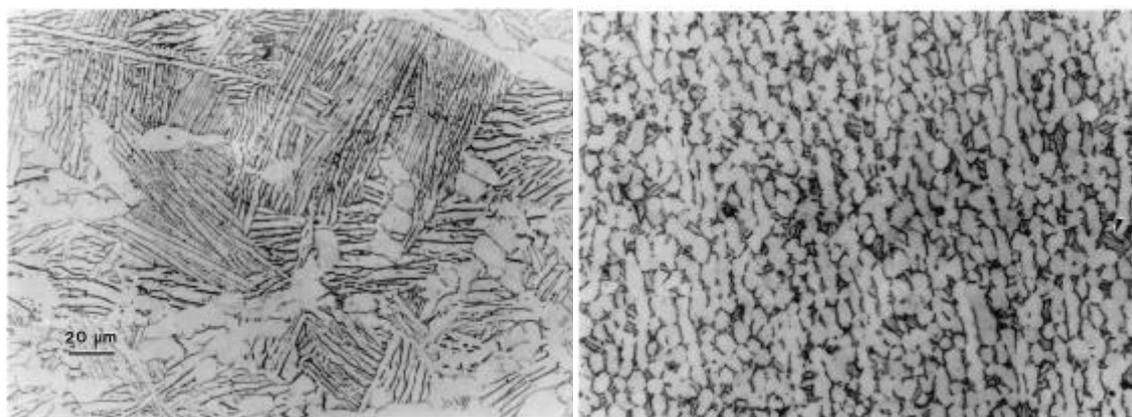


Figure I.27 Micrographies d'un ěchantillon de TA6V SLM [42]

Références bibliographiques du chapitre I

- [1] <http://en.wikipedia.org/wiki/Laser>
- [2] http://en.wikipedia.org/wiki/Rapid_Prototype_Manufacture
- [3] T.T. Wohlers, Rapid Prototyping & Manufacturing State of the Industry; Annual Worldwide Progress Report. Wohlers Associates, 2005.
- [4] http://fr.wikipedia.org/wiki/Prototypage_rapide
- [5] Charles W. Hull, U.S. Patent 4, 575, 330, 1986
- [6] Ø. Bjørke, How to Make Stereolithography into a Practical Tool for Tool Production, CIRP, 40(1991) 175.
- [7] Company set up for stereolithography, Computer-Aided Design, 19 (1987) 223
- [8] <http://rpworld.net/cms/index.php/additive-manufacturing/rp-rapid-prototyping/sla-stereo-lithography-apparatus.html>
- [9] Iwan Zein, Dietmar W. Hutmacher, Kim Cheng Tan, Swee Hin Teoh, Fused deposition modeling of novel scaffold architectures for tissue engineering applications, Biomaterials, 23 (2002) 1169.
- [10] <http://www.xpress3d.com/FDM.aspx>
- [11] J. Mazumder, J. Koch, K. Nagarathnam, J. Choi, Rapid manufacturing by laser aided direct deposition of metals, Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials Part, 15 (1996) 107.
- [12] Haiou Zhang, Jipeng Xu, Guilan Wang, Fundamental study on plasma deposition manufacturing, Sur Coat Tech, 171 (2002) 112.

- [13] <http://www.twi.co.uk/technical-knowledge/published-papers/manufacturing-with-lasers-developments-and-opportunities-july-2004/>
- [14] Gangxian Zhu, Dichen Li, Anfeng Zhang, Gang Pi, Yiping Tang. The influence of laser and powder defocusing characteristics on the surface quality in laser direct metal deposition, *Optics & Laser Technology*, 44 (2012) 349.
- [15] <http://www.custompartnet.com/wu/selective-laser-sintering>
- [16] www.3dsystem.com
- [17] W. Meiners, Direktes Selektives Laser sintern einkomponentiger metallischer Werkstoffe, dissertation RWTH, Aachen, 32 (1999)
- [18] www.eos-gmbh.de
- [19] Dongdong Gu, Yifu Shen, Shangqing Fang, Jun Xiao, Metallurgical mechanisms in direct laser sintering of Cu–CuSn–CuP mixed powder, *All. and Comp*, 438 (2007) 184.
- [20] Dongdong Gu, Yifu Shen, Effects of dispersion technique and component ratio on densification and microstructure of multi-component Cu-based metal powder in direct laser sintering, *Mat. Pro. Tech*, 182 (2007) 564.
- [21] D.D. Gu, Y.F. Shen, Influence of Phosphorus Element on Direct Laser Sintering of Multicomponent Cu-Based Metal Powder, *Met and Mater Tran B*, 378 (2006) 969.
- [22] Dongdong Gu, Yifu Shen, Zhijian Lu, Microstructural characteristics and formation mechanism of direct laser-sintered Cu-based alloys reinforced with Ni particles, *Mater. Des*, 30 (2009) 2099.

- [23] Ruidi Li, Yusheng Shi, Zhigang Wang, Li Wang, Jinhui Liu, Wei Jiang, Densification behavior of gas and water atomized 316L stainless steel powder during selective laser melting, *App Surf Sci*, 256 (2010) 4350.
- [24] J.P. Kruth, L. Froyen, J. Van Vaerenbergh, P. Mercelis, M. Rombouts, B. Lauwers, Selective laser melting of iron-based powder, *Mat. Pro. Tech*, 149 (2004) 616.
- [25] Yan Wang, Yifu Shen, Zhiyang Wang, Jialin Yang, Ning Liu, Wenrong Huang, Development of highly porous titanium scaffolds by selective laser melting, *Mat Lett*, 64 (2010) 674.
- [26] Baicheng Zhang, Hanlin Liao, Christian Coddet, Effects of processing parameters on properties of selective laser melting Mg-9%Al powder mixture, *Mat. Des*, 34 (2012) 753.
- [27] K. Deepak, K. Pattanaya, A. Fukuda, T. Matsushita, M. Takemoto, Bioactive Ti metal analogous to human cancellous bone: Fabrication by selective laser melting and chemical treatments, *Acta. Bio*, 7 (2011) 1398.
- [28] <http://www.micromanu.com/library/1/MCP%20Rapid%20Tooling.pdf>
- [29] MCP Realizer SLM Manual e1104
- [30] I. Yadroitsev, A. Gusarov, I. Yadroitsava, I. Smurov, Single track formation in selective laser melting of metal powders, *J. Mater. Pro. Tech*, 210 (2010) 1624.
- [31] http://en.wikipedia.org/wiki/File:Selective_laser_melting_system_schematic.jpg
- [32] <http://www.3d-micromac.com/microFORM-en.html>
- [33] <http://www.eos.info/en/news-events/press-material/images-systems.html>
- [34] H.J. Niu, I.T.H. Chang, Liquid phase sintering of M3/2 high speed steel by

- selective laser sintering, *Scripta Mater*, 39 (1998) 67
- [35] Baicheng Zhang, Nour-Eddine Fenineche, Lin Zhu, Hanlin Liao, Christian Coddet, Studies of magnetic properties of permalloy (Fe–30%Ni) prepared by SLM technology, *J. Mag. Mag Mater*, 324 (2012) 495.
- [36] A. Simchi, H. Pohl, Direct laser sintering of iron–graphite powder mixture, *Mater Sci, Eng A*, 383 (2004) 191.
- [37] A. Simchi, D. Godlinski, Effect of SiC particles on the laser sintering of Al–7Si–0.3Mg alloy, *Scri Mater*, 59 (2008) 199.
- [38] O.M. Al-Jamal, S. Hinduja, L. Li, Characteristics of the bond in Cu–H13 tool steel parts fabricated using SLM, *CIRP Annals*, 57 (2008) 239.
- [39] G. Phanikumar, S. Manjini, P. Dutta, J. Mazumder, K. Chattopadhyay, Characterization of a Continuous CO₂ Laser-welded Fe–Cu Dissimilar Couple, *Meta Mater Trans A*, 36(A) (2005) 2137.
- [40] J.E. Ellingsen, Surface configuration of dental implants. *Periodontol* 2000, 17 (1998) 36.
- [41] N. Sykaras, A.M. Iacopino, V.A. Marker, R.G. Triplett, R.D. Woody, Implant materials, design and surface topographies: their effect on osseointegration. A literature review. *Int. J. Oral. Maxillofac. Implants* ,15 (2000) 675.
- [42] T. Traini, C. Mangano, R.L. Sammons, F. Mangano, A. Macchi, A. Piattelli, Direct laser metal sintering as a new approach to fabrication of an isoelastic functionally graded material for manufacture of porous titanium dental implants, *Dental Mater*, 24 (2008) 1525.

Chapitre II

Développement des moyens expérimentaux et Matériaux

CHAPITRE II Matériaux et Equipements Expérimentaux

Ce deuxième chapitre est divisé en trois parties. Tout d'abord, le processus de mise sous vide du système de fusion sélective par laser est présenté. Dans un deuxième temps, nous présentons les méthodes de mesure et les techniques de caractérisation des propriétés des éprouvettes élaborées. Enfin, la troisième partie présente les morphologies et les distributions granulométriques des poudres utilisées par la suite.

II.1 Mise sous vide de la machine SLM

II.1.1 Introduction

Mise à part l'influence des quantités de pièces à fabriquer (production en petite ou grande série), le coût d'utilisation des différents procédés de fabrication des pièces est directement lié à la complexité des équipements, correspondant à un investissement (prix d'équipement, main d'œuvre qualifiée, maintenance) auquel il faut ajouter le prix des consommables (gaz, poudres, etc.).

D'un point de vue technologique, le procédé de fusion sélective par laser sous faible pression résiduelle se distingue du procédé SLM atmosphérique principalement par la complexité de l'équipement nécessaire. L'élément indispensable est la chambre de travail qui doit être étanche. Différents équipements comme des systèmes de pompage, de refroidissement, de régulation de pression, d'alimentation en courant électrique, de pilotage et de contrôle, et aussi de filtration, de ventilation, etc. doivent y être associés.

En fait, les installations standard actuelles ne sont pas adaptées pour une utilisation à très faible pression, ce qui rend difficile les essais en atmosphère raréfiée dans les installations conventionnelles.

Dans ce chapitre, nous allons donc présenter l'ensemble des travaux de conception et de réalisation effectués dans la première phase de cette étude à caractère technologique. Les paramètres du système SLM commercial ; les travaux de transfert des ensembles du système sous vide ; les paramètres de mise en œuvre de la machine SLM sous vide seront également abordés.

II.1.2 Le système SLM original

La machine SLM Realizer II 250 développée par MCP permet de fabriquer des composants métalliques couche - par - couche directement à partir de données CAO 3D. Ce procédé permet la production de géométries complexes quasiment sans limitation de forme. Le matériau de départ utilisé dans le procédé SLM est une poudre qui est déposée en couches minces (environ 50 µm) sur une plaque support. La poudre est alors localement fondue par le balayage d'un faisceau laser selon le modèle CAD sous une atmosphère plus ou moins inerte (voir Figure. II.1).

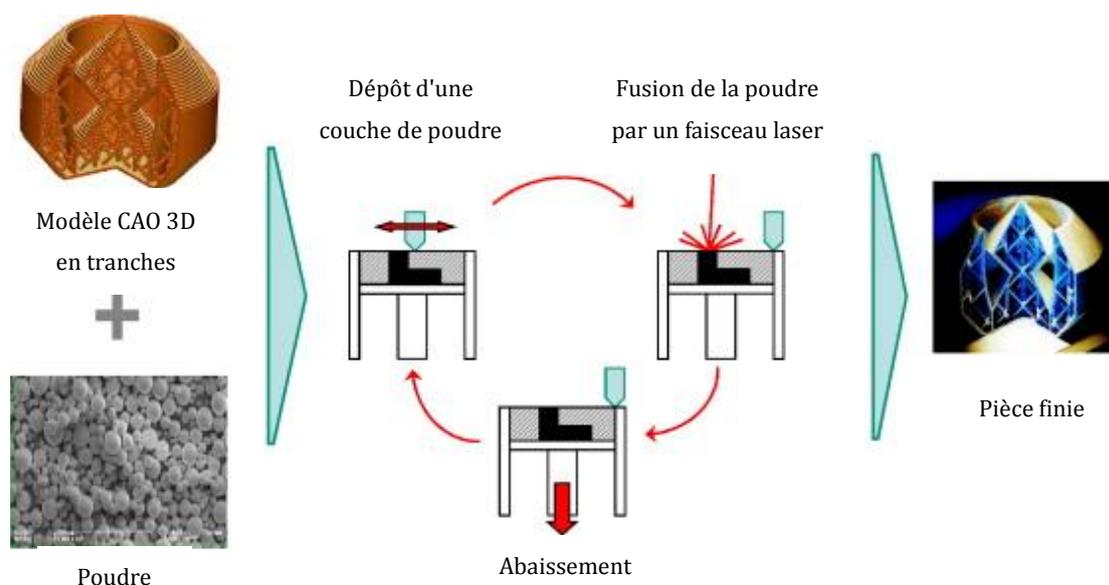


Figure II.1 Représentation schématique du processus SLM [1]

Après chaque étape de balayage, la plaque support est abaissée d'une épaisseur de couche et une nouvelle couche de poudre est déposée au-dessus de la précédente. Cette couche est alors sélectivement fondue et métallurgiquement liée à la couche en dessous. Le sens du balayage est alterné après chaque couche afin de limiter les imperfections qui peuvent se produire pendant le processus de fusion. Par conséquent la pièce est construite par de nombreuses couches. L'utilisation de poudres de granulométrie adaptée et la fusion complète permettent d'obtenir une densité proche de 100% de la valeur théorique.

La machine Realizer II 250, MCP Ltd, possède une chambre de travail fermée. Du gaz argon est soufflé vers la plate-forme de construction pour maintenir le niveau d'O₂ en dessous de 0,9% avant le début du processus de fusion locale. La machine MCP Realizer II SLM 250 dispose d'une stratégie de balayage pour chaque couche qui commence dans le coin inférieur gauche de la pièce, comme schématisé sur la Figure

II.2. Ce schéma montre également la définition de l'espacement des lignes de balayage qui a un effet important sur les propriétés de la pièce fabriquée. L'espacement des lignes de balayage a été fixé à $80\ \mu\text{m}$ dans la suite de notre étude.

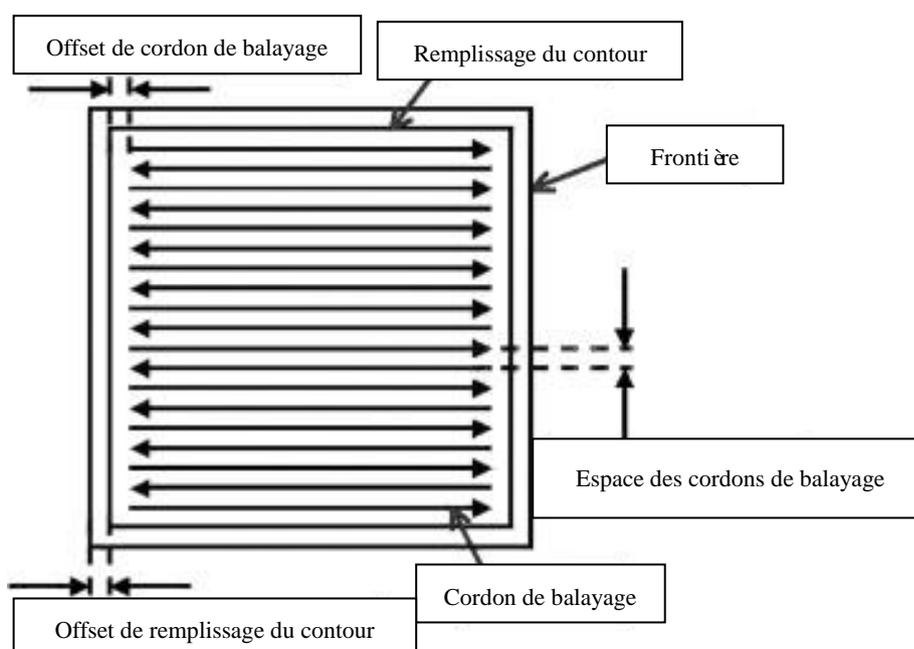


Figure II.2 Stratégie de balayage et définition des espacements.

Le système d'alimentation en poudre de la chambre de travail utilise un tambour entraîné par moteur, comme le montre la Figure II.3. La qualité de poudre utilisée peut être adaptée selon les dimensions de la pièce. La surface maximale est de $250\ \text{mm} \times 250\ \text{mm}$ (X-Y).

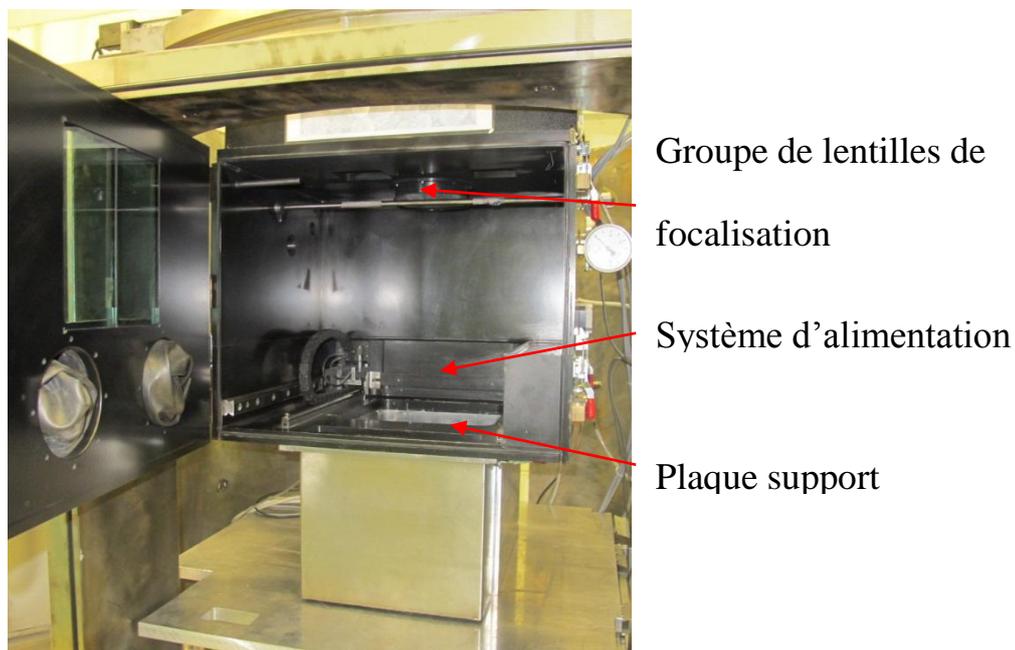


Figure II.3 Photo de la chambre de travail

Le faisceau laser est transporté par fibre optique à partir de la source de laser, comme le montre la Figure II.4. Un dispositif à deux miroirs dont le mouvement est contrôlé par un logiciel selon les données du modèle 3D permet d'assurer le balayage de la surface de travail. Un groupe de lentilles placé au-dessus de la surface de travail assure la focalisation du faisceau sur le plan de travail. Tableau II.1 présente les caractéristiques principales de la machine MCP Realizer II 250.

Tableau II.1 Caractéristiques principales de la machine MCP Realizer II 250 [2]

Zone de fabrication (Maximale)	250 x 250 x 300 mm (X, Y, Z), axe z extensible à 360 mm
Vitesse de construction	5 cm ³ à 20 cm ³ par heure
Vitesse de balayage	Jusqu'à 2000 mm/s
Épaisseur de couche	20 - 100 µm
Diamètre du faisceau laser	50 µm
Puissance du laser	120W max
Dimensions extérieures	1700 x 800 x 2025 mm (L, W, H)
Poids	1100 kg
Fourniture de puissance	230 V 1 PH, 16 A
Matériaux disponibles	INOX 316L and 17-4PH, H13 tool steel, aluminum Al-Si-12, titanium CP, Ti-6Al-4V and Ti-6Al-7Nb, cobalt-chrome (ASTM75), Inconel 718 and 625

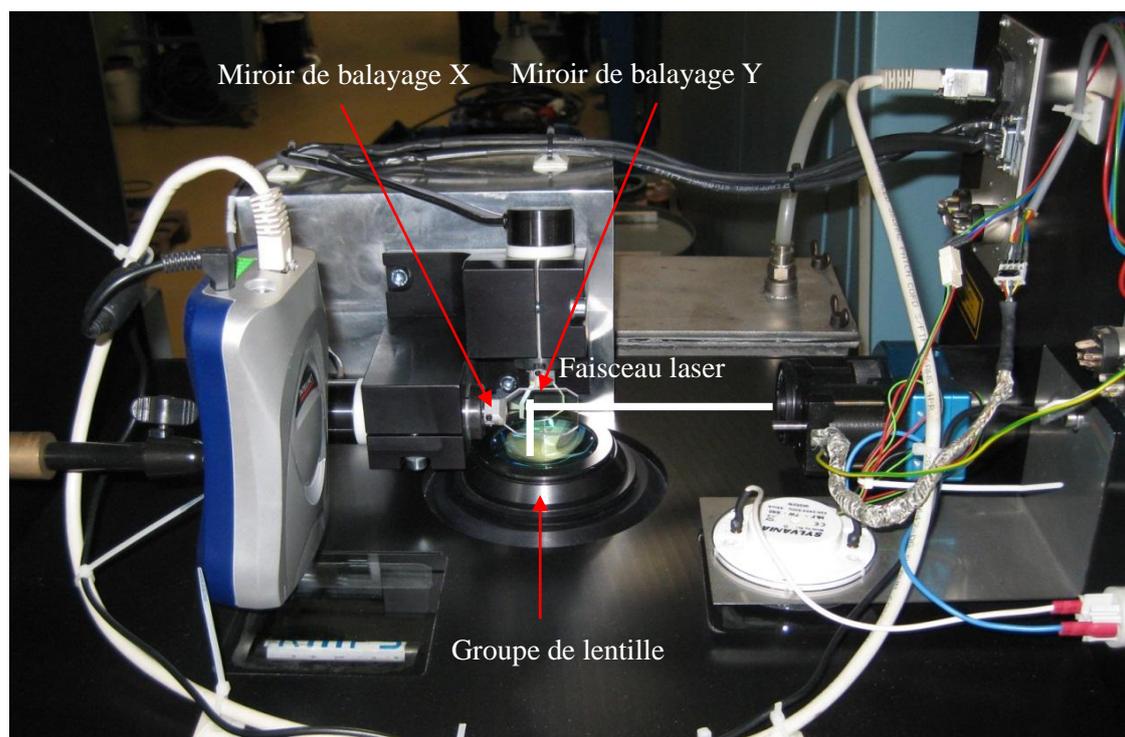


Figure II.4 Système optique de la machine MCP Realizer II 250

II.1.3 Enceinte à vide et systèmes d'asservissement

Au départ de ce travail, une enceinte à vide utilisée originellement pour une application PVD arc a été ééhabillée afin d'accueillir la machine SLM. La figure II.5 montre l'aspect de l'enceinte de vide originelle. Cette enceinte est une chambre étanche de forme cylindrique avec un diamètre intérieur Φ 1200 mm pour un volume de 1.4 m³. Elle est équipée de trois petits ports (anciennement cibles de l'arc) et d'un grand port pour le service. Une bride latérale de diamètre Φ 320 mm est disponible pour la liaison à un système de pompage. Afin d'installer la machine SLM dans l'enceinte, tous ses éléments (table, câbles, système de refroidissement, optique) ont

été déassemblés. Un tuyau de diamètre Φ 320 mm, longueur 1000 mm comportant trois brides latérales de diamètre Φ 100 mm a été conçu fabriqué et fixé au fond de l'enceinte afin d'accueillir l'axe Z de la machine SLM 250. Deux hublots transparents permettent l'observation de l'intérieur de l'enceinte. Le système de contrôle d'atmosphère d'origine a été conservé et donc les atmosphères conventionnelles (argon, azote) peuvent être aussi utilisées avec la nouvelle installation en condition de pression atmosphérique.

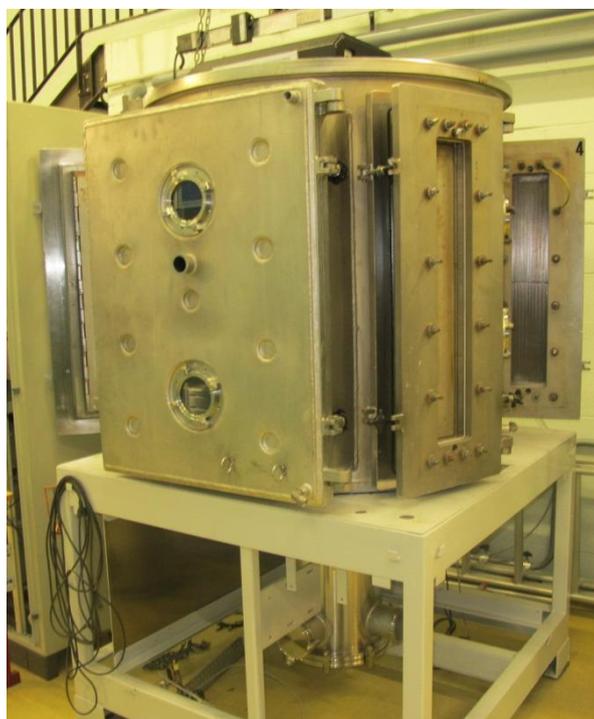


Figure II.5 Chambre disponible au début de l'étude

Afin d'adapter à la chambre la structure du système de déplacement de l'axe Z, certaines parties ont dû être découpées, comme le montrent les parties marquées dans figure II.6. Un calcul de résistance de la structure a bien entendu été effectué auparavant.

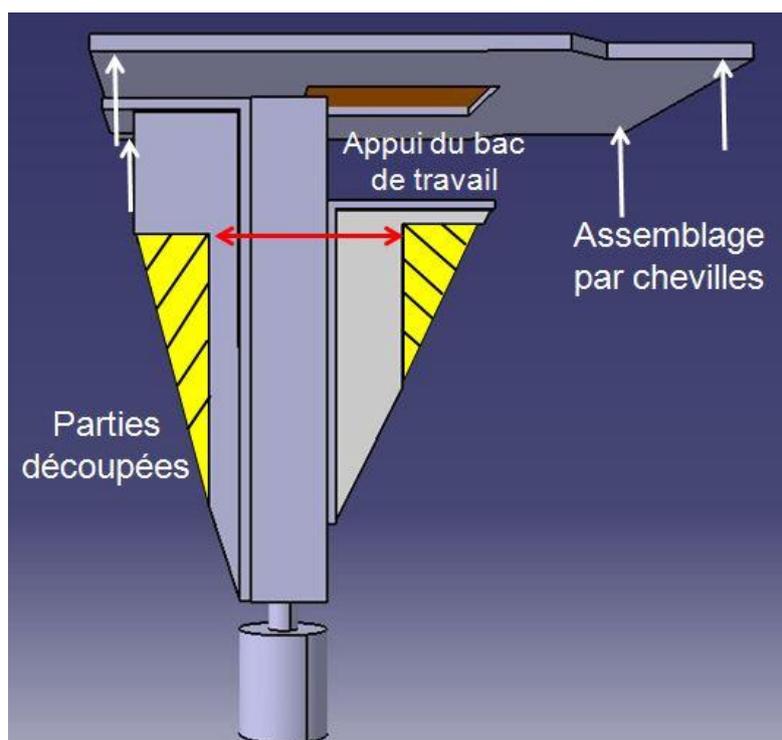


Figure II.6 Schéma d'adaptation du plateau élévateur de la machine SLM dans l'enceinte

Les éléments de la structure ont été dimensionnés à partir d'un calcul de résistance des matériaux et les résultats de la modélisation ont été interprétés à l'aide des logiciels Catia V5R14 et Ansys v12.1. La charge de poudre maximale ($L \times W \times H \times \text{densité de poudre} \times g$) a été évaluée à 617 kg. La déformation du système de transmission sous cette charge est montrée dans la figure II.7. Environ 20 μm de déformation sont attendus après une hauteur de 360 mm de construction (hauteur maximale).

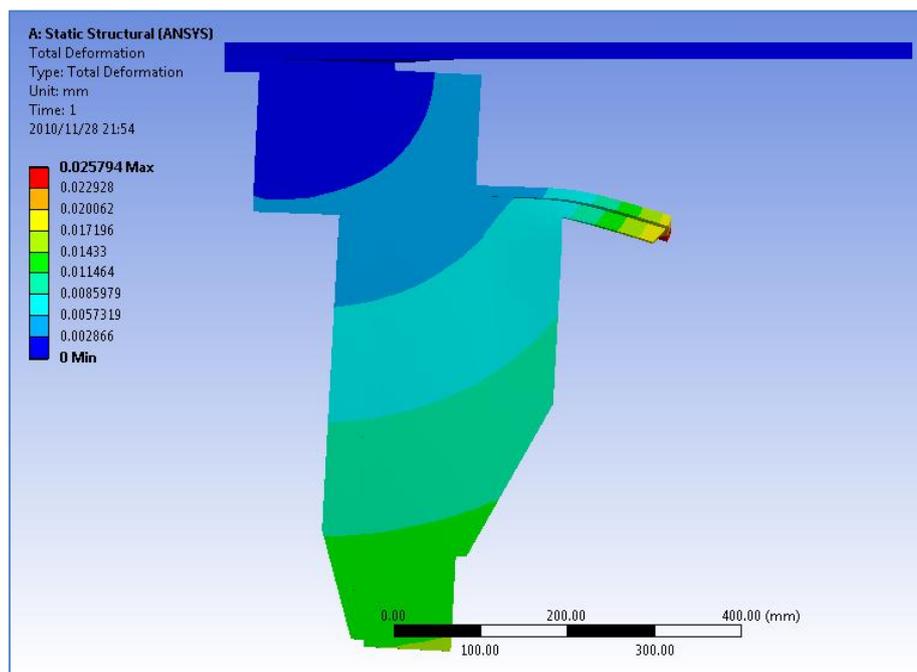


Figure II.7 Modélisation de la déformation du support du plateau de construction sous une charge de poudre de 617 kg.

La stabilité de la machine dans l'enceinte est assurée par des cales de hauteur réglable et un support de plateau tels que présentés dans la Figure II.10.

II.1.4 Processus de mise sous vide de la machine SLM

II.1.4.1 Groupes de pompage et étanchéité de l'enceinte

La figure II.8 présente le schéma du système de pompage et de régulation. Deux passages sont connectés avec le groupe des pompes; ce design est basé sur la vulnérabilité de l'équipement SLM aux changements de pression. De ce fait, la vitesse de pompage sur les lentilles, le scanner, les miroirs et les moteurs est ralentie en phase de pompage primaire par l'utilisation d'une canalisation de faible diamètre.

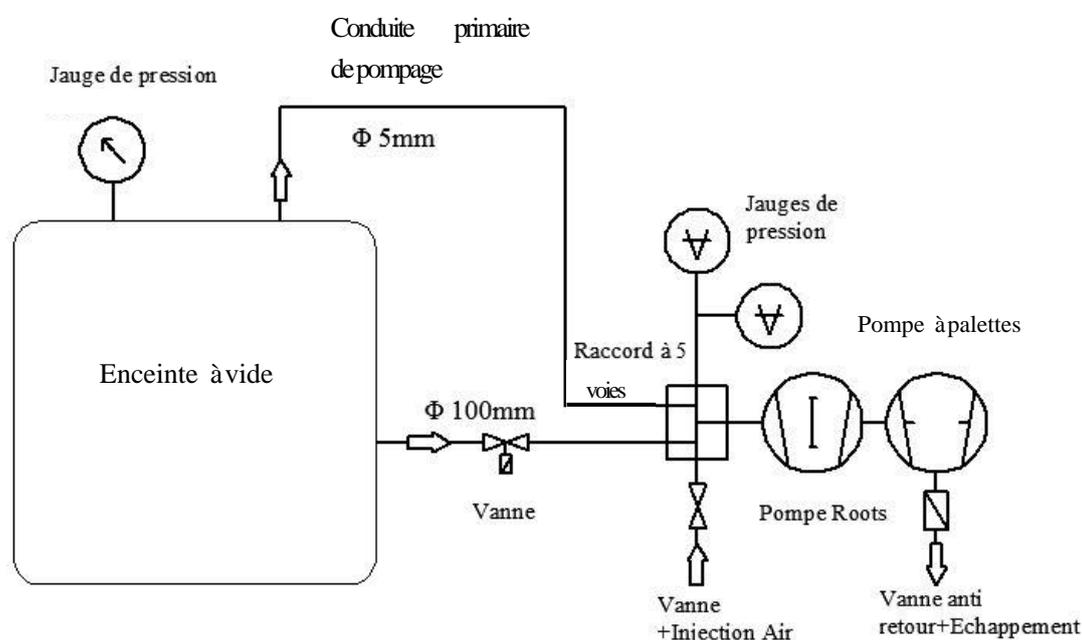


Figure II.8 Schéma du système de pompage et de régulation de la pression

Une vanne à tiroir permet de changer de régime lorsque la pression atteint 1 mbar. Le groupe de pompage est constitué de l'association d'une pompe Roots et d'une pompe à palettes. Cette combinaison permet d'obtenir une pression d'enceinte très faible. Afin de diminuer la pression à 1 mbar lentement, la pompe est d'abord connectée avec un tuyau de faible diamètre ($\Phi 5\text{mm}$). A la suite de la diminution de la pression à 0.9

mbar, la pompe de deuxième étage (pompe Roots) peut être démarrée. En même temps, la vanne à passage de grand diamètre peut être ouverte ($\Phi 100\text{mm}$), ce qui permet de diminuer le temps de mise sous vide.

Le niveau d'étanchéité de l'enceinte sous vide peut être apprécié à partir du graphique de la Figure II.9. Après avoir amené la pression d'enceinte à la valeur minimale, le pompage est coupé. On observe une évolution de la pression de 0.01mbar à 0.1 mbar après trois heures, ce qui représente une performance acceptable compte tenu des nombreuses ouvertures et passages de l'enceinte.

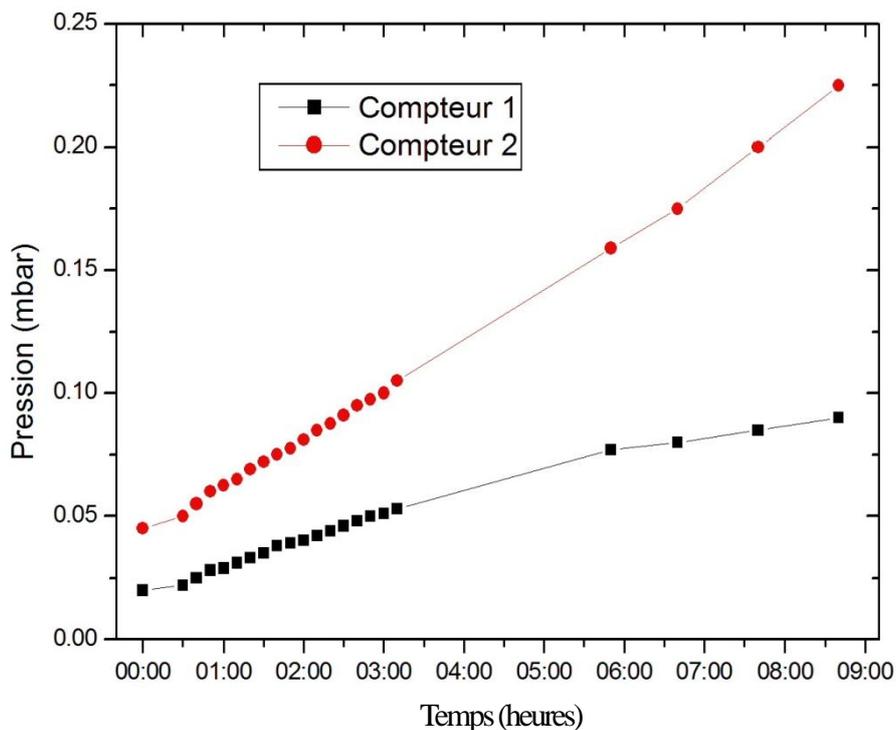


Figure II.9 Changement de pression de l'enceinte à vide après création d'une dépression.

Pour terminer, un mode opératoire a été élaboré répertoriant les étapes précédant la manipulation:

- Vérifier que la vanne d'entrée d'air ou de gaz est fermée
- Installation du substrat et chargement de la poudre
- Vérifier chaque joint de la porte
- Tourner le commutateur de vanne à la position 0, fermer la vanne de la conduite principale, conserver uniquement la conduite de faible diamètre connecté avec la pompe. (Ceci vise à protéger les éléments internes de la machine SLM).
- Ouvrir la pompe à vide à palettes
- Quand le baromètre est descendu à 0.9 mbar, tourner le commutateur de vanne à la position 1 et ouvrir la pompe à vide du deuxième étage (Roots)
- Quand le baromètre électronique indique $1 \cdot 10^{-2}$ mbar, ouvrir l'interrupteur laser et lancer le programme de construction.
- Quand le processus SLM est fini, fermer les pompes à vide, retourner le commutateur de vanne à la position 0 et ouvrir les vannes d'entrée d'air.

II.1.4.2 Conception et travaux d'installation

Les travaux de transformation de la machine SLM pour sa mise sous vide ont été programmés en quatre phases principales :

1. La première phase a concerné la conception de l'ensemble et le design des accessoires nécessaires.
2. Au cours de la deuxième phase, l'enceinte à vide originelle a été préparée et nettoyée.
3. Un tuyau d'adaptation à la dimension de l'axe z de la machine SLM a été commandé chez un sous-traitant. Le plateau support et le niveau de réglage ont été assemblés en interne au LERMPS. Tous les connecteurs de courant ont été installés dans la bride pleine DN320.
4. La quatrième phase à consister à mettre en place le couvercle, le système pompage, puis à connecter les câbles et la fibre du laser.

Il est à noter que l'une des contraintes de travail était que la machine SLM reste opérationnelle en condition atmosphérique pendant les travaux de préparation. La figure II.11 présente l'installation SLM sous vide et des photos des parties principales.

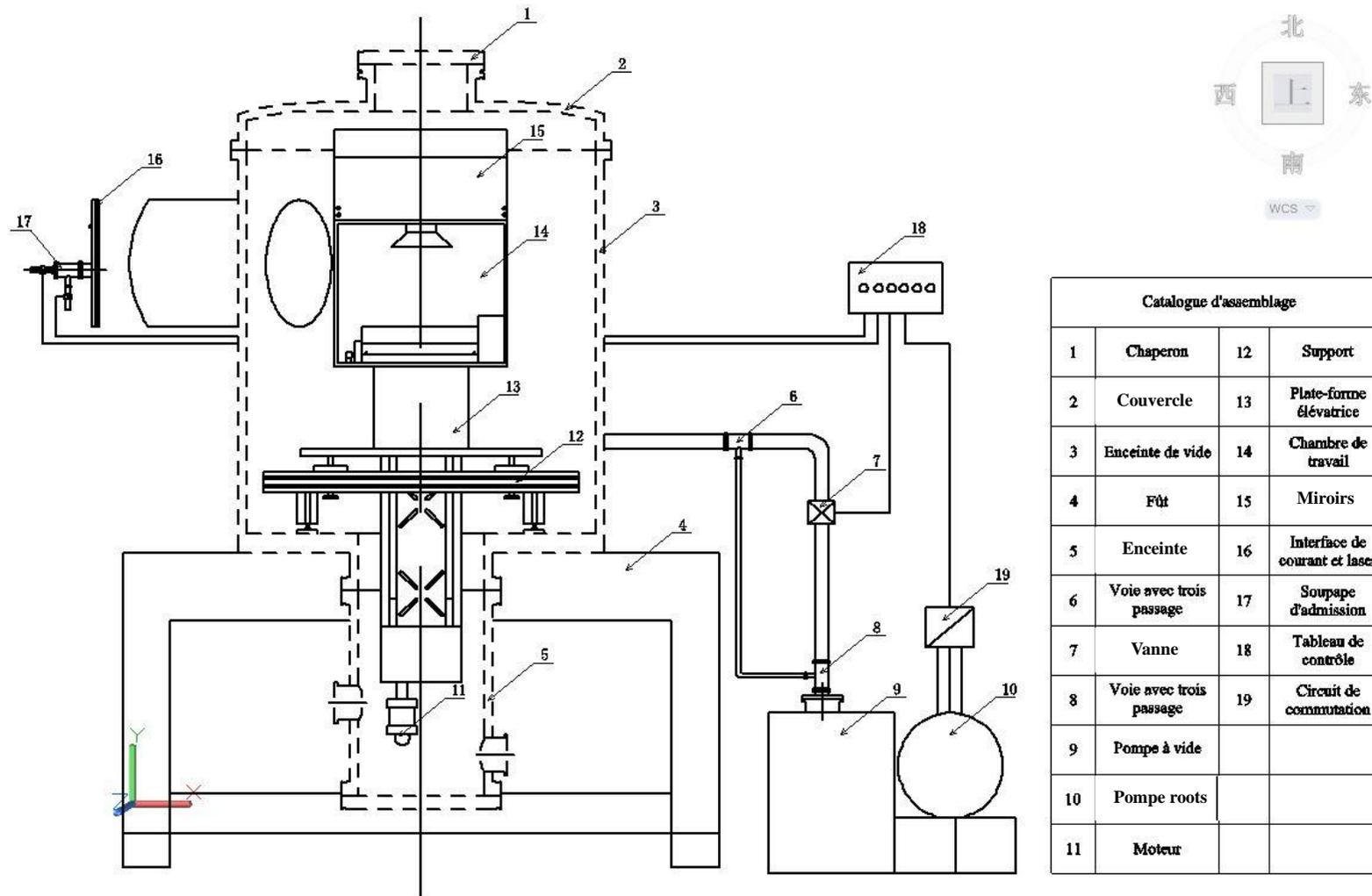


Figure II.10 Schéma de l'installation finale

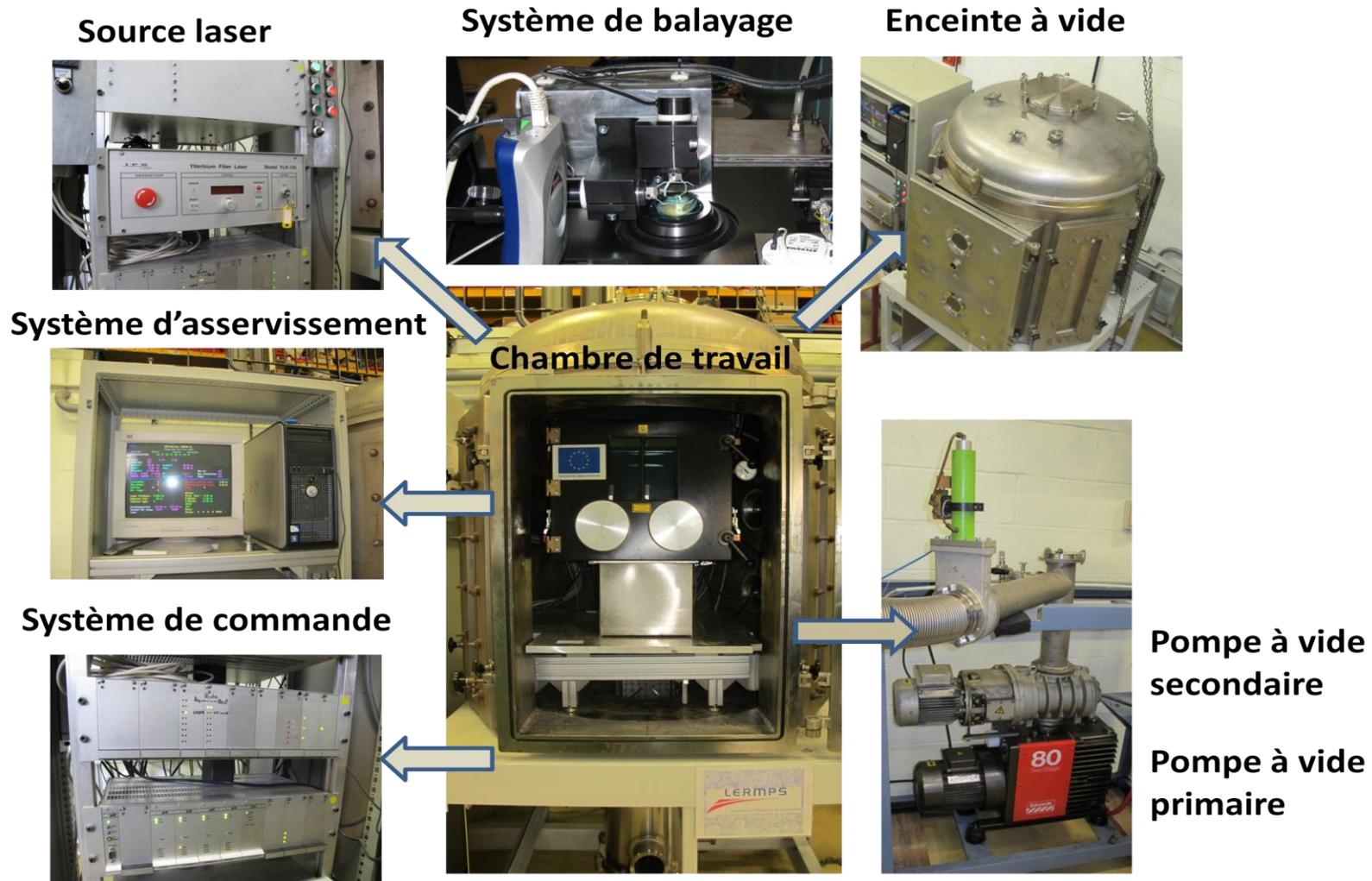


Figure II.11 Installation SLM sous vide.

II.2 Techniques de caractérisation

II.2.1 Observation de la microstructure

Une microscopie optique (MO) (Nikon, Japon) couplé à un appareil photo a été employé pour l'observation primaire des dépôts jusqu'à un grossissement de 600.

En raison de la limitation de grossissement de la MO, les morphologies microstructurales des dépôts et des poudres ont été mieux observées par un microscope électronique à balayage (MEB) de marque JEOL JSM-5800LV (Japon) en électrons secondaires ou rétrodiffusés. Ce MEB est couplé à un détecteur de photons X qui permet l'analyse chimique élémentaire (EDS) de la plupart des éléments de la classification périodique à partir du carbone. Ainsi il est possible de faire des analyses qualitatives ou quantitatives en plein écran, en pointé sur un profil, etc., et de réaliser des cartographies élémentaires.

L'observation optique d'échantillons nécessite un polissage très poussé des surfaces (poli miroir). Au MEB, pour les poudres et les dépôts isolants, il est nécessaire de faire une métallisation préalable à l'or ou une évaporation de carbone (appareil SCD005/CEA035, Baltec).

Les images MEB peuvent donner les caractéristiques microstructurales des échantillons, y compris la section, la fracture, la surface, et la taille des particules de poudre et leur distribution, notamment à partir d'une analyse d'image.

II.2.2 Analyses par diffraction de Rayons X

La diffraction de rayons X (DRX) est une méthode générale d'identification des phases cristallines. Elle donne des informations sur la pureté, la cristallinité et la valeur des paramètres cristallographiques.

Un diffractomètre Bruker AXS D8 Focus (Allemagne), équipé d'un compteur courbe permettant de faire des mesures sous une incidence fixe de 4° a été utilisé pour la caractérisation des dépôts et des poudres. Ce diffractomètre est équipé d'une source de radiation $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$). Dans le cas d'une identification simple des phases, un domaine angulaire de 20 à 80° (en 2θ) a été balayé par pas de $0,02^\circ$.

II.2.3 Analyses granulométriques

Les distributions granulométriques des poudres ont été mesurées par granulométrie laser (MASTERSIZER 2000, Malvern Instruments Ltd., UK). L'appareillage peut mesurer des tailles de particules allant de $0,04$ à $500 \mu\text{m}$. Les mesures sont effectuées en milieu liquide (eau distillée comme dispersant), après désagglomération par ultrasons pendant 30 secondes.

La granulométrie des poudres peut également être estimée à partir d'images MEB. Les poudres doivent alors subir une métallisation à l'or ou au carbone afin de les rendre conductrices électroniques.

II.2.4 Estimation de la porosité

La méthode d'analyse d'image (AI) a été utilisée pour estimer le taux de porosité des dépôts à partir du logiciel Scion Image (NIH, Bethesda, MD), décrit en détail par Zhang et al. [3,4].

II.2.5 Rugosité et profil de surface

Le profilomètre 3D est un appareil de mesure de rugosité et topographie à balayage. Le capteur mesure l'altitude d'un point de l'échantillon à un instant donné et la platine sur laquelle il est positionné permet de déplacer l'objet à étudier pour palper complètement la zone de mesure.

Dans cette étude les dépôts réalisés ont été caractérisés par leur rugosité arithmétique moyenne (R_a) eu utilisant un testeur Altisurf 500 produit par Altimet.

II.2.6 Microdureté Vickers et indentation

La dureté est un paramètre permettant de caractériser les matériaux. Il existe plusieurs manières de déterminer la dureté d'un matériau dont certaines font l'objet de normes précises [5], par exemple, dureté de Mohs, de Brinell, de Vickers, de Knoop, de Rockwell B et C, etc. Pour les films ou les dépôts minces, les méthodes de dureté Vickers et Knoop, ou la nano-indentation sont fréquemment utilisées.

La dureté Vickers est caractérisée par l’empreinte faite par un indenter sous une charge donnée durant 15 secondes. L’indenter est formé d’une pyramide en diamant à base carrée dont les faces opposées font un angle de 136°, comme indiqué dans la Figure II.12. La dureté Vickers (HV) est calculée à l’aide de la formule suivante:

$$1 \quad HV = \frac{2F \cdot \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{g \cdot d^2} \quad (\text{Eq. II.1})$$

Où F est la charge appliquée (N), d est une moyenne des diagonales de l’empreinte (mm), g = l’accélération terrestre. (9.80665 m/s²). Cette méthode est appliquée principalement aux matériaux métalliques, mais peut l’être également aux céramiques avec de très faibles charges.

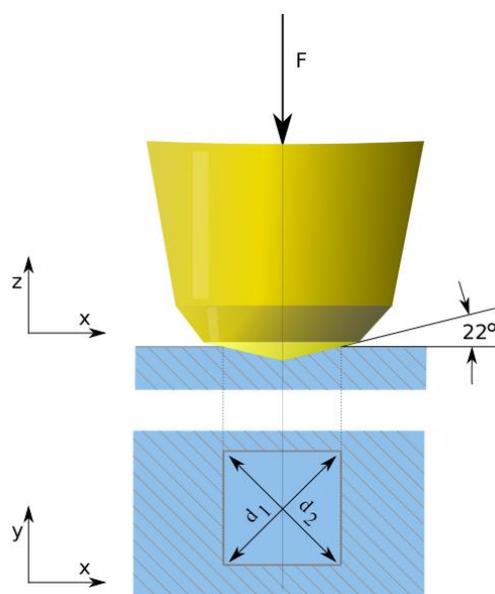


Figure II.12. Principe de la dureté Vickers.

Dans la présente étude la microdureté a été mesurée en utilisant un testeur de microdureté Vickers (Leitz, Allemagne). Des charges de 50 à 300 grammes et une durée de 15 secondes ont été sélectionnés pour tous les échantillons. Premièrement, dix indentations, au moins, ont été faites au hasard. Ensuite les deux diagonales d_1 et d_2 pour chaque indentation ont été mesurées par microscopie optique et la valeur moyenne de longueur des diagonales a été appliquée au calcul de la dureté. Finalement, une valeur de dureté moyenne a été retenue pour la caractérisation des échantillons.

II.2.7 Caractéristique mécanique

Des éprouvettes d'essai de traction ont été construites sur la plate-forme avec la forme d'os de chien proposée par l'ISO 6892-1:2009 (Figure II. 13) [6]. Une machine LLOYD Instruments Corp. LR 50K a été utilisée pour mesurer les propriétés mécaniques. La vitesse de traction a été fixée à 2 mm/min.



Figure II.13 Photo d'une éprouvette de traction standard réalisée par SLM (A); photo de machine d'essai LLOYD. Instruments Corp. LR 50K (B)

II.2.8 Caractéristique magnétique

Les mesures des propriétés magnétiques ont été réalisées à l'aide d'un appareil Bull hysteresimeter M 2000/2010 qui a permis de mesurer la coercivité et l'aimantation à

saturation. Tous les échantillons ont été découpés en tranches puis ces tranches ont été dénaigrées pour obtenir une épaisseur de 1 mm. Trois tranches de différentes parties (au milieu et sur les côtés) pour chaque échantillon ont été utilisées pour les mesures et les résultats ont été exprimés à l'aide d'une valeur moyenne.

II.2.9 Caractéristiques thermodynamiques

Le comportement de transformation de phase a été étudié à l'aide d'un calorimètre différentiel à balayage de type DSC-Q10 (société TA, USA) équipé d'un système de chauffage et de refroidissement de 10 °C / min de -150 °C à 150 °C.

II.3 Poudres utilisées

Quatre poudres principales ont été utilisées dans cette étude : INOX 316L, TA6V, Fe pur et Ti pur. Des poudres de magnésium et d'aluminium ont également été mises en œuvre ainsi qu'une poudre de nickel.

La poudre d'INOX (316L) est une poudre fabriquée par la technologie d'atomisation au gaz en interne au LERMPS, présentant une taille moyenne de particules de 18 µm.

La figure II.14 (a) présente la morphologie des particules. La distribution granulométrique de la poudre est donnée par la Figure II.14 (b). La composition est donnée dans le Tableau II.2.

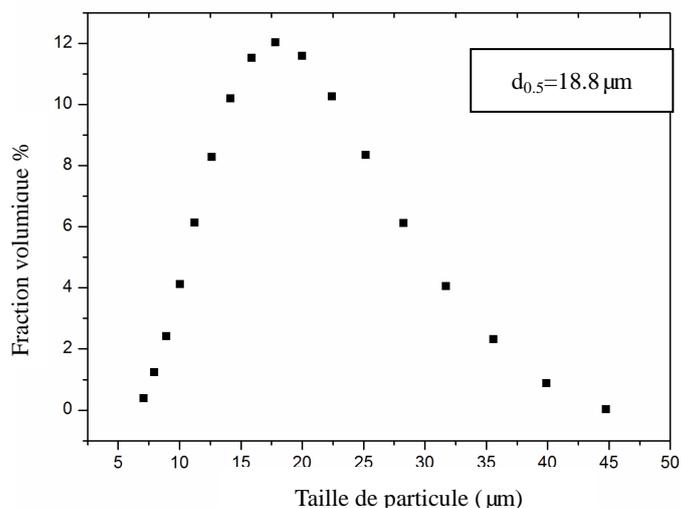
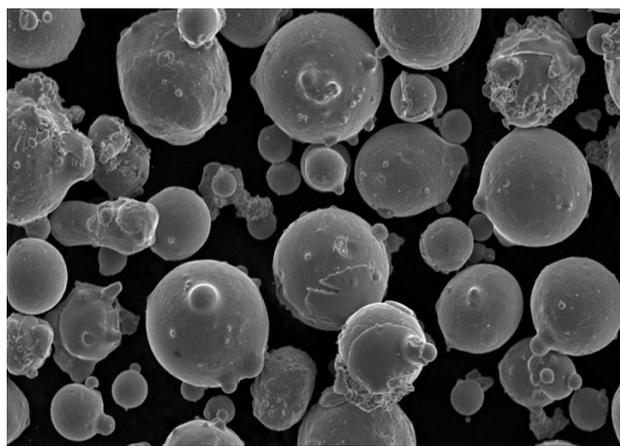


Figure II.14 (a) Image MEB de la poudre d'INOX 316L; (b) Distribution granulométrique de la poudre

Tableau II.2 Composition de la poudre d'INOX 316L

Composition (w%)								
C	Mn	Si	Ni	Cr	Mo	S	P	Fe
≤0.03	≤2.0	≤0.75	12-14	16-18	2-3	≤0.03	≤0.045	Complement

La poudre de Fe (99.96%) a également été fabriquée au LERMPS. La Figure II.15 montre la morphologie de cette poudre ainsi que sa distribution granulométrique.

Deux fractions granulométriques, une de granularité élevée (poudre A) et une de faible granularité (poudre B) ont été utilisées, avec une taille moyenne des particules de respectivement 30 μm et 12 μm .

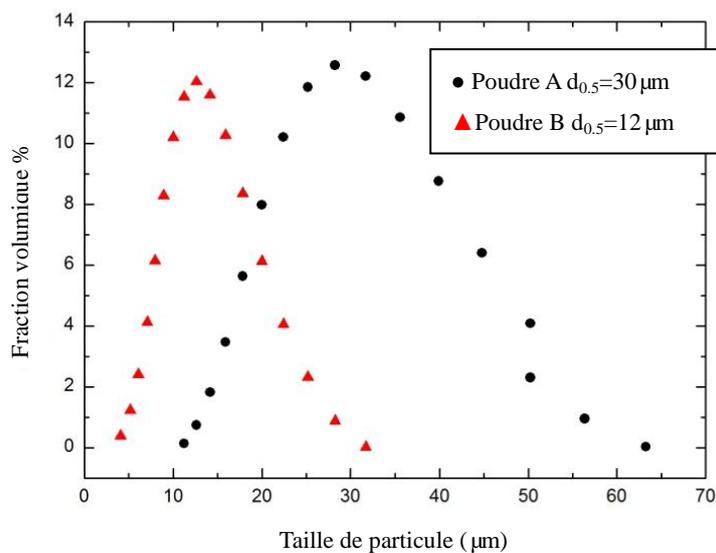
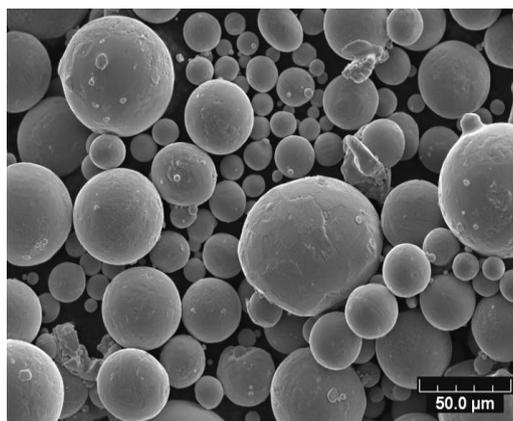


Figure II.15 (a) Image MEB de la poudre de Fe; (b) Distributions granulométriques utilisés

La poudre de Ti pur a été fournie par Sulzer-Metco. Sa distribution granulométrique est comprise entre 10 et 50 μm et sa morphologie est de forme sphérique, telle que

montré sur la figure II.16.

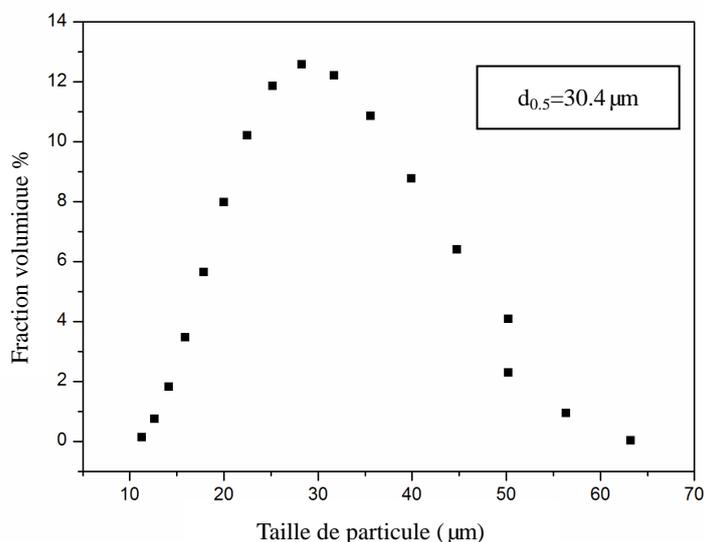
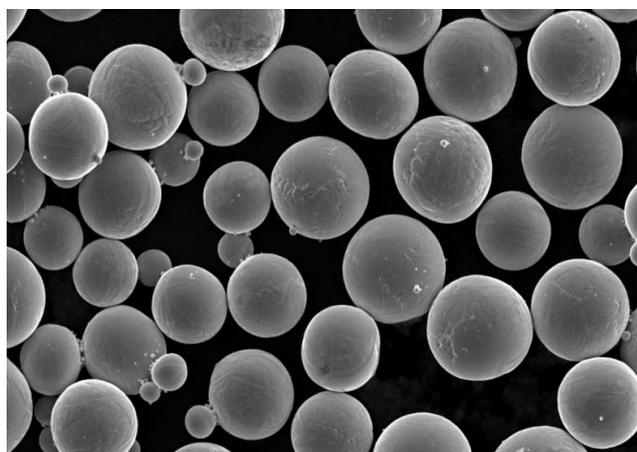


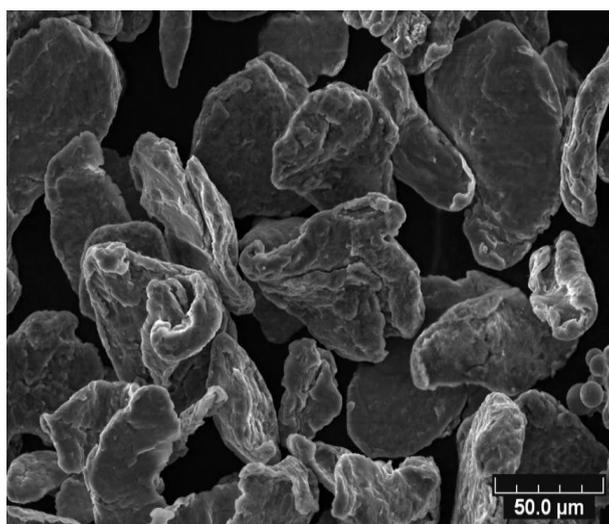
Figure II.16 (a) Image MEB de la poudre de Ti; (b) Distribution granulométrique de la poudre

Le magnésium disponible dans le commerce a été approvisionné chez Fusen Co.Ltd.

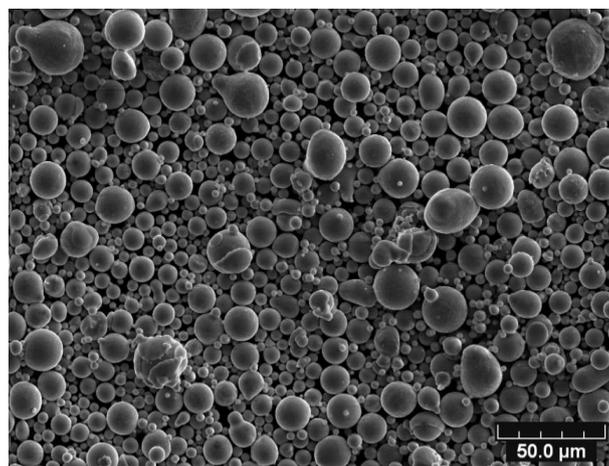
La figure II.17 (a) montre la morphologie des particules avec une forme irrégulière.

La figure II.17 (b) montre la poudre d'aluminium sphérique élaborée dans le laboratoire LERMPS par le processus d'atomisation au gaz sous pression. Les tailles moyennes de particules de deux poudres sont de 42 µm (D₅₀) et 17 µm (D₅₀),

respectivement. Ces deux poudres ont été mélangées selon rapport pondéral Mg 91: Al 9 dans un récipient cylindrique rotatif relié à un système de pompage sous vide pendant 45 minutes afin d'étudier la formation éventuelle d'un alliage sous le faisceau laser.



(a)



(b)

Figure II.17 (a) Image MEB de la poudre de Mg; (b) Image MEB de la poudre de Al

Une poudre Fer avec une granulométrie moyenne (D_{50}) de 35 μm et une poudre Nickel avec une taille moyenne de particules (D_{50}) de 30 μm ont aussi été utilisés pour certains essais. Les deux poudres ont été mélangées dans un mélangeur Tumbling pendant 45 min. La figure II.18 montre un aspect du mélange des particules Fe-Ni.

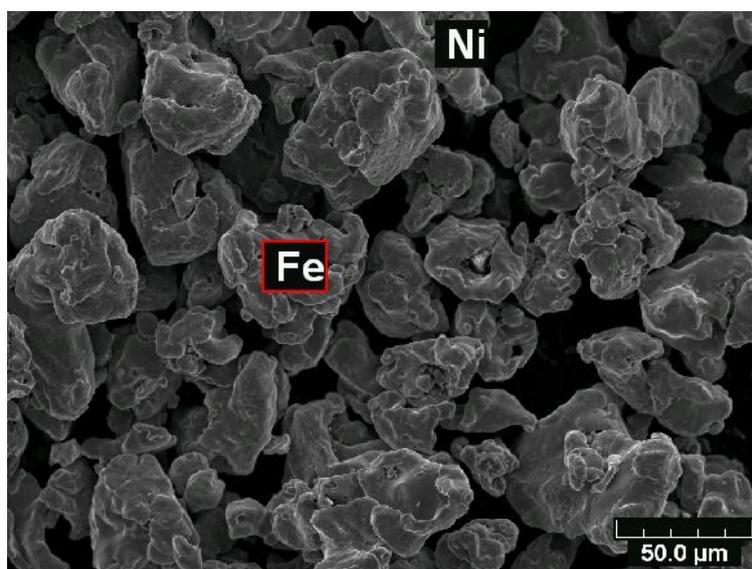
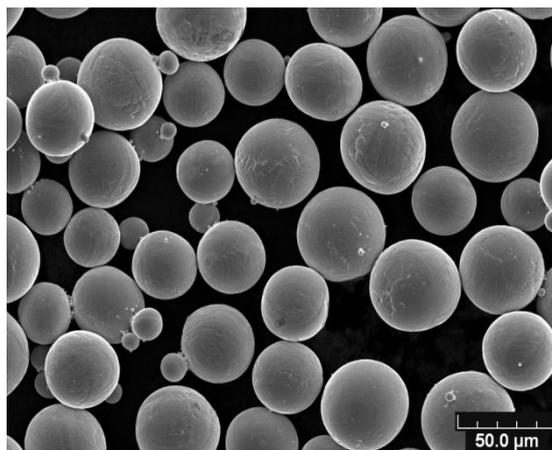
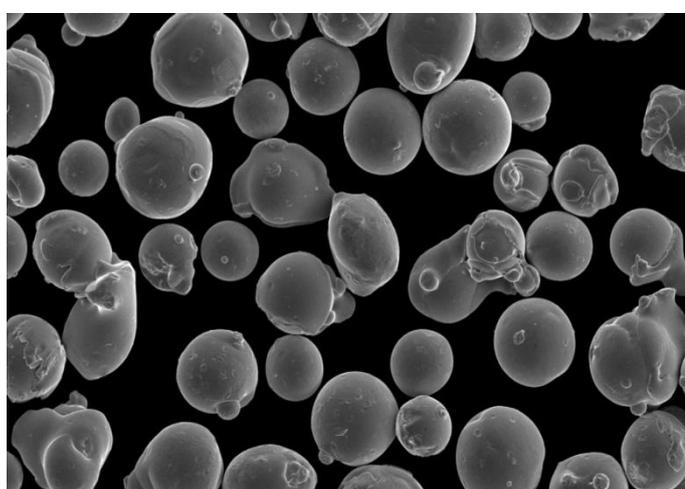


Figure II.18 Image MEB du mélange de particules Fe-Ni

Une poudre de Ti pur ($D_{50} = 35 \mu\text{m}$) et une poudre de Nickel ($D_{50} = 30 \mu\text{m}$) (approvisionnées chez Sulzer Metco Technologies Co. Ltd, Suisse) ont aussi été utilisés dans ce travail. Ces deux poudres ont été mélangées selon la proportion en poids de Ni: Ti = 55:45 (proportion atomique 1:1) dans un mélangeur à tonneau pendant 45 minutes. La figure II.19 présente les morphologies de ces deux poudres.



(a)



(b)

Figure II.19 (a) Image MEB de la poudre de Ti; (b) Image MEB de la poudre de Ni

II.4 Autre matériaux utilisés

Des substrats en acier doux ont été utilisés pour l'étude des dimensions de sections de cordons. Ils ont été découpés de sorte à obtenir des plaques rectangulaires de dimensions 50×30×5 mm. La composition du substrat en acier est donnée dans le Tableau II.3. Des substrats cylindriques en acier doux, en INOX et TA6V ont aussi été utilisés avec les dimensions Φ 70 mm, H 15mm. Ces substrats ont été dégraissés et sablés au corindon avant utilisation, de sorte à obtenir une surface propre et rugueuse

permettant l'absorption du rayonnement laser.

Tableau II 3. Composition du substrat en acier doux

	Composition (w%)				
Acier doux au	C	Mn	Si	S	P
carbone	0.40~0.50	≤0.40	≤0.35	≤0.030	≤0.035

Références bibliographiques du chapitre II

- [1] Philipp Lott, Henrich Schleifenbaum, Wilhelm Meiners, Konrad Wissenbach, Christian Hinke, Jan Bültmann, Physics Procedia, 12 (2011) 683.
- [2] MCP Realizer SLM Manual e1104; <http://www.mcp-group.com>
- [3] B. Zhang, H. Liao, C. Coddet, Mater & Des, 34 (2012) 753.
- [4] B. Zhang, N. Fenineche, L. Zhu, H. Liao, C. Coddet, J. Magn. Magn. Mater, 324 (2012) 495.
- [5] [http://fr.wikipedia.org/wiki/Durete_\(matériau\)](http://fr.wikipedia.org/wiki/Durete_(matériau)).
- [6] http://www.iso.org/iso/home/store/catalogue_tc/catalogue_detail.htm?csnumber=51081

CHAPITRE III

Etude des Processus Impliqués dans l'Elaboration de Pièces par SLM

CHAPITRE III Etude des processus impliqués dans l'élaboration de pièces par SLM

Ce troisième chapitre est divisé en deux parties: tout d'abord, une partie de recherches théoriques sur l'évolution du processus de construction dans l'ordre point → cordon → surface → volume, qui inclut la question de la transmission du faisceau laser au travers de la couche de poudre; la formation du cordon de fusion; la qualité de surface; la densité et la microstructure; en considérant le cas du fer pur. Une deuxième partie présente les résultats expérimentaux concernant l'analyse paramétrique et l'élaboration de pièces à base d'acier INOX. Afin d'obtenir des pièces disposant de bonnes propriétés mécaniques, les caractéristiques d'un cordon formé par une seule trajectoire du faisceau du laser ont été étudiées. Une fois les conditions optimales déterminées, l'influence des paramètres comme la nature de l'atmosphère et la température de préchauffage sur la densité du cordon et sa précision dimensionnelle a été étudiée. La microstructure des pièces a été observée dans le but de caractériser le mécanisme de fusion-solidification.

III.1 Introduction

La technologie SLM présente un grand potentiel pour la fabrication "net-shape" à partir de métaux à hautes caractéristiques mécaniques qui ne peuvent pas être facilement élaborés par d'autres méthodes classiques [1-2]. Toutefois, bien que le procédé ait été considérablement amélioré ces dernières années, plusieurs défauts peuvent subsister, notamment des porosités, des déformations et des fissurations qui empêchent parfois le processus de fabrication de tenir ses promesses. Toutefois le processus SLM implique un grand nombre de variables telles que la puissance du laser, la vitesse de balayage, le mode de balayage, l'épaisseur de la couche élémentaire, etc. et les interactions entre ces paramètres n'ont donc pas encore été totalement élucidées à ce jour, même si plusieurs études y ont été consacrées, notamment en ce qui concerne le "balling effect" [3], la pénétration du rayonnement laser dans le lit de poudre [4], ou encore le mécanisme de couplage entre les caractéristiques du faisceau laser [5] et l'état de solidification de la poudre sur le substrat [6].

Dans notre étude deux poudres, une de Fe pur et l'autre d'INOX 316L, ont été choisies comme matériau de départ. Le choix de la poudre de fer pur a été dicté par son taux d'absorption du rayonnement laser, son excellente fluidité et son faible coût. L'acier inoxydable 316L est par ailleurs largement utilisé dans plusieurs domaines industriels et en particulier le domaine biomédical; la poudre possède en outre une excellente coulabilité et fluidité.

III.2 Etude à partir du fer pur

III.2.1 Transmission du faisceau laser au travers de la couche poudre

L'analyse de la transmission du faisceau laser à travers la couche de poudre est l'objectif premier de cette étude. Afin d'atteindre cet objectif, le faisceau du laser a été orienté sur une couche de poudre de fer pur placée sur une plaque de verre transparente au faisceau laser. Un calorimètre a été placé sous la plaque de verre, comme le montre la Figure III.1.

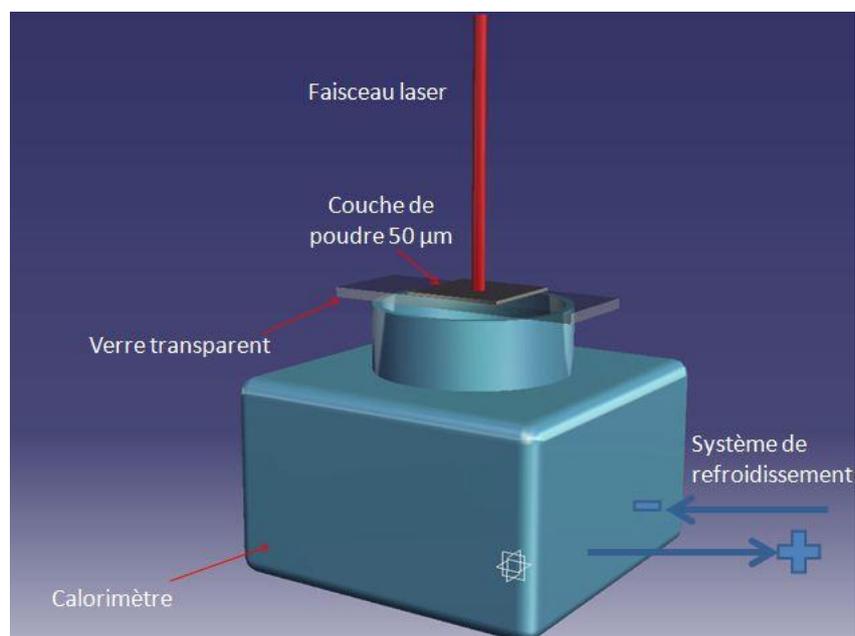


Figure III.1 Schéma de la mesure de transmission

Ainsi, le calorimètre peut enregistrer la puissance transmise quand le laser irradie la couche de poudre. Lorsque la poudre commence à fondre sous l'effet de l'irradiation laser, le faisceau du laser doit en principe être occulté par la formation du bain de fusion si ce dernier est continu.

Six courbes sont présentées sur la Figure III.2 qui montrent l'évolution de la puissance transmise à partir du faisceau laser d'origine au travers (1) de la plaque de verre; (2) de la poudre A (+10 µm-60 µm, $d_{0,5}=30$ µm, cf. chapitre II.3) en couche de 50 µm; (3) de la poudre B (+5 µm-30 µm, $d_{0,5}=12$ µm, cf. chapitre II.3) en couche de 50 µm; (4) de la poudre A en couche de 75 µm d'épaisseur et (5) de la poudre A en couche de 100 µm d'épaisseur.

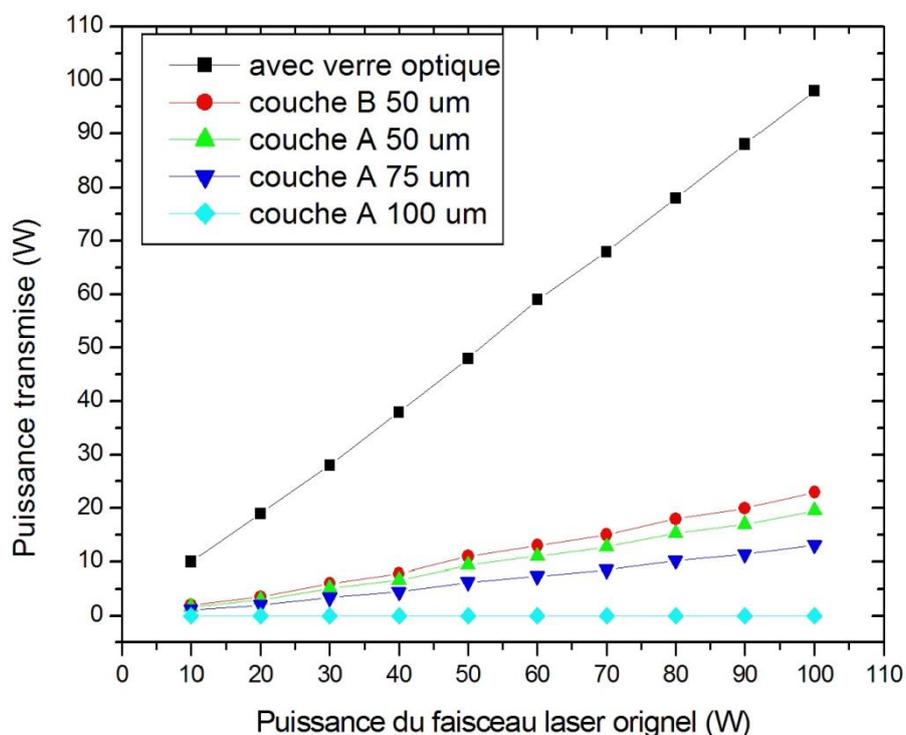


Figure III.2 Transmission du faisceau laser à travers une couche de poudre de fer pour différentes puissances du faisceau, différentes granularités de la poudre (A fine et B grosse) et différentes épaisseurs de couche (50, 75 et 100 µm)

A partir de ce diagramme, on constate premièrement que l'effet de l'absorption par le verre peut être ignoré (1%-3%) et ensuite qu'au moins 80% de l'énergie du laser est arrêté par la couche de poudre dans tous les cas. La puissance transmise s'élève à 15%

pour la poudre de faible granulométrie (poudre A) en couche de 50 μm ; à environ 18% pour la poudre de granulométrie élevée (poudre B) en couche de 50 μm ; mais elle est réduite respectivement à 4.5% et 0% lorsque l'épaisseur de la couche de poudre passe à 75 puis à 100 μm . L'énergie transmise disponible pour le chauffage ou la fusion du substrat ou de la couche sous-jacente est donc réduite rapidement avec l'épaisseur de la couche.

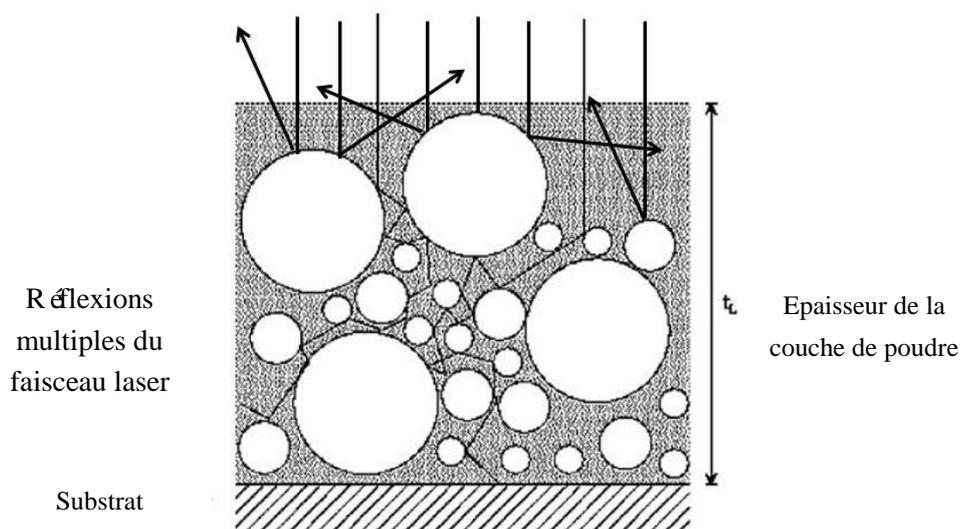


Figure III.3 Pénétration optique d'un faisceau laser dans une couche de poudre, avec des effets d'orientations et de réflexions multiples [4].

Toutefois, on remarque que la profondeur de pénétration optique dans une couche de poudre est beaucoup plus grande que dans un solide en raison de l'effet des réflexions multiples, comme le montre la Figure III.3. Il est à noter qu'une poudre avec des particules de grande taille possède une transmission plus grande qu'une poudre de faible granulométrie en raison de sa masse volumique apparente plus faible qui conduit à un plus grand espace entre les particules. Bien entendu, plus l'épaisseur de

la couche de poudre est élevée, plus la transmission de l'énergie du faisceau est faible. Sous l'effet du faisceau laser, lorsque la densité d'énergie est suffisante, une partie de la couche de poudre est fondue. La figure III.4 montre la morphologie de la masse de métal fondu sous l'effet d'un faisceau de puissance 100 W appliqué pendant une seconde. La zone correspondant au diamètre focal du faisceau est totalement fondue. Sur la base des morphologies observées, la partie affectée thermiquement peut être divisée en trois zones: une zone non fondue (C), une zone partiellement fondue (B) et une zone totalement fondue (A). Dans la zone totalement fondue (A) on observe des petits cristaux équiaxes en raison d'un refroidissement rapide.

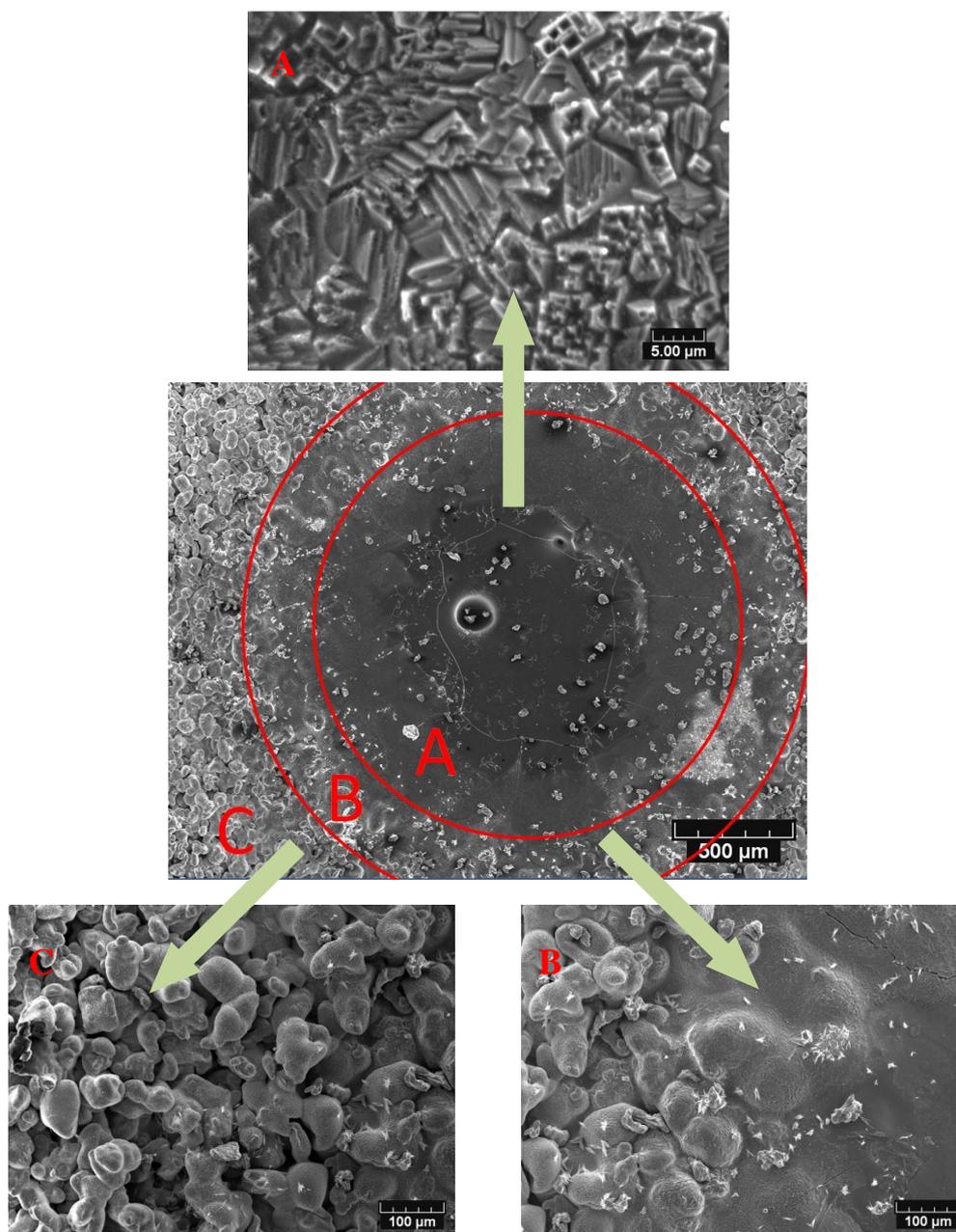


Figure III.4 Zones affectées thermiquement après l'irradiation laser de la couche de poudre

La figure III.5 montre l'évolution de la hauteur des cordons pour différents paramètres du faisceau laser: 0.05 m/s à 0.8 m/s pour la vitesse de balayage; 50 à 110 W pour la puissance du laser.

Pour une faible vitesse de balayage (moins de 0.2 m/s, zone A), les hauteurs de cordon augmentent quand la vitesse de balayage diminue et quand la puissance du laser augmente. Pour une vitesse de balayage moyenne, un phénomène de "balling" peut être observé dans la section transversale du cordon, en particulier quand une faible puissance du laser est utilisée. Pour une vitesse de balayage importante (>0.5 m/s), toutes les sections transversales montrent un phénomène de "balling".

Les figures III.6 et 7 montrent l'évolution de la largeur et de la profondeur de pénétration des cordons selon les paramètres du faisceau laser. En général la largeur et la profondeur diminuent avec la diminution de la puissance du laser et l'augmentation de la vitesse de balayage. Pour une faible vitesse de balayage (<0.4 m/s), la densité d'énergie du laser est suffisante pour fondre la poudre et le substrat en même temps et former un ensemble compact; la largeur et la profondeur de la zone d'interaction correspond donc aux dimensions du bain de fusion. Lorsque la vitesse de balayage augmente, la largeur et la profondeur des cordons diminuent. La liaison entre le cordon et le substrat devient alors très fragile. Les pièces élaborées avec ce type de paramètres présentent donc toujours des fissures.

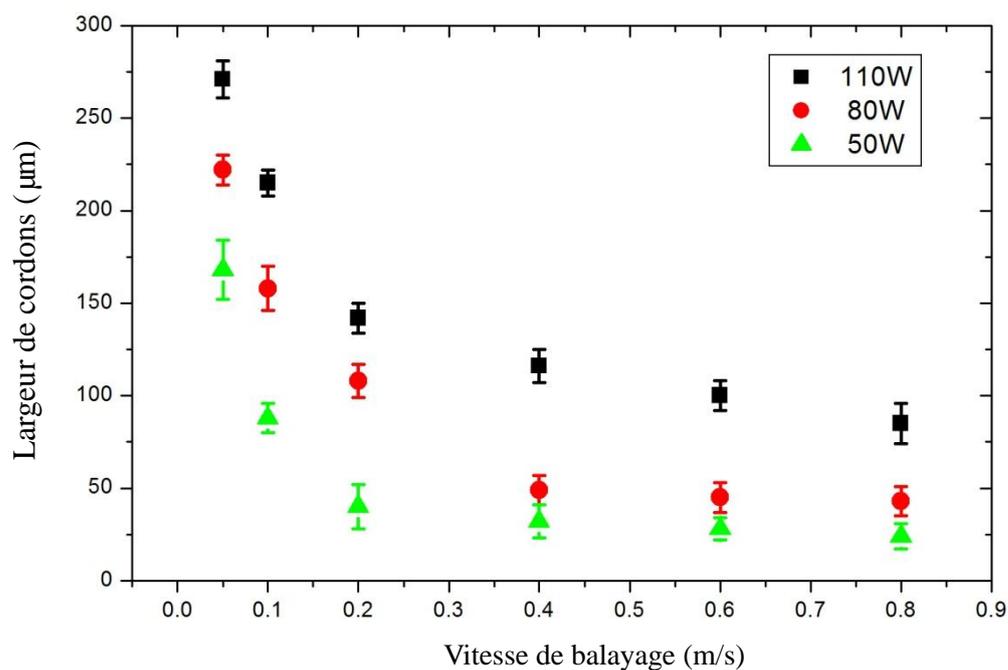


Figure III.6 Evolution de la largeur des cordons avec différents paramètres laser

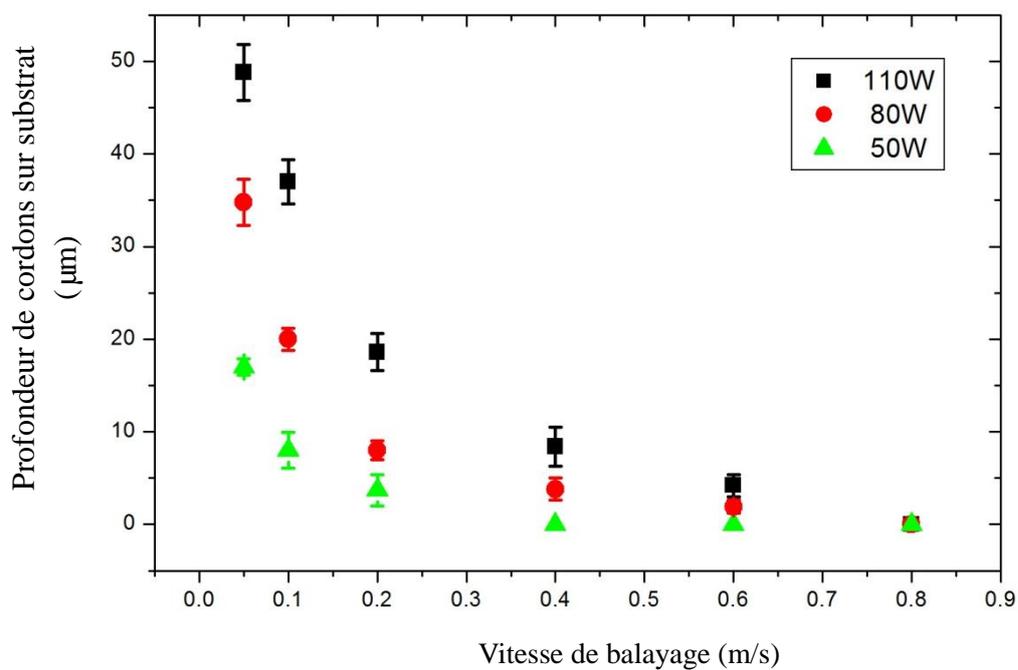


Figure III.7 Evolution de la profondeur des cordons (sur substrat) avec différents paramètres laser

III.2.3 Microstructure de la section d'un cordon de fusion

Une image d'une section de cordon élaboré sur un substrat en acier doux (cf. section II.4) est présentée dans la figure III.8. Ce cordon a été élaboré avec la poudre A à la vitesse de balayage de 0,05 m/s et avec une puissance laser de 100 W.

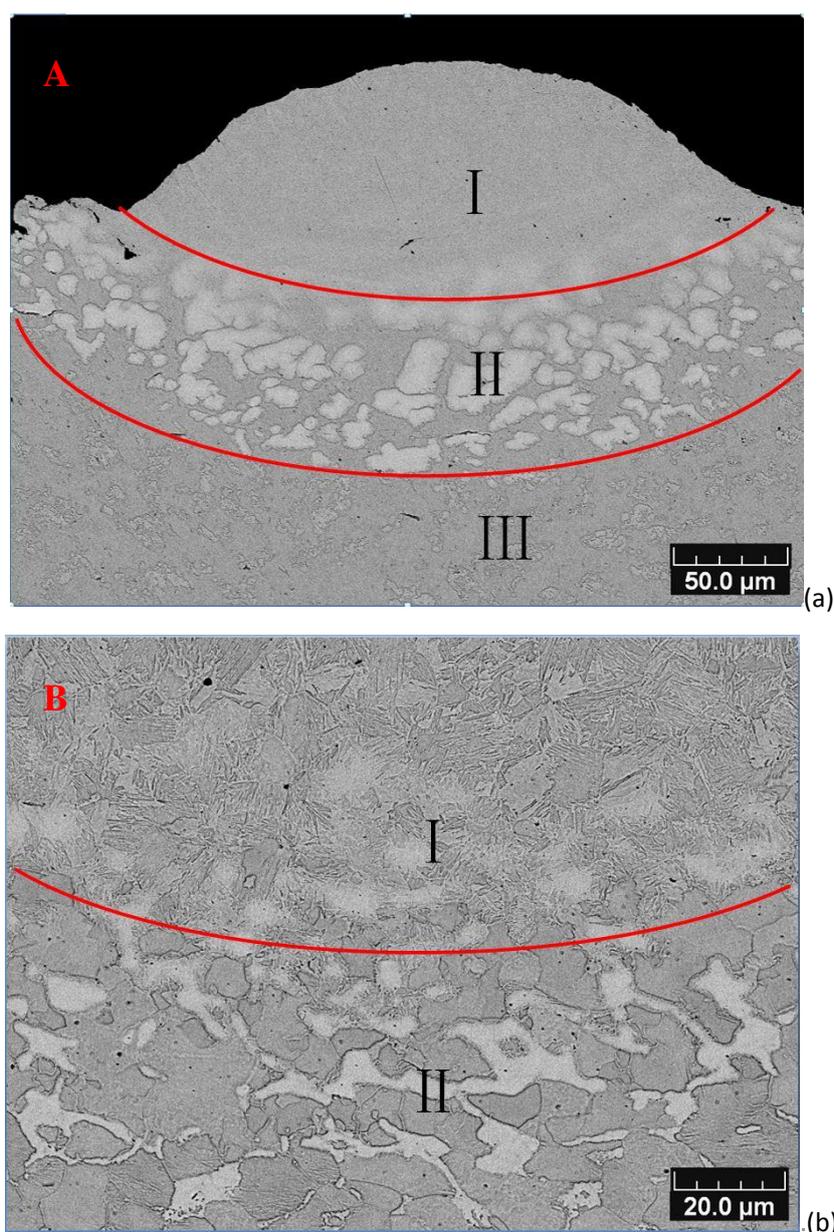


Figure III.8 (a) Microstructure transversale d'un cordon pour une vitesse de balayage de 0,05 m/s et une puissance de 100 W; (b) partie agrandie de l'image (a) à l'interface avec le substrat

Trois zones peuvent être considérées: une zone fondue (région I); une zone affectée par la chaleur (région II) et la zone du substrat non affectée (région III). La microstructure de la région I révélée par attaque chimique correspond à une martensite homogène. En effet, la grande différence de volume entre le substrat et le bain de fusion conduit à un refroidissement très rapide du cordon. En principe le carbone du substrat devrait diffuser dans le bain de fusion de par la différence de teneur en carbone entre le substrat (acier à 0.45% de carbone) et la poudre (fer pur). Le calcul du temps d'exposition au faisceau laser, pour une vitesse de balayage de 0,05 m/s et un diamètre du faisceau de 50 micromètres, donne une valeur de 1 ms. Du fait de ce temps d'exposition très bref, le phénomène de diffusion du carbone n'est observé que sur le fond du bain de fusion (région I). Dans la région II, il peut être constaté que la microstructure est composée de perlite et de ferrite fine. Cette distinction entre les régions I et II provient de leur histoire thermique différente. La région II a été chauffée par transfert depuis la région I. Lorsque le laser irradie le bain de fusion, la ferrite et la cémentite de la région II sont chauffées entre le point de fusion et la température de transformation austénitique. Lorsque le laser s'éloigne du bain de fusion, l'austénite est traitée au refroidissement avec une vitesse plus élevée que dans la région I, donc une ferrite mêlée de perlite fine est précipitée dans cette région.

III.2.4 Morphologie de la surface de la couche fondue

Dans cette section, l'objet des expériences est de rechercher les paramètres laser préférables par rapport à la qualité de surface correspondante, comme indiqué dans la Figure III.9. Une couche complétée est donc formée par la juxtaposition de cordons parallèles.

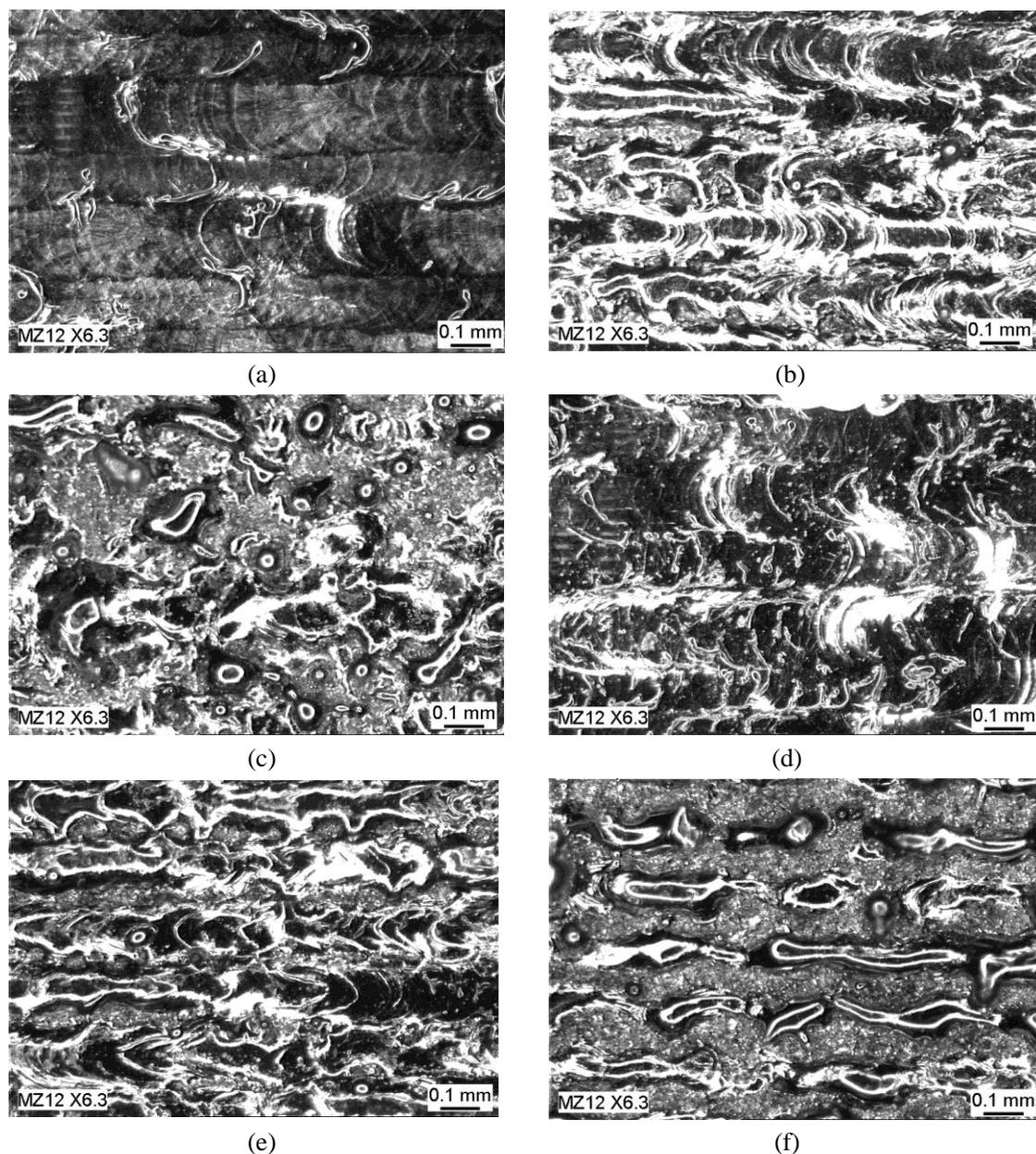


Figure III.9 Images de surface de la première couche à base de poudre A obtenues pour différents paramètres laser: (a) 0,05 m/s, (b) 0,20 m/s, (c) 0,80 m/s pour une puissance de 100 W, (d) 0,05 m/s, (e) 0,20 m/s, (f) 0,80 m/s pour une puissance de 70 W.

La distance entre deux cordons adjacents ("hatch distance") a été fixée à 80 micromètres. D'après les observations de sections d'un seul cordon, la largeur des cordons évolue entre 30 μm et 250 μm (figure III.6). Ainsi une faible vitesse de balayage (0,05 m/s) avec une puissance élevée (100 W) conduit à plus de 75% de chevauchement entre chaque cordon (Figure III.9). Comparativement, un espace entre les cordons apparaît lorsque la vitesse de balayage passe à 0,40 m/s. Une augmentation de la vitesse de balayage à 0,80 m/s conduit quant à elle à une très grande distance entre les cordons adjacents et donc à une couche discontinue.

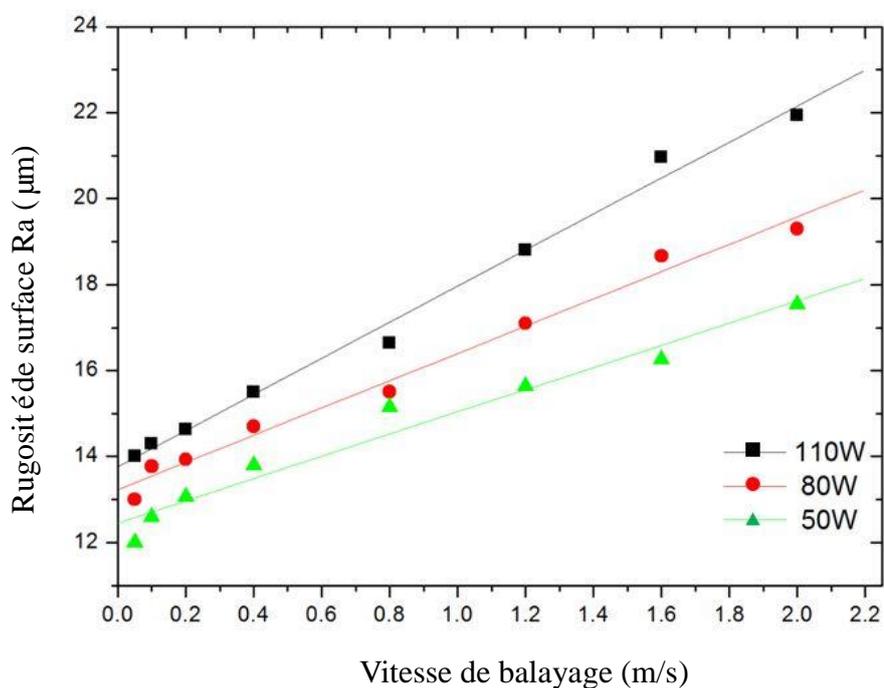


Figure.III.10 Evolution de la rugosité de surface avec la vitesse de balayage pour 3 puissances laser différentes.

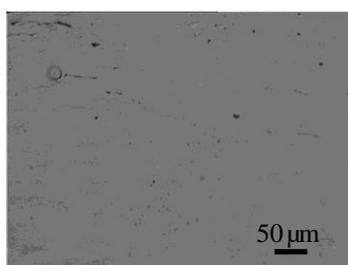
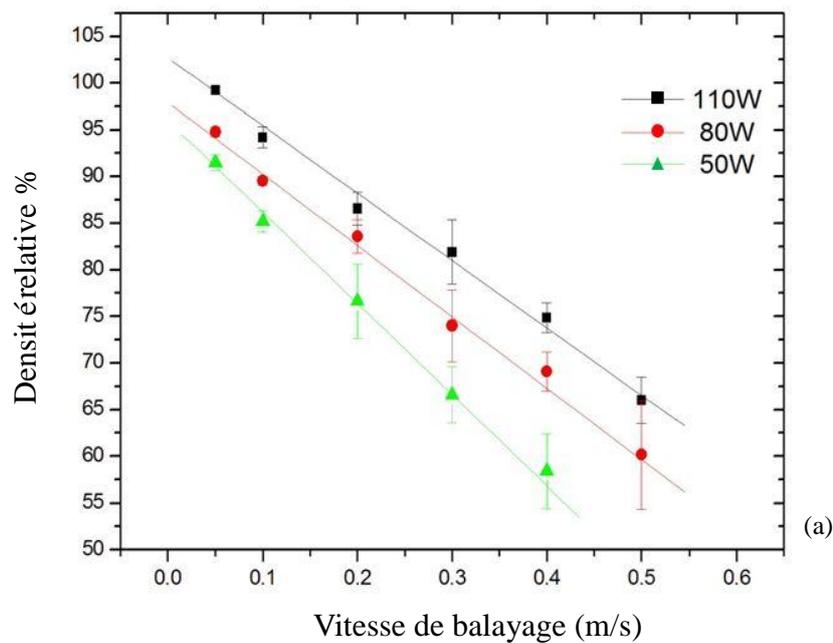
Les valeurs de la rugosité de surface sont indiquées dans la Fig.III.10. Il peut être

constaté que la rugosité augmente avec la vitesse de balayage sous une relation de premier ordre. Une surface lisse et continue avec le plus bas Ra (12.5 μm) peut être observé quand une vitesse de balayage faible (0,05 m/s) est employé. La diminution de la vitesse de balayage permet d'apporter suffisamment d'énergie pour refondre les cordons adjacents ainsi que le substrat où la chaleur est amené par la poudre en fusion. Lorsque le taux de chevauchement dépasse 50%, les cordons ont été assez refondus pour obtenir une faible rugosité de surface (figure III.9 a-b).

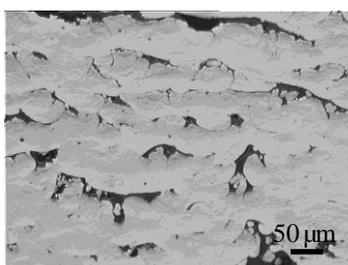
III.2.5 Evolution de la densité et de la microstructure d'une couche de fer

III.2.5.1 Densité

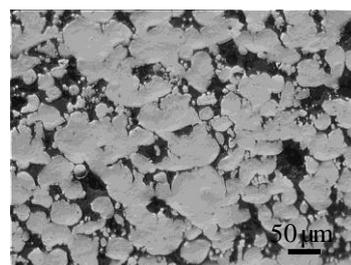
La Figure III.11 montre l'évolution de la densité d'un dépôt SLM de fer pour différents paramètres laser. Il peut être constaté qu'une densité supérieure à 99% de la valeur de la densité théorique peut être obtenue avec une puissance de 100 W et une basse vitesse de balayage. La microstructure caractéristique de la section correspondante est présentée dans la figure III.11 (b). Avec l'augmentation de la vitesse de balayage et la diminution de la puissance du laser, une porosité apparaît et devient de plus en plus grande.



(b) 110 W, 0.05 m/s



(c) 80 W, 0.20 m/s



(d) 50 W, 0.40 m/s

Figure III. 11 Evolution de la densité d'un dépôt SLM de fer et microstructures des sections correspondantes selon la puissance laser et la vitesse de balayage.

III.2.5.2 Microstructure

La structure cristalline caractéristique de pièces en fer observée dans des conditions de construction différentes est présentée dans la Figure III.9.

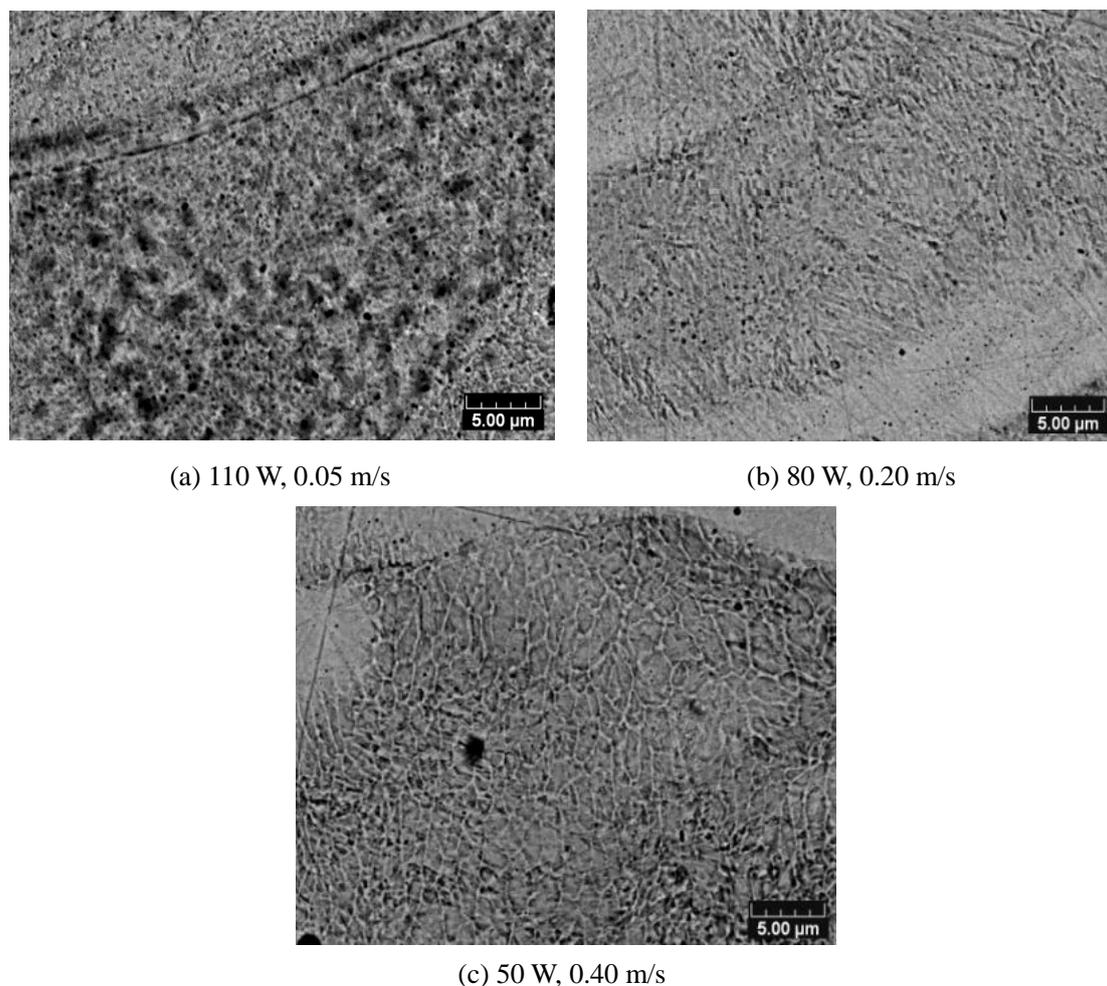


Figure III.12 Images MEB de la microstructure de dépôts de fer après attaque chimique

Pour une vitesse de balayage relativement faible et une puissance laser élevée, une structure de sorbite fine secondaire est observée (Figure III.12 a). Sous l'effet des irradiations laser multiples dans les zones de recouvrement, les cordons peuvent être refondus plusieurs fois. Ainsi, la martensite des cordons primaires, comme le montre

la Figure III.8 (b), est transformé en partie en ferrite et en sorbite en mélange avec de la cémentite. Une martensite fine peut néanmoins subsister en raison de la diminution de la densité d'énergie déposée. Quand une vitesse encore plus élevée de balayage (0,40 m/s) et une plus faible puissance laser (50 W) sont utilisées, la structure cristalline de la perlite est observée (Figure III.12 c). En dessous de ce niveau d'énergie déposée la poudre est seulement fondue partiellement et la structure de la poudre d'origine est donc conservée. Considérant que la perlite peut être obtenue sous l'effet d'un refroidissement rapide, les caractéristiques microstructurales du fer déposée suivent une évolution: sorbite secondaire → martensite → perlite, dans le sens d'une décroissance de la quantité d'énergie déposée.

III.2.6 Analyse théorique de l'évolution de la microstructure

La Figure III.13 présente l'évolution du processus de formation des cordons fondus. Ce processus peut être divisé en deux types de conditions qui se réfèrent à l'évolution de l'angle de mouillage à l'interface entre le substrat et la poudre fondue.

Selon l'équation de Young [7], la relation entre la tension interfaciale et l'angle de contact θ est la suivante:

$$\cos \theta = \frac{\sigma_{13} - \sigma_{23}}{\sigma_{12}}$$

σ_{12} : la tension interfaciale gaz-liquide

σ_{13} : la tension interfaciale gaz-solide

σ_{23} : la tension interfaciale solide-liquide

Cette équation montre que l'angle de mouillage θ entre la surface solide et la surface du liquide correspond au minimum d'énergie libre de la surface du bain en fusion. Dans le procédé SLM, l'interface liquide-solide (poudre-substrat) est transformée en l'interface liquide-liquide lorsque l'énergie du laser est suffisamment élevée pour fondre la surface du substrat. Sur la base du changement d'état de l'interface, l'angle de contact θ diminue et une interface lisse gaz-liquide est formée. Par opposition, l'interface solide-liquide peut entraver la croissance de la partie liquide en profondeur lorsque la densité d'énergie laser est faible. La surface du bain de fusion se prolongeant dans le sens horizontal par suite du déplacement du faisceau laser, la

surface du bain évolue, ce qui conduit à une augmentation correspondante de l'énergie libre, de sorte qu'une sphère ayant le même volume remplacera le bain de fusion initial. En réalité le bain de fusion dans cet état est proche d'une portion de cylindre, comme le montre la Figure III.13 (e), par suite du déplacement du faisceau laser.

Les cordons adjacents déposés sous haute densité d'énergie laser constituent donc une surface lisse grâce à la refusions de la couche sous-jacente, comme le montrent les Figures III.9 (a) et (d). Par contre, la surface composée de cordons réalisés avec une faible densité d'énergie demeure accidentée par suite d'un faible mouillage et des écarts résiduels entre les cordons adjacents, comme le montrent les Figures III.9 (c) et (f).

Sous l'effet d'une alternance d'orientations de balayage X-Y, l'écart entre les cordons adjacents peut être rempli par la couche fondue suivante, comme le montre la Figure III.13 (d). Toutefois, en cas de faible densité d'énergie, la fluidité du bain et la section des cordons demeurent relativement faibles et ainsi la porosité correspondant à l'écart entre les cordons adjacents sera conservée lorsque la couche suivante aura été déposée. Comme représenté sur la Figure III.13 (g), la porosité devient donc plus importante lorsque la densité d'énergie déposée diminue.

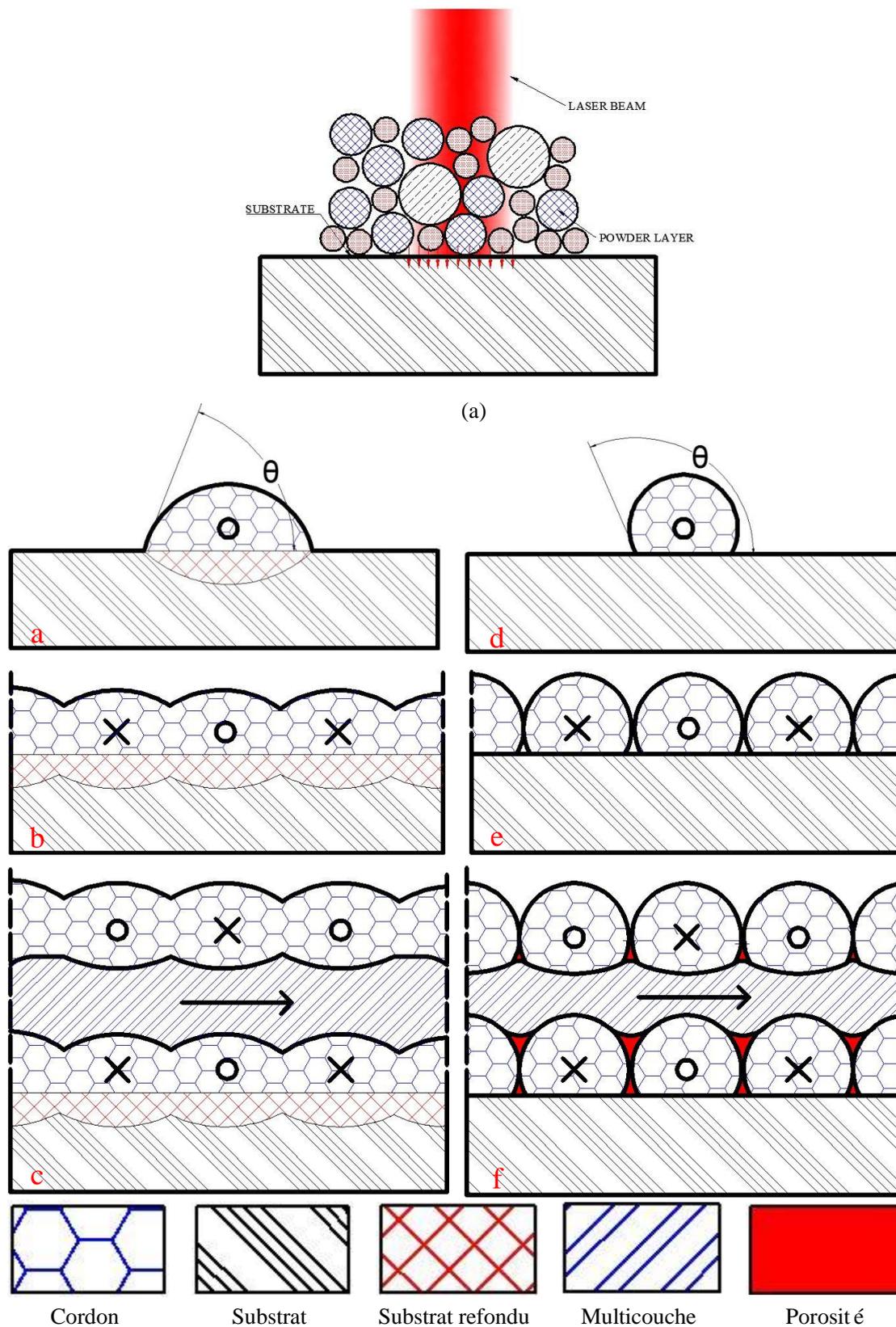


Figure III.13 Sch éma de la fusion de la poudre pendant le processus SLM

III.3 Etude à partir de l'INOX 316L

III.3.1 Influence des paramètres du procédé sur la géométrie des dépôts monocouches

L'étude de l'influence des paramètres de fabrication d'échantillons en inox 316L a été faite à l'aide d'un plan d'expériences complet à 3 paramètres. Les trois paramètres pris en considération dans sont: la puissance du laser (P), la vitesse de balayage (V) et l'épaisseur de la couche de poudre (E). Le changement de ces paramètres induit des variations de la géométrie des dépôts réalisés. Trois valeurs ont été fixées pour chaque paramètre et toutes les combinaisons possibles ont été réalisées. Les vitesses de balayage considérées ont été fixées entre 0.1 m/s et 0.3 m/s sur la base des expériences antérieures.

Tableau III.1 Paramètres laser pour l'analyse des cordons

Séries	P (W)	Surface du substrat	E (μm)
A	100	sablé	50
B	80	sablé	50
C	100	poli	50
D	100	sablé	75
E	100	sablé	100

Chaque dépôt réalisé a été tronçonné à différents niveaux afin d'obtenir des coupes métallographiques et d'évaluer ses caractéristiques géométriques. Une attaque au Nital à 5% permet de révéler les grains de ferrite du substrat et ainsi de distinguer cet acier de l'acier 316L déposé. La zone fondue apparaîtra en clair sur les micrographies. La figure III. 14 présente un schéma des caractéristiques géométriques d'une coupe métallographique.

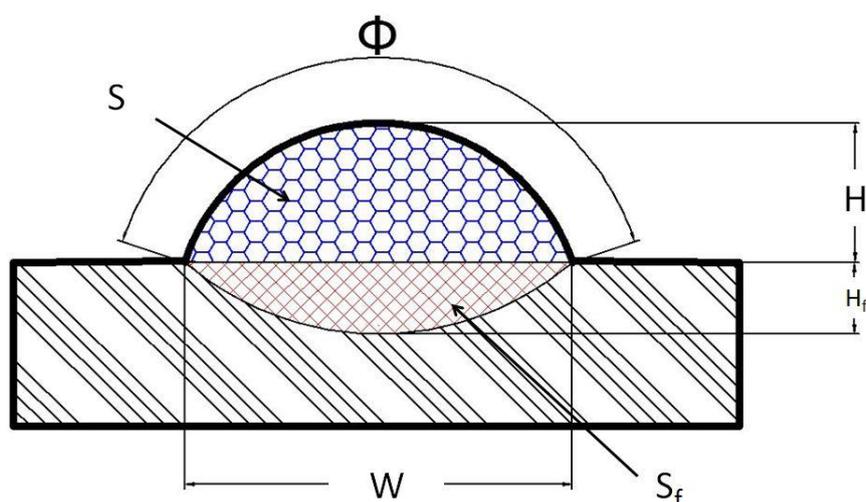


Figure III.14 Caractéristiques géométriques de la coupe transversale d'un cordon

- H , la hauteur du dépôt
- W , la largeur du dépôt
- S , la surface supérieure du dépôt
- S_f , la surface inférieure de la zone fondue
- H_f , la profondeur de la zone fondue
- Φ , l'angle représentatif de la portion de disque, en degré

Pour chaque dépôt deux coupes sont réalisées; les mesures sont effectuées à l'aide d'un microscope optique et d'un logiciel d'analyse d'image. Les valeurs données dans le tableau III.2 ci-après sont des valeurs moyennes calculées à partir des deux coupes.

Tableau III.2 : Paramètres du procédé et caractéristiques géométriques du dépôt

Dépôt	P	V	E	W	H	Hf	Φ
	W	m/s	μm	μm	μm	μm	°
A1	100	0.1	50	285.7	40	17.1	73
A2	100	0.2	50	217.1	45.7	5.7	103
A3	100	0.3	50	160	62.8	4.5	153
B1	80	0.1	50	262.8	57.1	20	94
B2	80	0.2	50	240	51.4	3	96
B3	80	0.3	50	182.8	62.8	0	131
C1	100	0.1	50	228.5	14.3	8.5	34
C2	100	0.2	50	131.4	37.1	0	106
C3	100	0.3	50	85.7	48.5	0	186
D1	100	0.1	75	262.8	22.8	22.8	46
D2	100	0.2	75	234.2	51.4	5.7	98
D3	100	0.3	75	160	57.1	0	160
E1	100	0.1	100	360	108.5	11.4	126
E2	100	0.2	100	257.1	97.1	0	149
E3	100	0.3	100	171.4	137.1	0	277

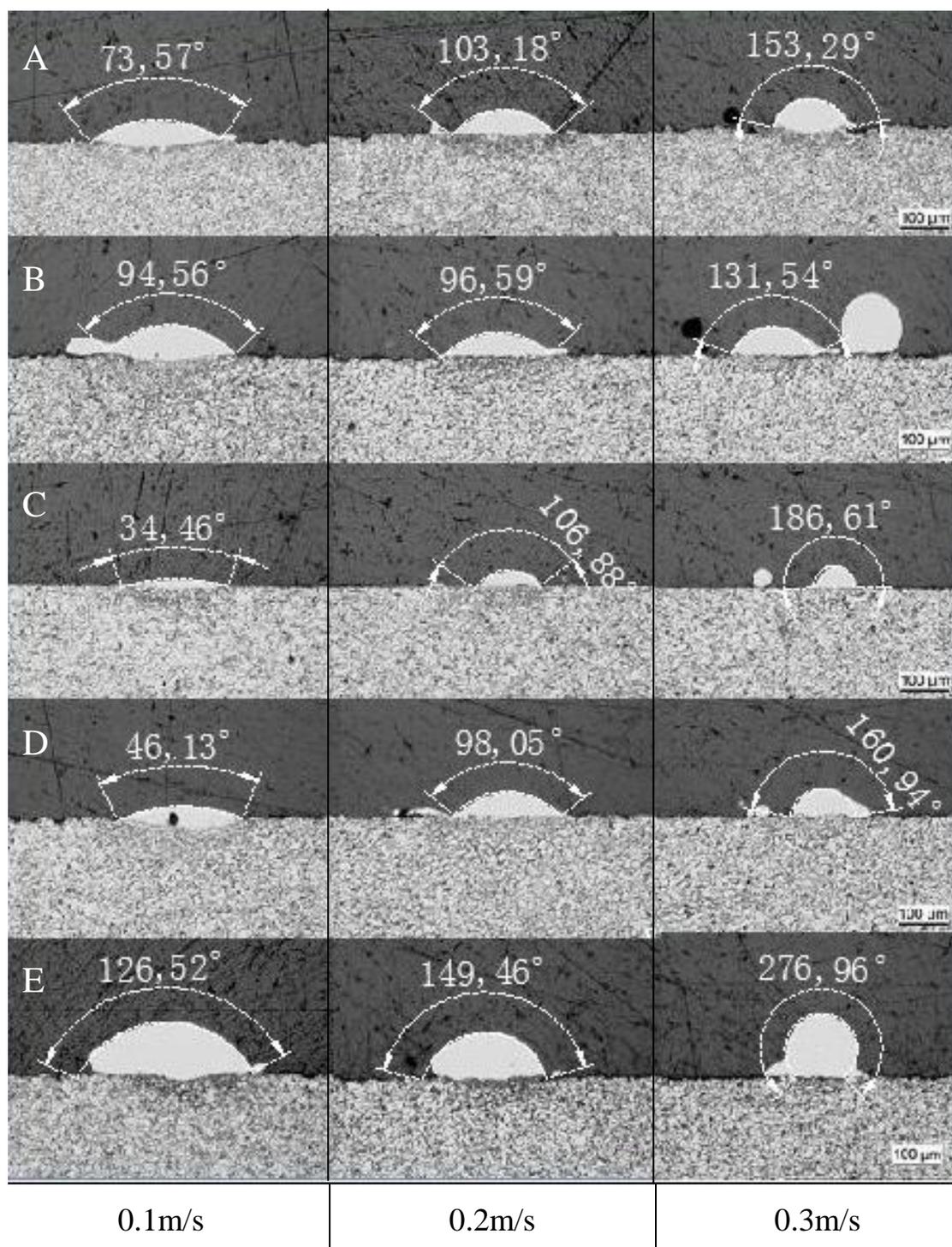


Figure III.15 Coupes métallographiques des dépôts réalisés en fonction des différents paramètres. La zone fondue apparaît en clair.

En premier lieu, il apparaît que la partie déposée au-dessus du substrat a la forme d'une portion de disque. La cause de cette géométrie particulière sera examinée en

détails dans la section prochaine. Pour un certain nombre de dépôts la forme circulaire est très évidente à cause d'un rétrécissement du dépôt à sa base, juste au-dessus du substrat. Ce type de dépôt est observable en particulier au niveau des images du coin inférieur gauche de la figure III.15.

Selon la théorie du plateau de Rayleigh, l'instabilité capillaire d'un cylindre circulaire d'un liquide dépend du rapport de la longueur axiale du cylindre à la circonférence inférieure du cylindre [8]. Le point critique de l'instabilité capillaire peut être représenté par l'équation.

$$\frac{\pi D}{L} > 1$$

Dans cette équation D est le diamètre et L est la longueur axiale du cylindre. Cette équation peut être développée en considérant l'angle de contact de la base par rapport à la surface mouillée. Si l'angle de contact Φ est tel que $\Phi < 180^\circ$ (surface de la section du cordon inférieure à un demi-disque), le cylindre segmentaire est stable dans toute sa longueur. Toutefois, si $\Phi > 180^\circ$, le point critique peut être transformé en [9]:

$$\frac{\pi D}{L} > \sqrt{2} \sqrt{\frac{0.5\Phi(1 + \cos\Phi) - \sin\Phi}{\Phi(2 + \cos\Phi) - 3\sin\Phi}}$$

Afin d'étudier l'instabilité capillaire du cylindre segmentaire, les angles de contact Φ

pour différents paramètres de balayage ont été mesurés. Sur les sections transversales des cordons d'INOX 316L sur substrat en acier présentées dans la figure III.15, il peut être facilement constaté que les angles de contact Φ augmentent avec l'augmentation de la vitesse de balayage dans toutes les séries. Une densité de puissance faible du laser conduit à un angle élevé, ce qui signifie une trajectoire en instabilité capillaire, comme le montre la série B. Ainsi, lorsque la vitesse de balayage est supérieure à 0,3 m/s, la masse fondue forme un cylindre avec un rapport $\frac{\pi D}{L} < 1$, donc l'instabilité capillaire apparaît. En cas d'une épaisseur de poudre élevée (séries D et E), il est difficile de trouver une trace fondue dans le substrat pour toute la gamme de vitesse de balayage. Il peut être raisonnable d'en déduire que la densité d'énergie déposée est suffisante pour faire fondre la couche de poudre mais qu'elle ne peut pas pénétrer à travers cette couche pour fondre le substrat et créer un couple stable en fusion.

A partir de l'observation des cordons déposés en trace unique il apparaît que les paramètres optimaux d'un dépôt d'acier INOX 316L peuvent être, dans les limites des paramètres considérés: puissance du laser $P = 100$ W; vitesse de balayage $v = 0,3$ m/s; densité d'énergie = $6,67 \times 10^4$ J/m²; épaisseur de la couche de poudre: 50 μ m.

III.3.2 Analyse microstructurale de dépôts d'INOX 316L

La figure III.16 montre la microstructure d'un dépôt d'inox 316L pour une vitesse de balayage de 0,3 m/s et une puissance laser de 100 W.

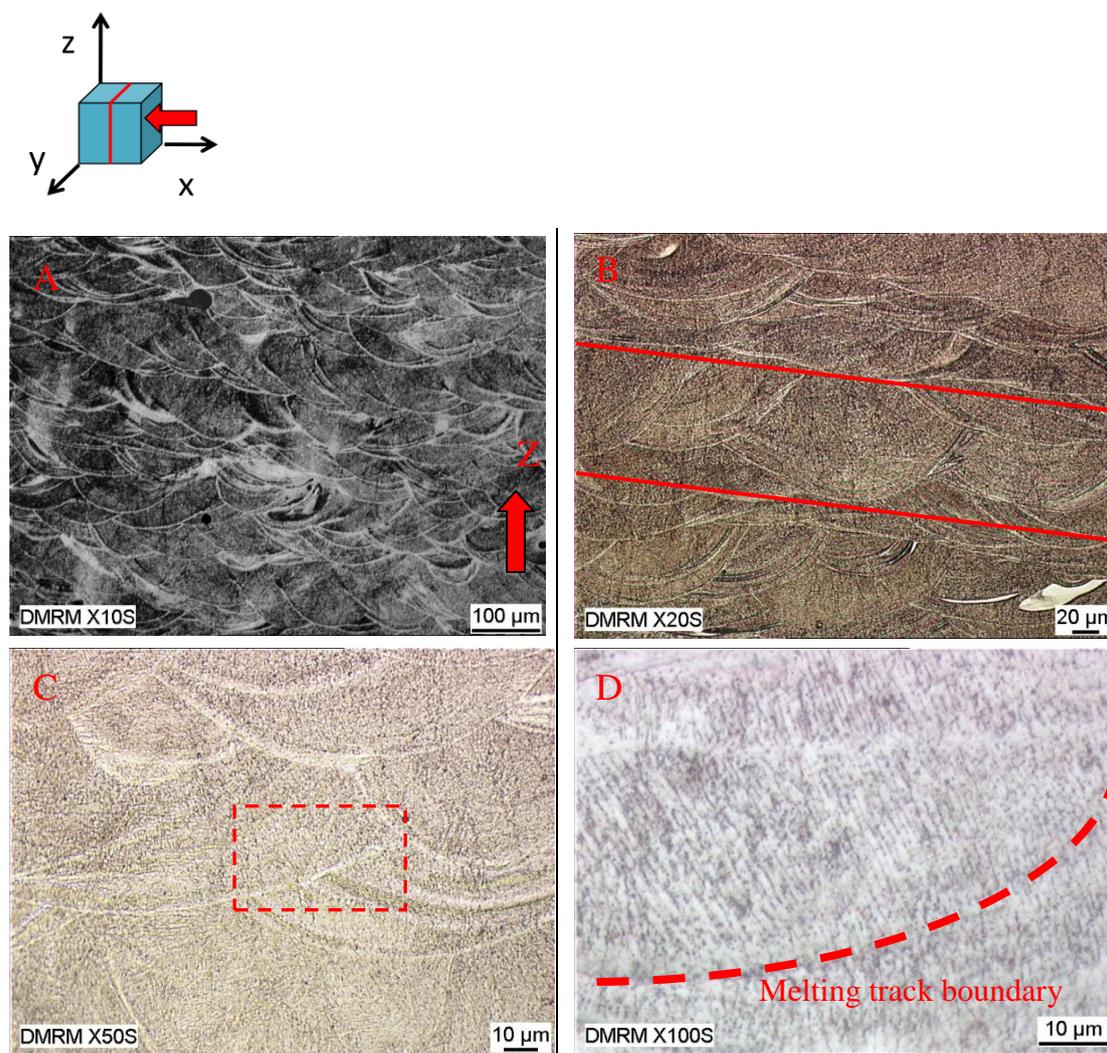


Figure III.16 Images de microscopie optique montrant les microstructures caractéristiques de sections transversales de dépôts d'INOX 316L pour une vitesse de balayage de 0,3 m / s et une de puissance laser de 100 W.

Les caractéristiques typiques de la structure en couches peuvent être observées sur les Figures III.16 (A) et (B). Les sections montrent des couches liées de façon

métallurgique, avec des microstructures homogènes, sans pores entre les couches (Figure III.16 (A)). Une image à fort grossissement montre des cellules monophasées austénitiques avec une gamme de taille de 5 à 10 μm , qui se développent à peu près perpendiculairement au fond de l'interface du cordon de balayage avec le substrat ou avec la couche précédente (Figures III.16 C et D). L'observation de la région d'interface (soulignée dans la figure III.16 (D)) montre que l'avant-garde du bain de fusion s'étend sur une distance de moins de 5 μm à partir de la couche précédente. En fait, la solidification monophasée austénitique peut apparaître sous une vitesse de refroidissement relativement faible, la transformation ferritique étant bloquée par la haute teneur en Ni de l'inox 316L. Un gradient de température du fond du bain de fusion à la surface supérieure peut conduire à une force motrice de la croissance des grains lorsque le faisceau laser irradie le bain en fusion. Toutefois, la vitesse de solidification du bain de fusion peut atteindre des valeurs aussi élevées que 10^6 à 10^8 K/s lorsque le laser a quitté zone d'interaction [1]. Le développement de cristaux importants d'austénite est donc évidemment limité en raison du manque de temps pour la croissance des grains.

III.3.3 Effet de la variable d'environnement

III.3.3.1 Effet de la nature des gaz

Afin d'étudier le rôle de la nature de l'atmosphère environnante sur le processus, les trois gaz fréquemment utilisés en protection (Ar, N₂ et He) et l'hydrogène H₂ (comme désoxydant) ont été mélangés dans des proportions variables pour former 10 types d'atmosphère contrôlée.

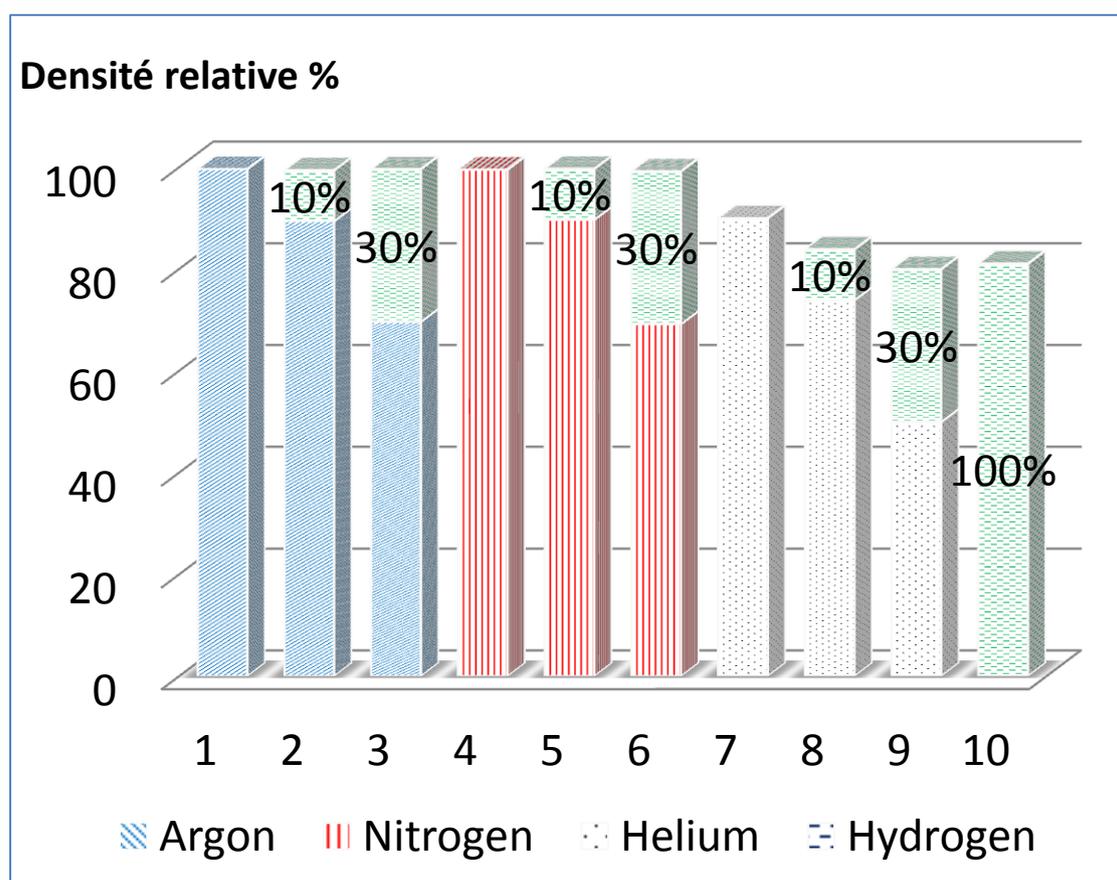


Figure III.17 Evolution de la densité relative de dépôts d'INOX 316L dans différentes atmosphères avec une puissance laser de 100 W et une vitesse de balayage de 0.3 m/s; le pourcentage indique le taux d'hydrogène dans l'atmosphère

La figure III.17 présente l'évolution de la densité relative de dépôts d'inox 316L réalisés avec une vitesse de balayage de 0,3 m/s et une puissance laser de 100 W, en fonction de la composition de l'atmosphère de protection.

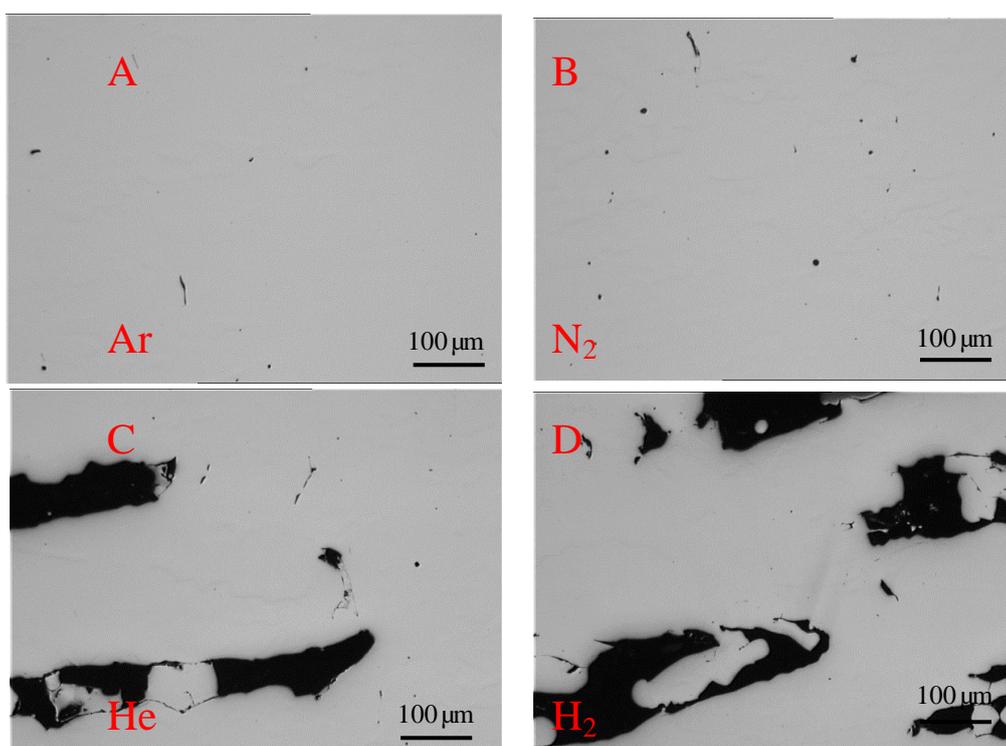


Figure III.18 Microstructure de dépôts d'inox 316L obtenus sous différentes compositions d'atmosphère de protection (Ar, N₂, He, H₂) pour des paramètres laser identiques (0.3 m/s, 100 W).

Il apparaît que les échantillons réalisés sous Ar et N₂ et leur mélange avec H₂ disposent d'une densité relative supérieure à 99% (Figures III.18 (a) et (b)), alors que les densités des échantillons réalisés sous He ou en mélange He/H₂ sont au-dessous 90% avec les mêmes paramètres laser. La formation des porosités dans les échantillons réalisés sous He et H₂ est vraisemblablement provoquée par une densité d'énergie trop faible. Ceci illustre donc le rôle de l'atmosphère dans la transmission d'énergie du

faisceau laser. En fait, sous l'influence de la haute température de surface dans la zone d'impact du faisceau laser, l'atmosphère environnante peut être ionisée. Cette ionisation a alors un double effet: d'une part elle occulte une partie du rayonnement laser en direction de la surface (effet de "bouclier"), d'autre part elle permet d'améliorer le transfert d'énergie par l'intermédiaire des chocs des espèces excitées avec la surface.

Les différents gaz possèdent des densités électroniques moyennes différentes lorsqu'ils sont ionisés avec une même quantité d'énergie. Les énergies d'ionisation des quatre gaz utilisés dans nos essais sont présentées dans le tableau 4. Un plasma étant formé, il apparaît important que sa conductivité électronique et donc thermique soit maximale et constante. Selon Rombouts [10], la clé du maintien de l'équilibre du plasma est un apport d'énergie continue. Si le plasma est séparé du bain de fusion, le transfert de l'énergie sera réduit. C'est déductivement la raison de la chaîne des pores observée dans les pièces traitées sous He (Figures III.18 (c) et (d)). En regard, une connexion entre le bain de fusion et le plasma plus facilement formé par Ar ou N₂ peut renforcer l'apport d'énergie du laser. Ainsi, une densité maximale des pièces est obtenue avec ces deux gaz. L'influence de H₂ comme désoxydant apparaît relativement faible en raison de la faible teneur en oxygène au cours des expériences (<0.5%) et peut être d'une localisation préférentielle dans la partie supérieure de la chambre de travail en raison de sa faible densité

Tableau III.3 Énergies d'ionisation des gaz de protection [11]

Gaz de protection	Ar	N ₂	He	H ₂
Énergies d'ionisation /eV	15.7	15.5	24.5	14.9

III.3.3.2 Effet d'un préchauffage de la poudre sur la densité et la précision dimensionnelle des dépôts

La figure III.19 montre l'effet de la température de préchauffage de la poudre sur la densification des dépôts d'inox 316L. Une petite chaîne de pores alignés dans la direction de balayage peut être observée dans la section de l'éprouvette sans préchauffage qui présente un taux de densification de 98,6%. Quand la température de préchauffage est portée à 100 °C, la ligne intermédiaire de pores est réduite, résultant en une augmentation de la densité apparente jusqu'à 99%. Lorsque la température de préchauffage est augmentée à 150 °C, la section transversale présente une structure homogène et la densité apparente s'élève à 99,4% et pour 200 °C à 99,7%.

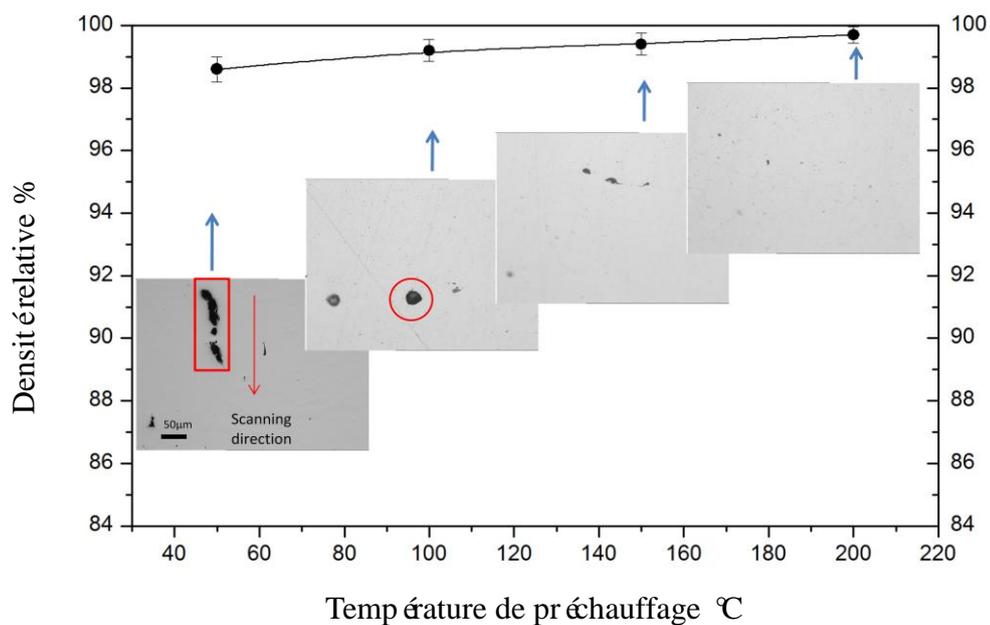


Figure III.19 Evolution de la densité des échantillons en fonction de la température de préchauffage de la poudre

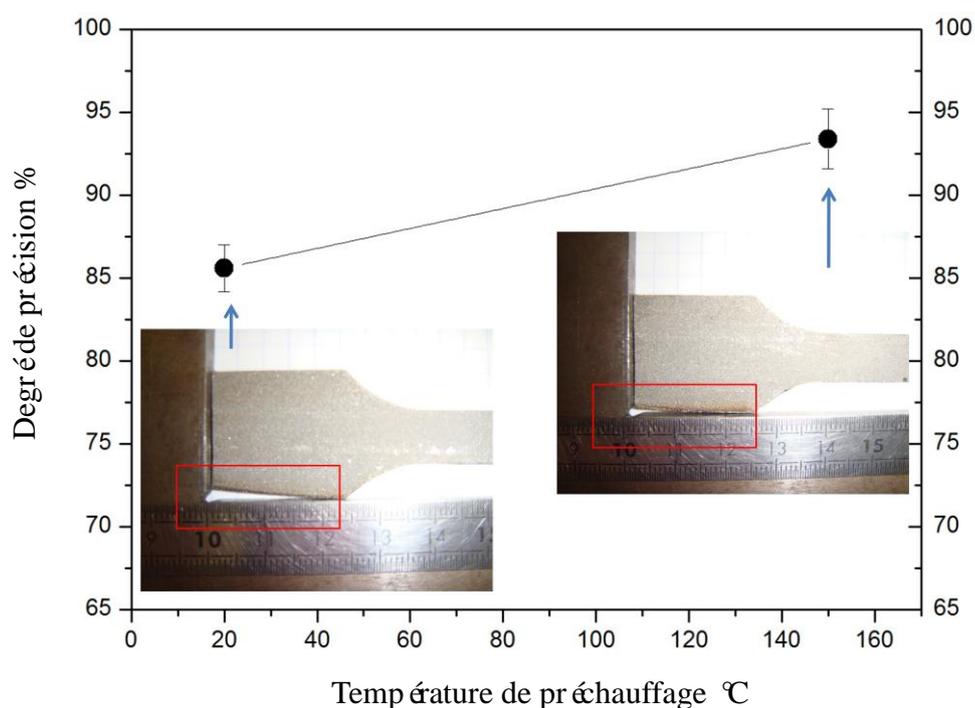


Figure III.20 Evolution de la précision dimensionnelle des échantillons en fonction de la température de préchauffage

La figure III.20 montre l'effet de la température de préchauffage de la poudre sur la précision dimensionnelle des pièces SLM. Il peut être constaté que le pied de l'éprouvette de traction a été fortement déformé en l'absence de préchauffage (température de la chambre 20 °C), avec un taux de déformation qui peut atteindre environ 15%. Quand le lit de poudre est chauffé à 150 °C, le taux de déformation est fortement diminué vers environ 7%. D'une façon générale une vitesse élevée de refroidissement peut causer de fortes contraintes thermiques résiduelles pendant le processus et donc des déformations. Ainsi ce phénomène peut conduire non seulement à une faible précision dimensionnelle mais aussi à une obstruction lors de la mise en place de la couche de poudre suivante. Une fois les paramètres laser optimum sélectionnés, l'augmentation de la température du lit de poudre peut donc être considérée comme une méthode efficace d'amélioration de la qualité des dépôts. Shiomi [12] a montré par exemple que le taux de contrainte thermique résiduelle peut être réduit de 40% lorsque le substrat est chauffé à environ 160 °C; cette observation correspond bien au changement de taux de déformation (15% à 7%) observé dans notre travail.

III.3.4 Résistance à la traction et module d'Young des dépôts SLM d'inox 316L

Deux positions des éprouvettes de traction (A et B, figure III.21) ont été utilisées. Le principe d'un positionnement vertical (position A) est le plus communément utilisé en fabrication additive à cause de sa faible interaction avec le support de construction, ce qui facilite la production de quantités importantes. Le positionnement horizontal (B) implique moins de couches et correspond donc à une vitesse de fabrication plus rapide pour une seule pièce. Ainsi les positionnements A et B avec préchauffages à la température de 50 °C et 150 °C ont été considérés dans cette section.

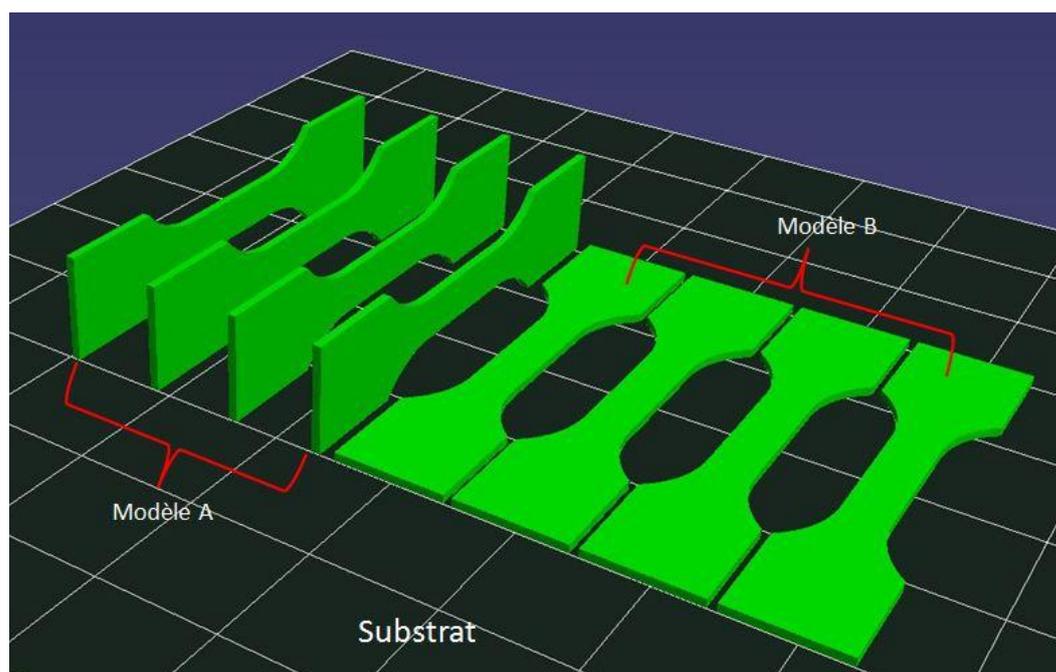


Figure III.21 Positionnement des éprouvettes de traction

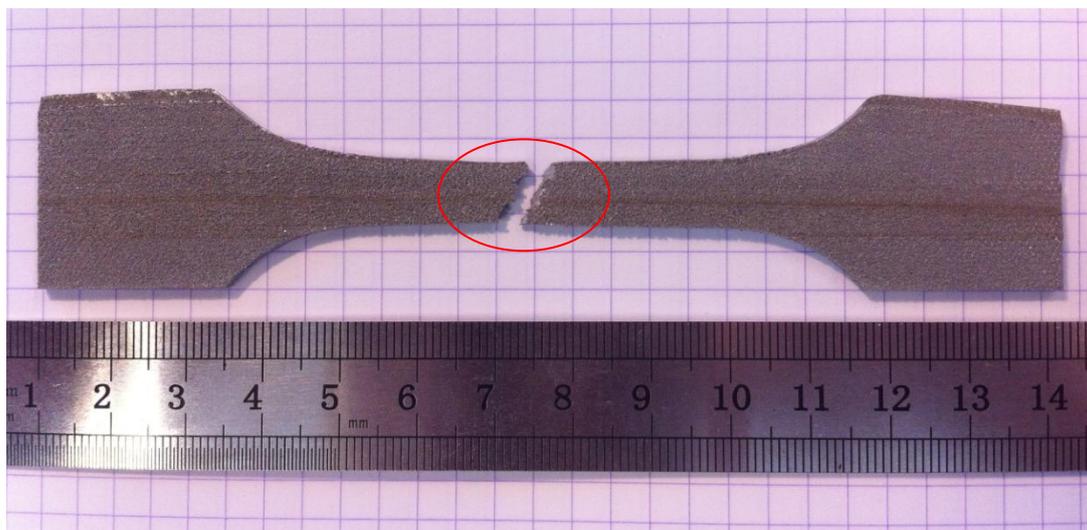


Figure III.22 Photographie d'une éprouvette de traction après le test

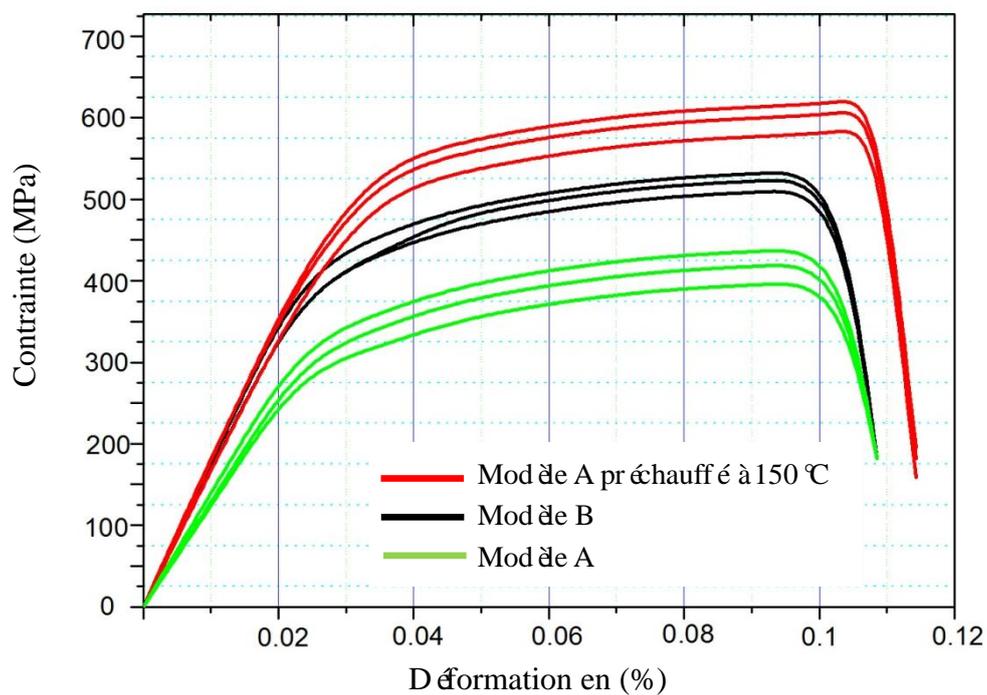


Figure III.23 Courbes contrainte-déformation des échantillons de traction en INOX 316L

Tableau III.4 Résultats des essais de traction

	Résistance à traction (MPa)	Module de Young (GPa)	Allongement %
Position A avec préchauffage à 50 °C	501.1 ±8.3	151.5 ±13.1	9.48%
Position B avec préchauffage à 50 °C	547.6 ±4.9	193.1 ±4.1	10.27%
Position A avec préchauffage à 150 °C	594.9 ±35.2	194.8 ±14.5	11.13%
INOX 316L moulé [13]	500-550	200	5%-10%

Les courbes typiques contrainte-déformation des éprouvettes de traction en inox 316L sont présentées dans la Figure III.18. Tous les échantillons présentent un module d'Young compris entre 150 et 200 GPa, une résistance à la traction située entre 500 et 600 MPa et un allongement à rupture environ 10%. La résistance à la traction et le module apparaissent relativement indépendants du positionnement de l'éprouvette et de la température de préchauffage; la rupture en traction a lieu au milieu de l'échantillon, comme en témoigne la Figure III.22. Le tableau III.4 compare les propriétés mécaniques des éprouvettes SLM avec le procédé de coulé conventionnel. Les éprouvettes de traction selon la position A possèdent une relativement plus faible résistance à la traction et un plus faible module de Young. Il est probable qu'un gradient de température se forme dans le sens de la direction de fabrication de l'éprouvette par suite de l'éloignement de la plaque support qui contient le dispositif de chauffage et conduise à une plus faible température de préchauffage de la partie supérieure des pièces, ce qui correspond à plus de défauts dans cette partie de

l'éprouvette. Les éprouvettes de traction réalisés avec la position B possèdent une résistance à la traction et un module de Young semblables à ceux obtenus avec le procédé de coulé. La partie principale des éprouvettes de traction est appuyé dans ce cas sur la plaque de base de la machine; on peut donc obtenir la même température de préchauffage sur toutes les parties de l'éprouvette. Ainsi moins de défauts et de contraintes internes se produisent dans les pièces construites selon la position B par rapport à la position A. Les échantillons selon la position A, avec une température de préchauffage de 150 ° C, possèdent une excellente résistance à la traction et un module d'Young constant. Le dépôt est soumis à un processus de refroidissement rapide qui conduit à une cristallisation plus fine par rapport à la méthode de coulé. L'affinage du grain peut conduire à un faible taux de contraintes internes et à d'excellentes propriétés mécaniques. Une combinaison de grains affinés et d'une faible porosité correspondant à une température de préchauffage élevée peut donc conduire à une résistance à la traction élevée se comparant favorablement avec les méthodes de fabrication conventionnelles.

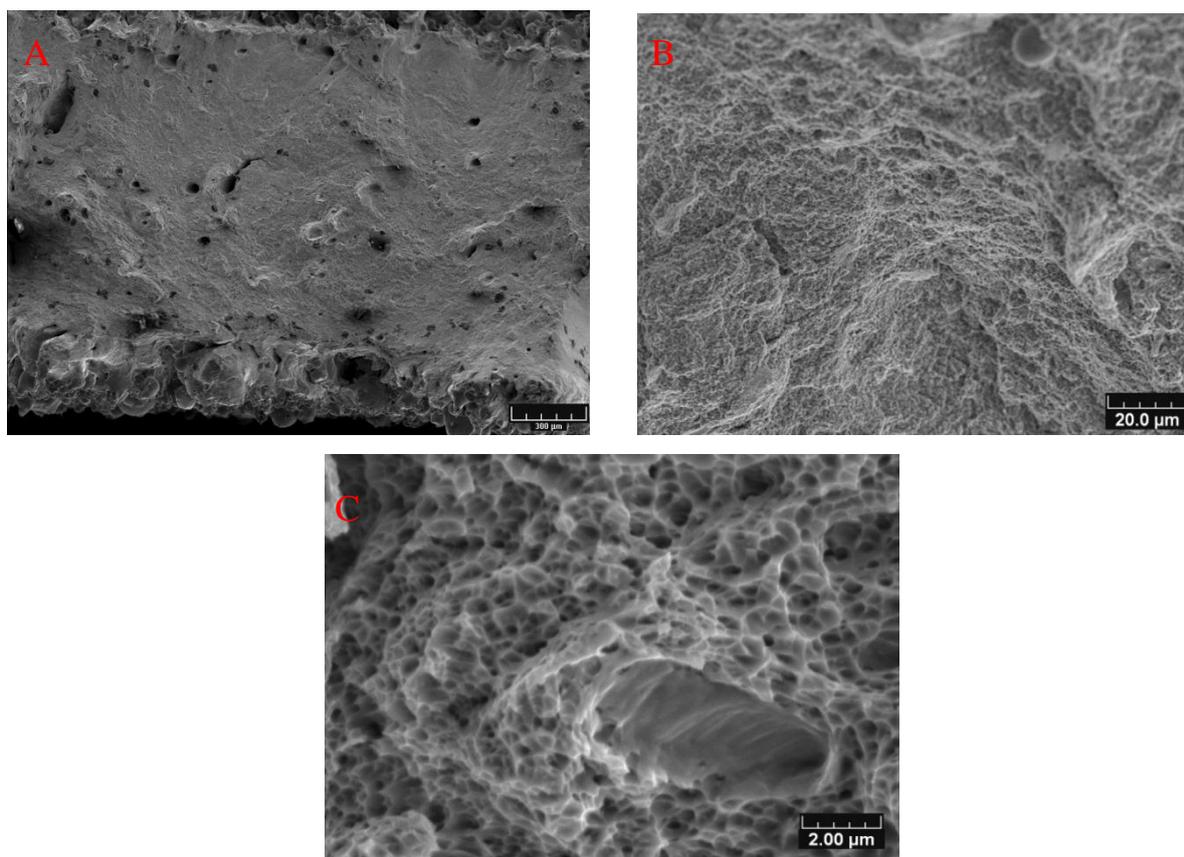


Figure III.24 Morphologie de la fracture des éprouvettes selon la position A de construction

Les surfaces de fracture ont également été observées par MEB afin d'identifier les modes de propagation des fissures. Les figures III.24, 25 et 26 présentent les morphologies de fracture des échantillons selon les deux orientations de fabrication et pour une température de préchauffage de 150 °C (Tableau III.4). Il est évident que la taille et la quantité de défauts dans l'échantillon construit selon la position A (Figure III.24) sont plus grandes que ceux des deux autres types d'échantillons (Figures III.25 et 26).

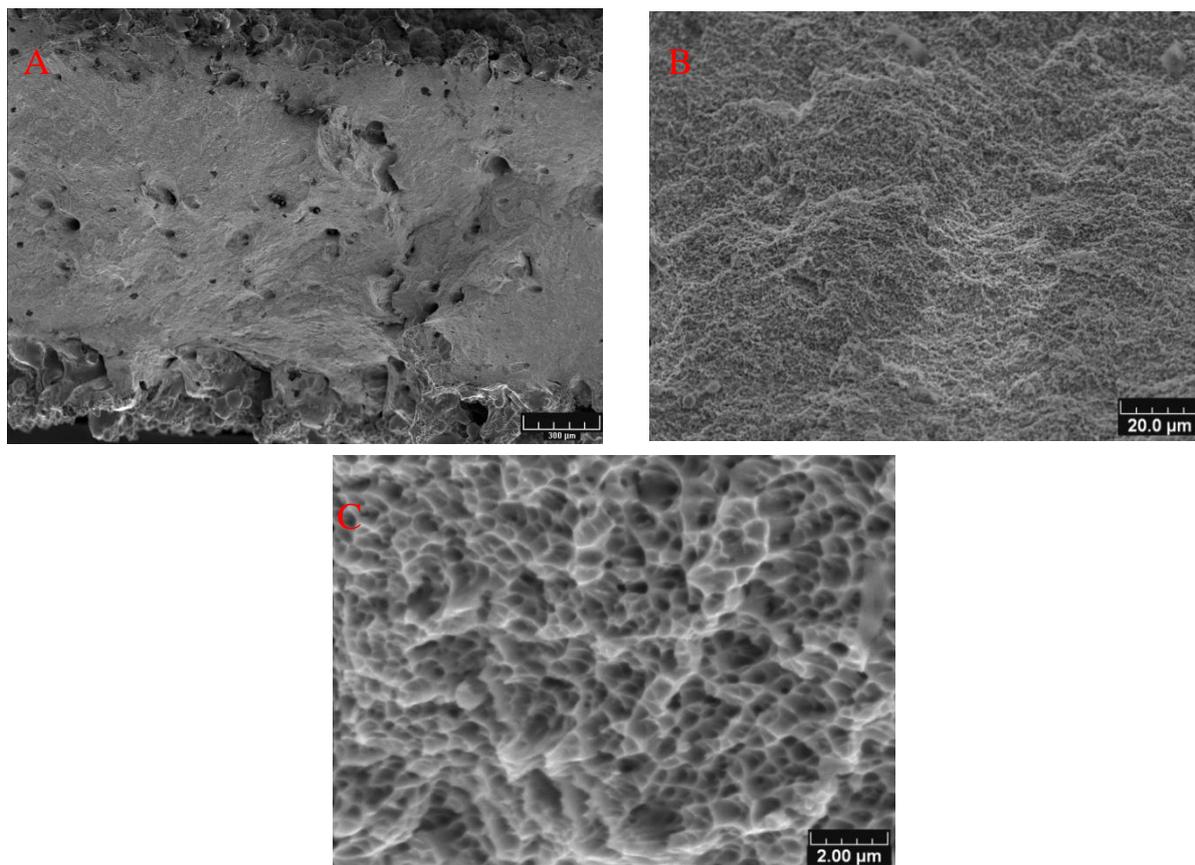


Figure III.25 Morphologie de la fracture des éprouvettes selon la position B de construction.

Des indices de fragilité peuvent être observés sur la surface de fracture de l'éprouvette construite selon la position A, comme l'agrandissement le montre en Figure III.24. La valeur relativement faible du module de Young et de la résistance à la traction des échantillons élaborés selon la position A sans préchauffage confirme le fait que les défauts et une rupture fragile sont les principales causes des propriétés mécaniques réduites des échantillons correspondants.

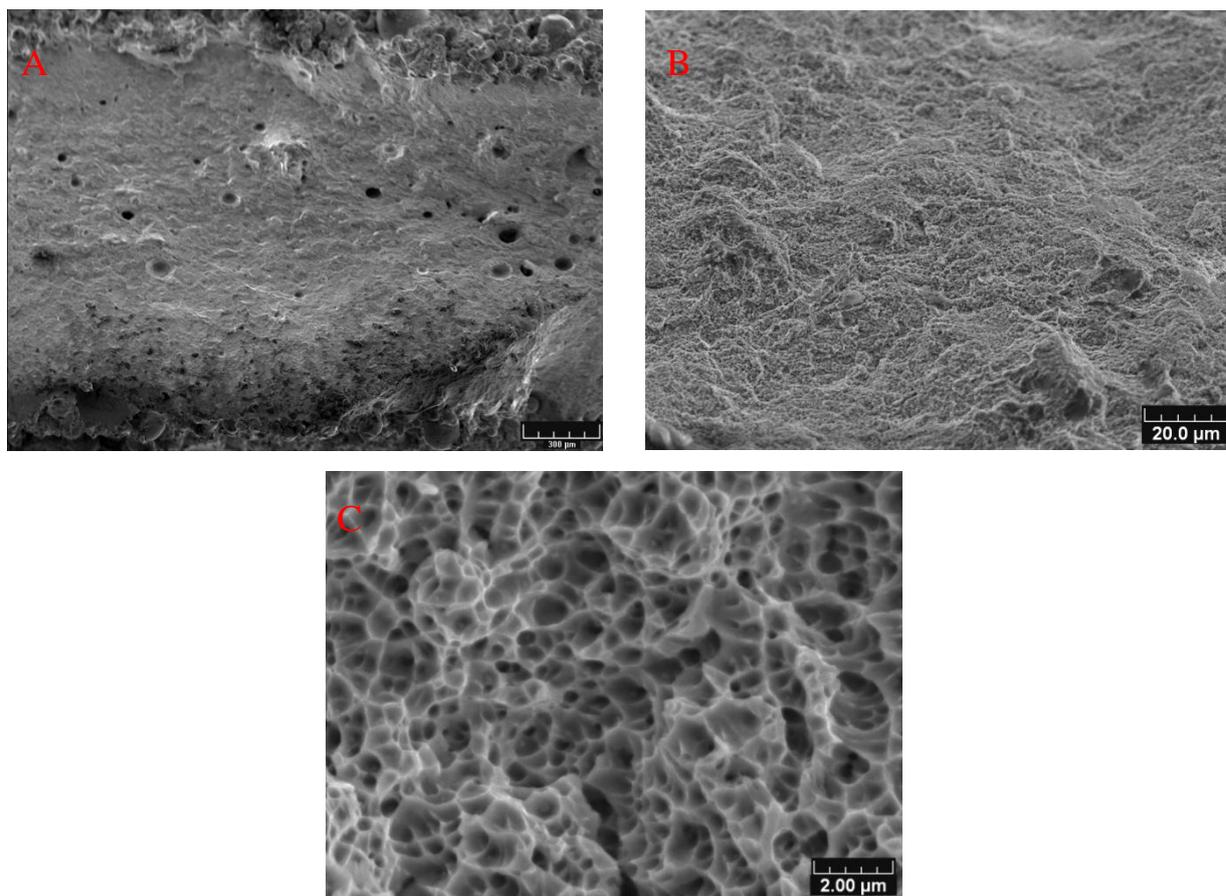


Figure III.26 Morphologie de la fracture des éprouvettes selon la position A de construction avec une température de préchauffage de 150 °C.

III.4 Conclusion

Selon les observations effectuées lors de l'élaboration par SLM d'échantillons en fer et en Inox 316 L, sept points importants ont été identifiés:

- (i) La transmission du faisceau laser au travers de la couche de poudre diminue lorsque la poudre devient plus fine et l'épaisseur de la couche plus élevée conduisant à une diminution de la capacité à refondre la couche sous-jacente.
- (ii) La section des cordons fondus peut être schématisée en trois parties selon leur histoire thermique: une zone fondue, une zone non fondue et une zone intermédiaire où les particules de poudre peuvent être agrégées sans être totalement fondues.
- (iii) Les caractéristiques microstructurales de la pièce évoluent en fonction de la densité d'énergie apportée par le faisceau laser (par exemple martensite secondaire → sorbite → perlite avec une diminution de la densité d'énergie).
- (iv) L'analyse de la formation de cordons indique qu'une puissance laser élevée et une faible vitesse de balayage sont nécessaires pour obtenir un angle de contact faible et donc un dépôt peu rugueux avec une faible porosité. Pour les matériaux considérés et dans le cadre des moyens utilisés, les paramètres optimaux sont les suivants: puissance laser $P = 100 \text{ W}$, vitesse de balayage $v = 0,3 \text{ m/s}$, épaisseur de la couche de poudre $e = 50 \text{ }\mu\text{m}$

- (v) Le plasma formé dans l'atmosphère au contact de la pièce joue un rôle important en ce qu'il participe aux processus d'échange énergétique. De ce fait une atmosphère d'argon apparaît préférable à une atmosphère d'hélium.
- (vi) La densité et la précision dimensionnelle des pièces peuvent être améliorées par l'utilisation d'une température de préchauffage élevée.
- (vii) Les essais de traction réalisés avec des échantillons élaborés avec une température de préchauffage élevée démontrent la possibilité d'obtenir une résistance à la traction élevée et un module de Young stable.

Références bibliographiques du chapitre III

- [1] A. Simchi, Mater. Sci. and Eng. A, 428 (2006) 148.
- [2] J.P Kruth, G. Levy, F. Klocke, T.H.C. Childs. CIRP Annals, 56 (2007) 730.
- [3] N.K. Tolochko, S.E. Mozzharov, I.A. Yadroitsev, T. Laoui, L. Froyen, V.I. Titov, J. Rapid Prototyping, 10 (2004) 78.
- [4] P. Fisher, N. Karapatis, V. Romano, R. Glardon, H. P. Weber, Appl. Phys. Mater. Sci. Process. 74 (2002) 467.
- [5] I. Yadroitsev, A. Gusarov, I. Yadroitsava, I. Smurov, J. Mater. Process. Tech, 210 (2010) 1624.
- [6] I. Yadroitsev, I. Smurov, Physics Procedia, 5 (2010) 551.
- [7] N. Eustathopoulos, M.G. Nicholas, B. Drevet, Wettability at High Temperatures, Pergamon Press, Oxford, 1999
- [8] I. Yadroitsev, I. Smurov, Physics Procedia, 5 (2010) 551.
- [9] A.V. Gusarov, I. Smurov, A. Ostendorf, T. Graf, D. Petring, A. Otto, in Lasers in Manufacturing, ed. (2009) 807.
- [10] M. Rombouts, J.P. Kruth, L. Froyen, P. Mercelis, CIRP Annals - Manufacturing Technology, 55 (2006) 187.
- [11] A. von Engel, Ionized Gases, Clarendon Press, Oxford, 1965.
- [12] M. Shiomi, K. Osakada, K. Nakamura, T. Yamashita, F. Abe, CIRP Annals - Manufacturing Technology, 53 (2004) 195.
- [13] http://www.askzn.co.za/tech/tech_grade_316.htm

Chapitre IV

Cas de la fusion sélective du titane sous vide

CHAPITRE IV Cas de la fusion sélective du titane sous vide

Ce quatrième chapitre porte principalement sur l'utilisation de la nouvelle machine de fusion sélective sous vide destinée à élaborer principalement des pièces en titane. La qualité des pièces en titane obtenues a été analysée en termes de morphologie et de densité. L'effet de la pression est discuté du point de vue des plasmas et de la thermodynamique.

IV.1 Introduction

Le Ti pur et ses alliages, en raison de leur rapport résistance-poids élevé sont largement utilisés dans l'aéronautique et d'autres domaines comme le biomédical par exemple [1, 2]. Les applications aérospatiales et aéronautiques comprennent principalement les turbines à gaz pour les avions militaires et commerciaux et d'autres moteurs pour les missiles et autres véhicules [3, 4]. Dans la plupart des moteurs d'avions, les pièces en Ti et alliages constituent 20 à 30% du poids du moteur. Cependant, l'application des processus de métallurgie des poudres dans ce domaine est très limitée car les processus de fabrication des poudres de Ti sont coûteux [5-7]. Une autre considération importante dans la fabrication de pièces en titane par la métallurgie des poudres est le contrôle de la teneur en oxygène [8]. Le développement d'un système SLM sous vide, objet de notre travail, devrait permettre de fabriquer des pièces métalliques dans un environnement de très faible pression (environ 1×10^{-4} bar). Les phénomènes d'oxydation devraient donc pouvoir être évités. Par ailleurs,

L'élimination du gaz entre les particules devrait permettre aussi d'éviter les éjections de particules sous l'effet de l'expansion provoquée par l'irradiation laser. De même, la présence de bulles de gaz conduisant à des porosités devrait pouvoir être éliminée grâce à l'environnement à basse pression lorsque le bain fondu est formé. Toutefois, le point d'ébullition du métal sous vide sera abaissé et de nouveaux phénomènes physiques pourront sans doute être observés.

La poudre utilisée a été décrite dans la section II.3; il s'agit de Ti pur de forme sphérique dans la gamme de taille allant de 10 μm à 60 μm ($d_{0,5}=30,4 \mu\text{m}$). Les paramètres laser utilisés dans cette section sont présentés dans le tableau IV.1.

Tableau IV.1 Paramètres laser utilisés pour l'étude de réalisation d'échantillons de titane en SLM sous vide.

Puissance de laser (P)	70-100 W
Vitesse de balayage (V)	0.01-0.2 m/s
Faisceau de laser (Φ)	50 μm
Epaisseur de couche de poudre (E)	50 μm

IV.2 Analyse de phases

Une série d'échantillons en titane a été réalisée pour des vitesses de balayage de 0,01 m/s; 0,10 m/s et 0,10 m/s en double balayage. Seuls les pics de diffraction correspondant à la phase hexagonale compacte (hcp) du Ti sont observés dans les diffractogrammes (figure IV.1)

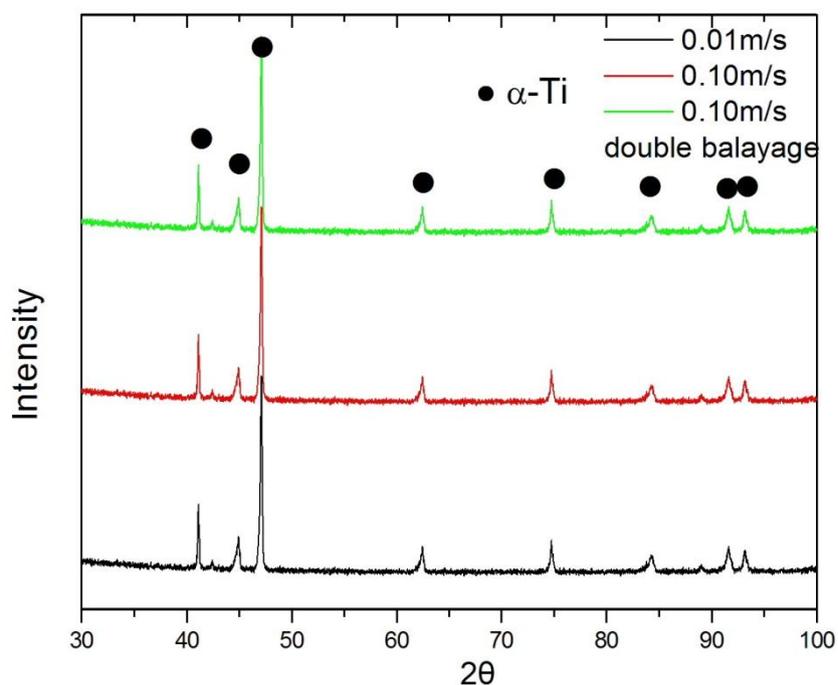


Figure IV.1 Diffractogramme de RX pour les échantillons de titane élaborés sous vide

IV.3 Morphologie et rugosité des surfaces de Ti élaborées sous vide pour différents paramètres laser

La comparaison d'évolution de la rugosité de surface des échantillons élaborés sous vide et sous argon est présentée dans la Figure IV.2.

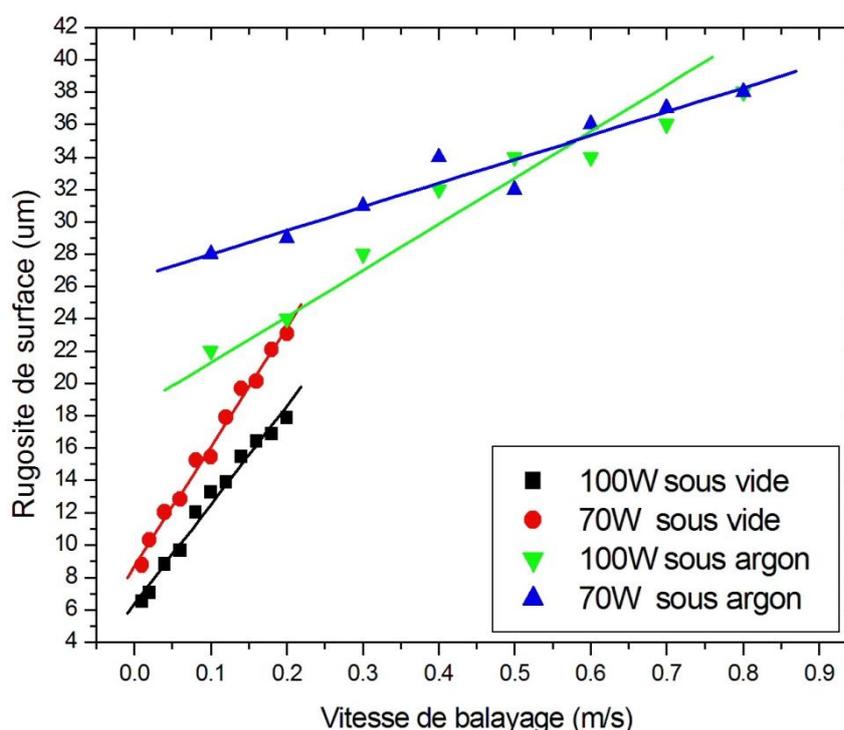
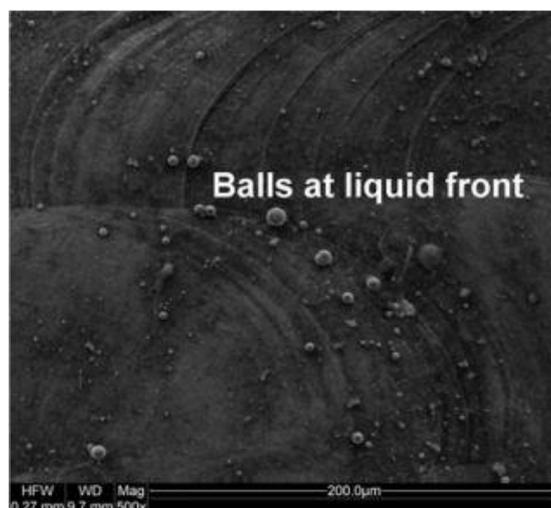


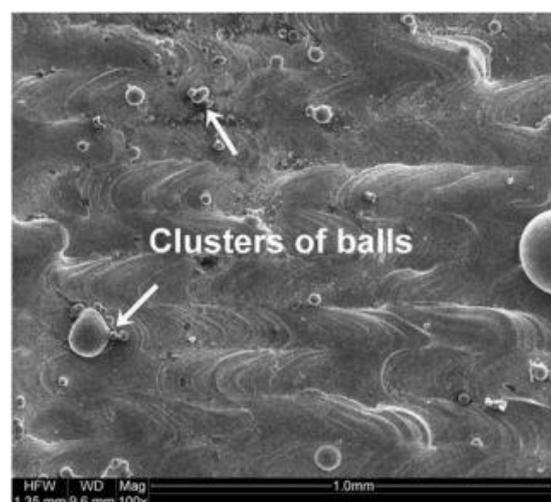
Figure IV.2 Rugosité de surface des échantillons pour différentes vitesses de balayage et 2 puissances laser sous vide et sous argon (les données des essais sous argon ont été fournies par Gu).

La rugosité de surface pour une puissance laser 100 W sous vide est réduite de 17.6 µm à 6.5 µm quand la vitesse de balayage passe de 0.20 m/s à 0.01 m/s. Pour une puissance de 70 W sous vide, cette évolution est encore plus accentuée. A titre de comparaison, la rugosité de surface d'échantillons élaborés par SLM sous argon suit une évolution comparable mais avec une évolution plus limitée. Ainsi la rugosité est

réduite de $38\ \mu\text{m}$ à $22\ \mu\text{m}$ lorsque dans la vitesse de balayage passe de 0.8 à $0.1\ \text{m/s}$.



(a) 90W, 0.10 m/s, argon



(b) 90W, 0.20 m/s, argon

Figure IV.3 Morphologies de surface des échantillons élaborés sous argon à pression atmosphérique pour différentes vitesses de balayage et puissances laser [9].

Fait intéressant, la morphologie de surface des échantillons élaborés sous vide est très différente de celle des échantillons élaborés sous argon. Il est évident que les imperfections de surface des échantillons élaborés par SLM traditionnelle sont principalement dues au phénomène de "balling", déjà mentionné par Gu [9], comme

montré dans la figure IV.3. Deux types de phénomène "balling" peuvent se produire sur la surface des pièces élaborées par SLM.

A faible vitesse de balayage, la viscosité dynamique du Ti liquide diminue. La combinaison de la surchauffe, résultant d'une longue durée d'exposition du bain liquide, avec une faible viscosité conduit à une instabilité élevée du bain fondu. Des gouttelettes de liquide de petite taille ont alors tendance à éclabousser la surface, comme le montre la figure IV.3 (a).

Lorsque la poudre est fondue sous le faisceau laser, des gradients de température importants se forment à l'intérieur du bain de fusion. Ces gradients de température dans le bain ajoutés aux gradients de tension de surface causent l'effet de convection dit de Marangoni. La formation de ces courants de convection à l'intérieur du bain a tendance à augmenter la valeur de la force thermocapillaire et l'instabilité du liquide [10]. Plus la vitesse de balayage est importante, plus la convection de Marangoni et l'instabilité capillaire sont fortes. Le courant radial intérieur conduit alors à la sphéroïdisation du liquide vers le centre du faisceau laser et augmente la tendance à la formation de billes relativement plus grosses, comme montré dans la figure IV.3 (b).

Au contraire, l'utilisation d'une très faible vitesse de balayage et d'une puissance laser élevée sous vide conduit à un bain de fusion stable et évite l'apparition des deux phénomènes de "balling".

Les figures IV. 4, 5 et 6 illustrent les morphologies de surface caractéristiques des échantillons de Ti élaborés sous vide. Les petites billes métalliques (diamètre 100 μm)

produites sur la surface pendant le processus SLM sous argon à pression atmosphérique disparaissent sous vide. Pour une faible vitesse de balayage (0.01 m/s), les échantillons présentent une surface lisse sans porosité. Par contre une porosité à grande échelle apparaît avec l'augmentation de la vitesse de balayage (Figure IV.5). Ceci semble indiquer un faible taux de fusion de la poudre et un mécanisme de frittage en phase semi-liquide. Probablement en raison de la faible conductivité thermique du Ti pur (21.9 W/(m.K)) [11], on constate qu'un double balayage ne change pratiquement pas la morphologie des échantillons (Figure III.6).

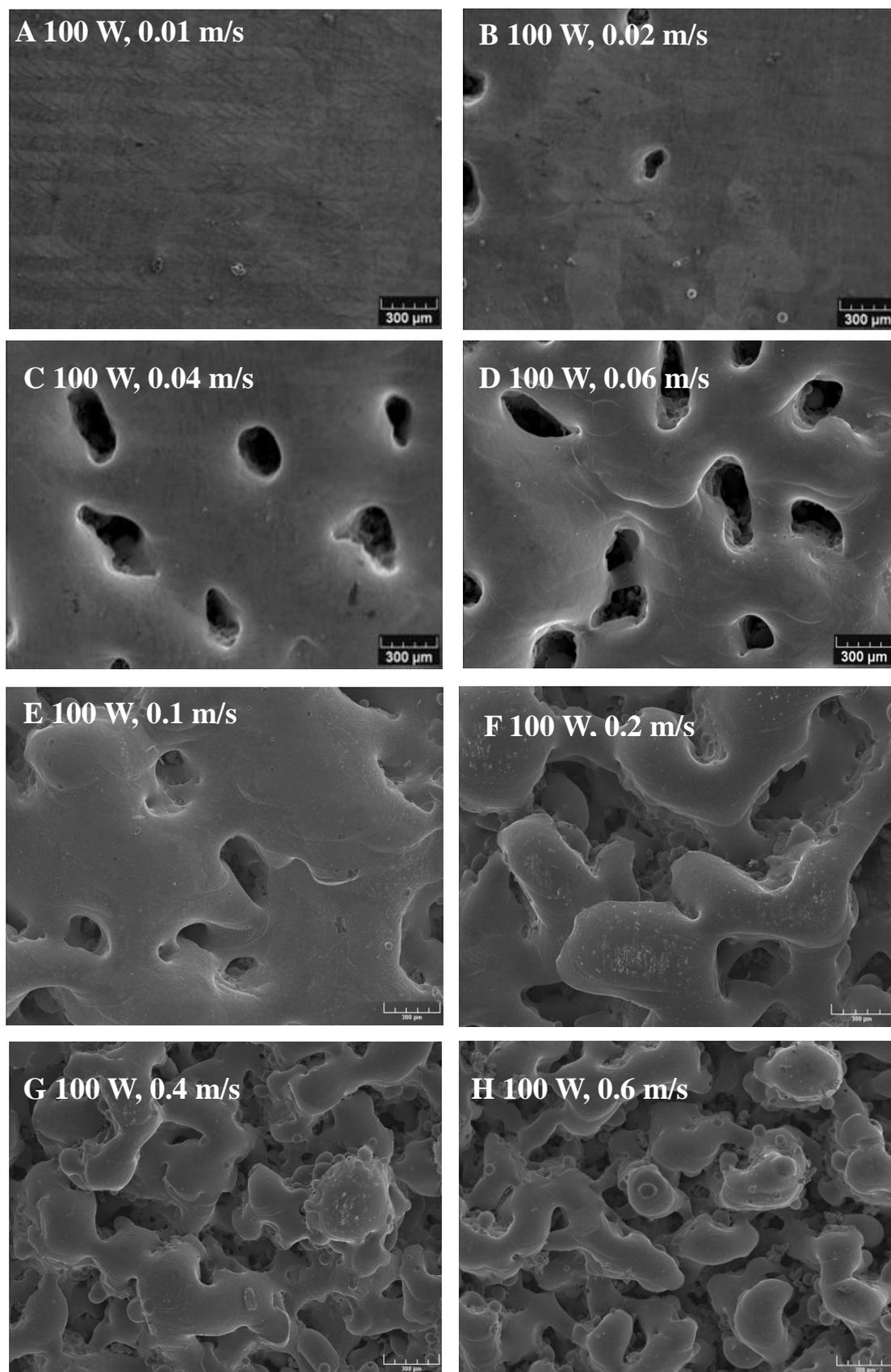


Figure IV. 4 Morphologie de surface des échantillons pour différentes vitesses de balayage et une puissance laser de 100 W

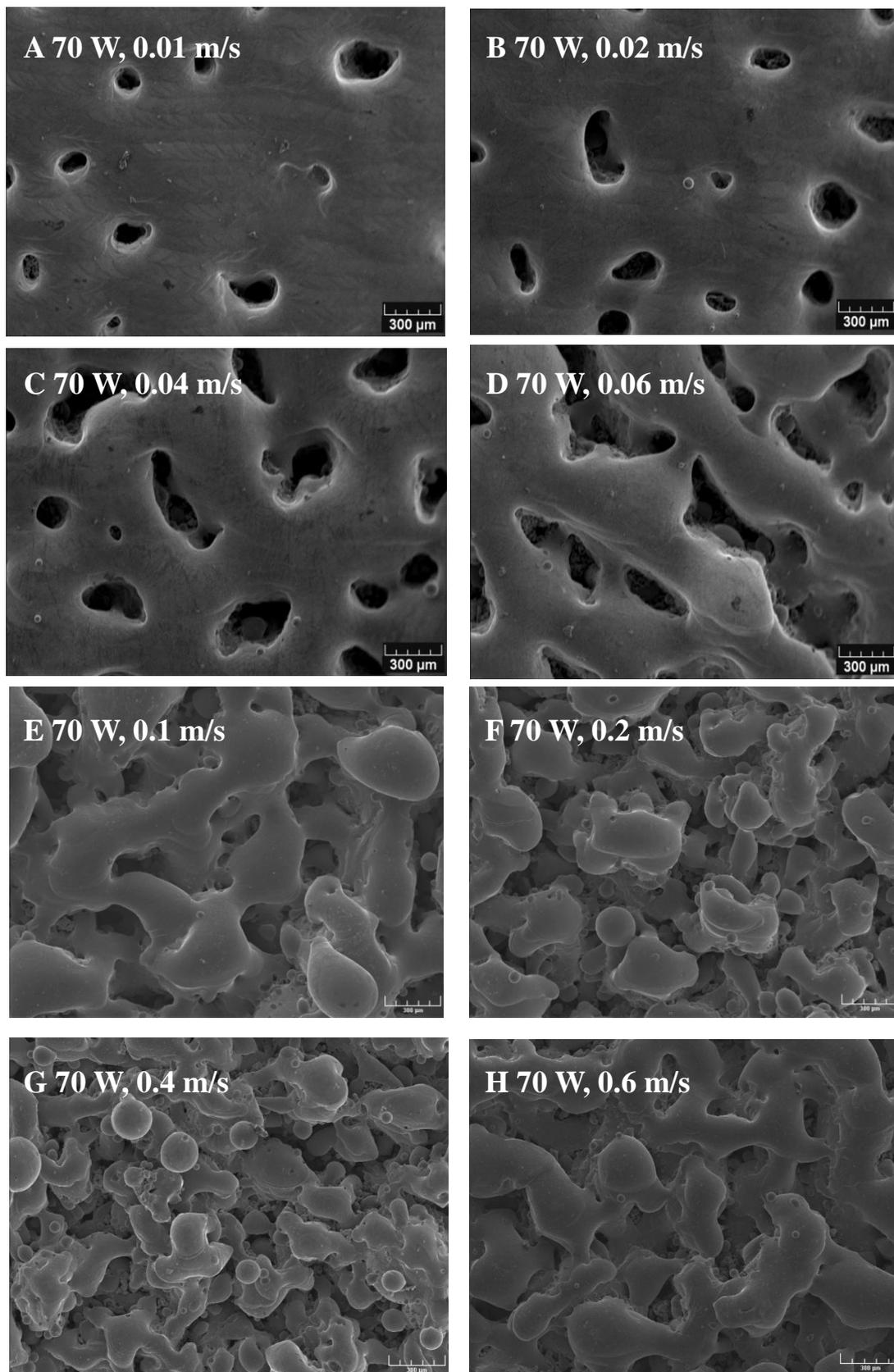


Figure IV. 5 Morphologie de surface des échantillons pour différentes vitesses de balayage et une puissance laser de 70 W

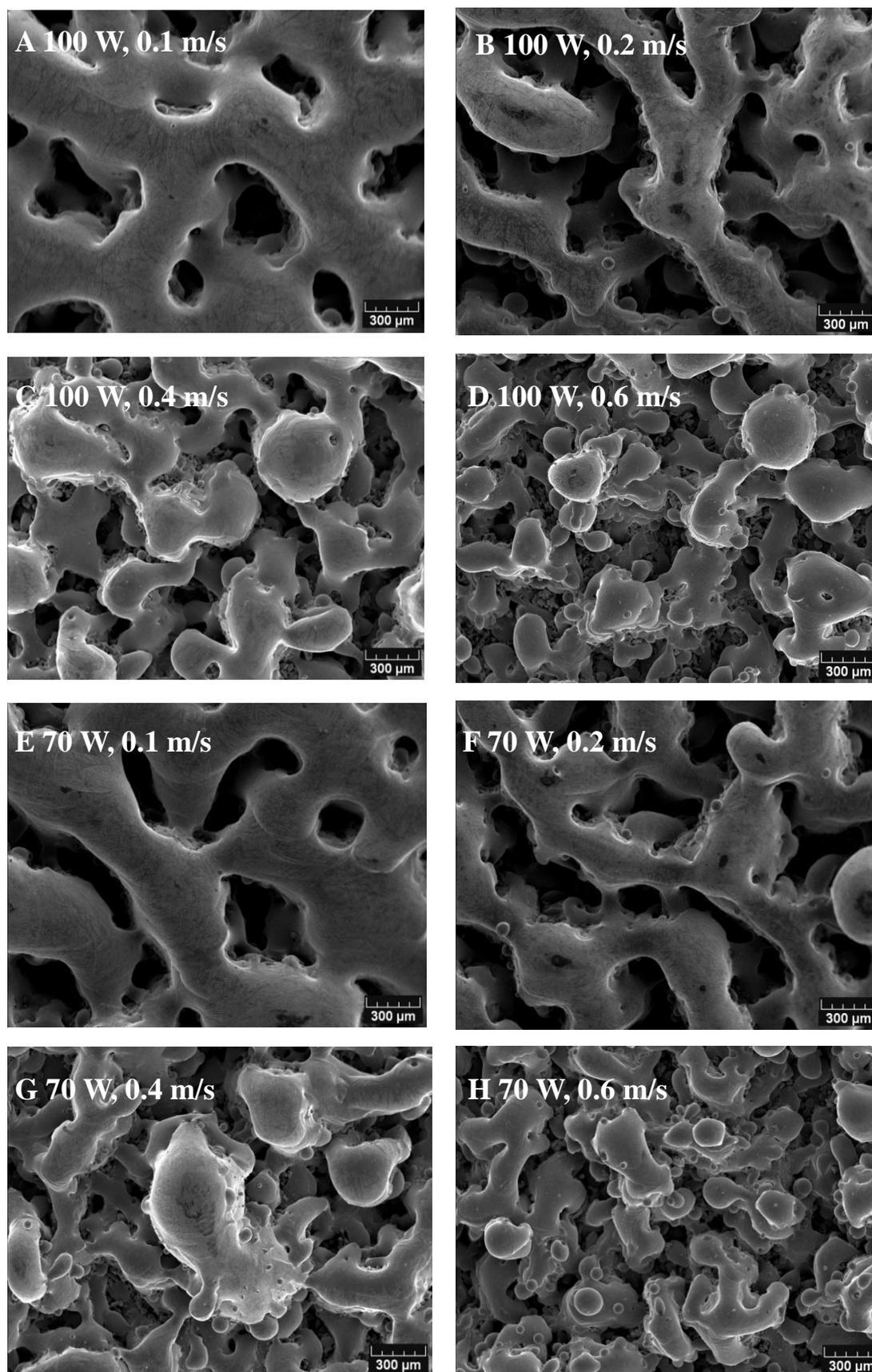


Figure IV. 6 Morphologie de surface des échantillons pour différentes vitesses de balayage et deux puissances laser pour un double balayage

IV.4 Evolution de la densité des échantillons élaborés sous vide

L'évolution de la densité des pièces en Ti élaborées sous vide selon différents paramètres SLM est présentée dans la figure IV.7. Pour de très faibles vitesses de balayage, le taux de densification obtenu est proche de 100%. Pour des vitesses de balayage passant de 0,1 à 0,6 m/s la porosité augmente très rapidement, passant de 5% à 35%. En cas de double balayage, très curieusement le taux de porosité apparent à plutôt tendance à augmenter, ce qui pourrait peut-être témoigner d'un processus de vaporisation du métal.

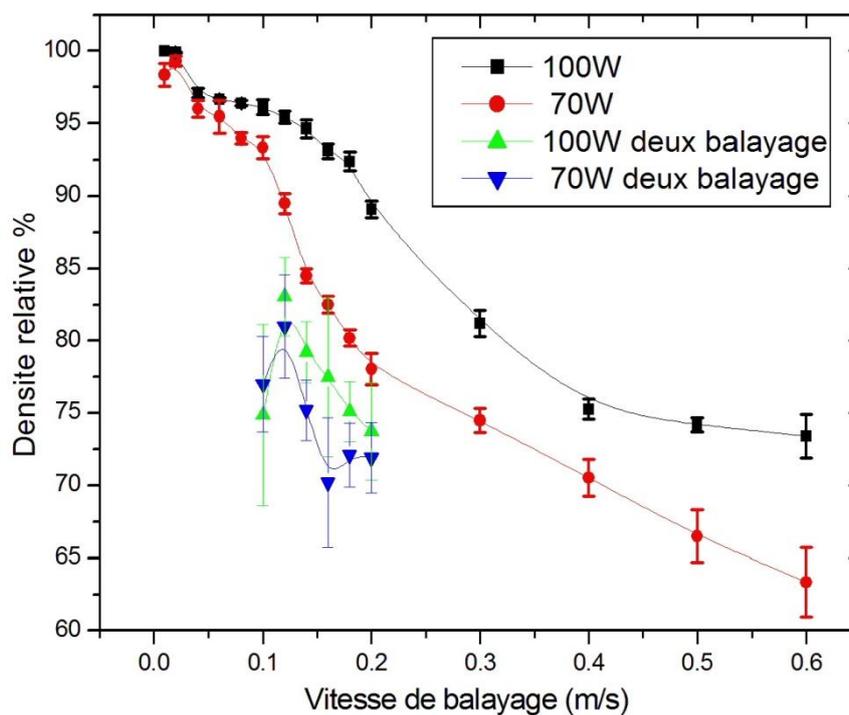


Figure IV.7 Evolution de la densité des échantillons élaborés sous vide en fonction de la vitesse de balayage

IV.5 Evolution de la microstructure des échantillons

Les structures cristallines de la poudre initiale et des échantillons sont présentées dans les figures IV.8 et IV.9. La structure initiale de la poudre est complètement transformée après le traitement SLM sous vide. Des grains homogènes affinés en forme de lattes avec une longueur d'environ 20 μm sont observés pour une très faible vitesse de balayage (0,01 m/s), comme le montre la figure IV.9 (a). Ces grains correspondent à la phase α hcp du titane. Lorsque la vitesse passe à 0,02 m/s, la taille de grain augmente de 20 à 100 μm environ (figure IV.9 (b)). Selon Lütjering [12], le titane présente une transformation allotropique de phase à 882,5 $^{\circ}\text{C}$, passant d'une structure hexagonale compacte (hcp) (phase α) à une structure cubique centrée (bcc) (phase β). Le flux du liquide et la vitesse de solidification déterminent donc la formation des phases observées à l'état solide. Selon Greenwald et al. [13], la vitesse de solidification d'un bain de fusion soumis à un gradient ΔT peut être exprimée par la formule empirique:

$$\Delta T = -\frac{2abc^{\frac{3}{2}}}{t^2-c^2} = (2.07 \times 10^4)V^{1.2} \quad (\text{Eq. IV.1})$$

Dans cette relation les valeurs a, b, c sont des constantes obtenues par simulation; t est le temps d'existence du courant chaud. Pour une vitesse de balayage de 0,01 m/s, $\Delta T = 2,3 \times 10^4$ $^{\circ}\text{C}/\text{s}$. Donc quand une faible vitesse de balayage est utilisée, l'énergie déposée localement est élevée, ce qui conduit à une thermalisation élevée et à une température importante du bain. En raison de cette importante accumulation thermique dans le bain de fusion, le refroidissement qui se produit par conduction de

la chaleur du bain vers le substrat est lent ce qui permet une transformation complète de la phase β en phase α après solidification.

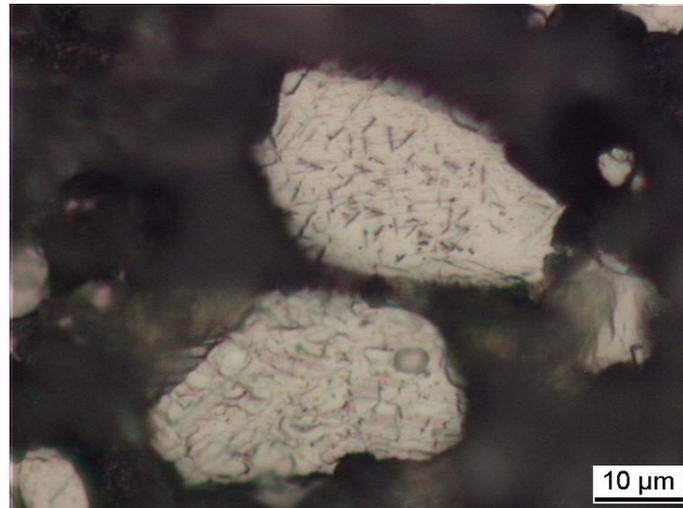


Figure IV.8 Microstructure de la poudre de Ti initiale

Pour une vitesse de balayage plus importante (0,10 m/s et 0.12 m/s) la transformation martensitique intervient et la phase α est en partie remplacée par une structure aciculaire relativement fine (phase α'), comme le montrent les figures IV. 9 (c) et IV. 9 (d). Selon la relation Eq. IV.1, pour une vitesse de balayage de 0.1 m/s, ΔT peut atteindre $3,45 \times 10^5 \text{ }^\circ\text{C} / \text{s}$. Le renforcement du gradient de température conduit ainsi à la transformation martensitique identifiée par la présence de la phase α' .

Pour un double balayage (figures IV.9 g et h), on observe un grossissement des grains. Cette augmentation de la taille de grain peut être vue comme un processus de revenu conduisant à une évolution normale de la taille de grain.

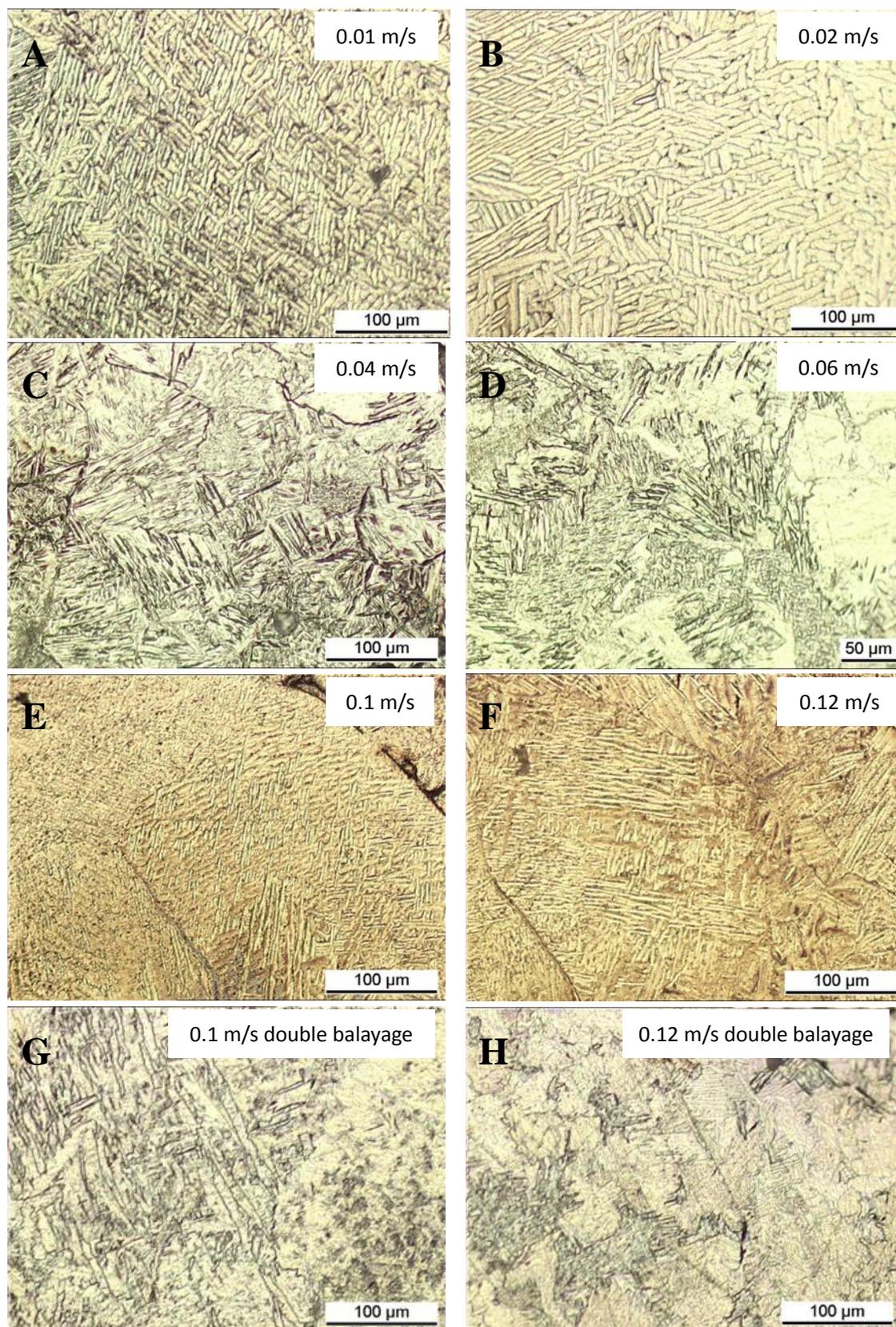


Figure IV.9 Microstructure des échantillons de titane élaborés sous vide

IV.6 Rôle de "bouclier" du plasma et de l'évaporation sous vide

Comme nous l'avons vu précédemment, par suite des réflexions multiples entre les particules de la couche de poudre, la profondeur de pénétration optique du faisceau laser est plus importante que pour un solide compact. Dans nos expériences, la durée de l'irradiation laser varie de 0,1 à 4 ms pour des vitesses de balayage allant de 0,01 m/s à 0,6 m/s. Ainsi, le temps de diffusion thermique pour une couche de poudre avec une diffusivité thermique de $0,5 \text{ à } 1 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ est d'environ 40 à 80 ms [14]. Dans un temps aussi court, la profondeur de diffusion thermique pendant l'interaction avec le faisceau laser est considérablement plus courte que le diamètre des particules ($< 35 \mu\text{m}$), ce qui conduit à un chauffage très rapide de la surface des particules. L'énergie absorbée est ensuite transférée aux particules adjacentes par diffusion thermique. La température de surface des particules peut donc facilement dépasser la température de fusion et atteindre même la température d'ébullition sachant que le taux d'absorption du rayonnement laser est plus important pour le liquide que pour le solide. Selon la relation de Clausius-Clapeyron [15]

$$\ln \left(\frac{P_2}{P_1} \right) = \left(\frac{\Delta H_{vap}}{R} \right) \times \left(\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2} \right) \quad (\text{Eq IV.2})$$

Pour P_1 (pression standard) = 1 bar, $T_1 = 3560 \text{ K}$ et $\Delta H_{VAP} = 431 \text{ kJ/mol}$ (variation d'enthalpie de passage de l'état liquide à l'état gazeux). Pour $P_2 = 10^{-4} \text{ bar}$, T_2 devient 2348 K. Ainsi, le point d'ébullition du bain de fusion diminue plus de 1000 K sous vide. Une vapeur de Ti intense est donc formée à partir du bain de fusion car le point

d'ébullition est très bas.

Cette étape d'évaporation est suivie par la formation d'un plasma et son expansion rapide dans le vide. Les observations faites au cours des expériences permettent de schématiser la formation de plasma selon 3 modes: (i) sous une pression relativement élevée de 1 mbar, un plasma se forme au-dessus du bain et participe au couplage énergétique, par le biais de sa bonne absorptivité du rayonnement laser et de sa conductivité élevée au contact du bain métallique; (ii) sous plus faible pression (0.2 mbar), un plasma se forme également et absorbe une grande partie de l'énergie du faisceau laser mais son contact avec la surface métallique est réduit et par conséquent la transmission d'énergie est faible, ce phénomène est appelé "bouclier plasma". (iii) sous très faible pression (10^{-2} mbar), le panache de plasma se dilate et sa densité se réduit et par conséquent le faisceau laser peut traverser le plasma et atteindre la surface du bain de fusion sous perte importante d'énergie. La figure IV. 10 schématise ces trois types de comportement.

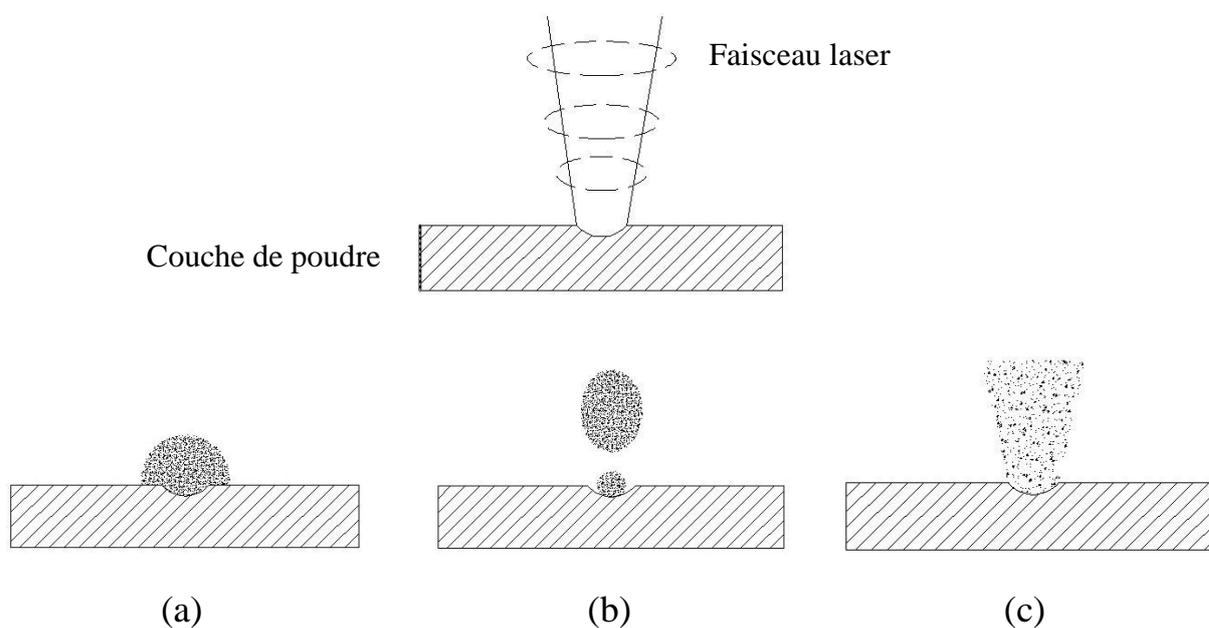


Figure IV. 10 Schéma de la forme du panache de plasma sous différentes pressions, (a) 1 mbar; (b) 0.2 mbar; (c) 1×10^{-2} mbar

IV.7 Evolution de la viscosité du bain de fusion sous vide

La figure IV.11 présente les sections superposées de 2 cordons uniques réalisés d'une part sous argon gazeux à la pression atmosphérique normale et d'autre part sous vide dans les mêmes autres conditions expérimentales (puissance laser 100 W et vitesse de balayage de 0,1 m/s). La partie A présente la section du cordon sous argon et la partie B celle du cordon réalisé sous vide. Il est évident que le cordon fondu sous vide présente une plus faible hauteur et une plus faible largeur.

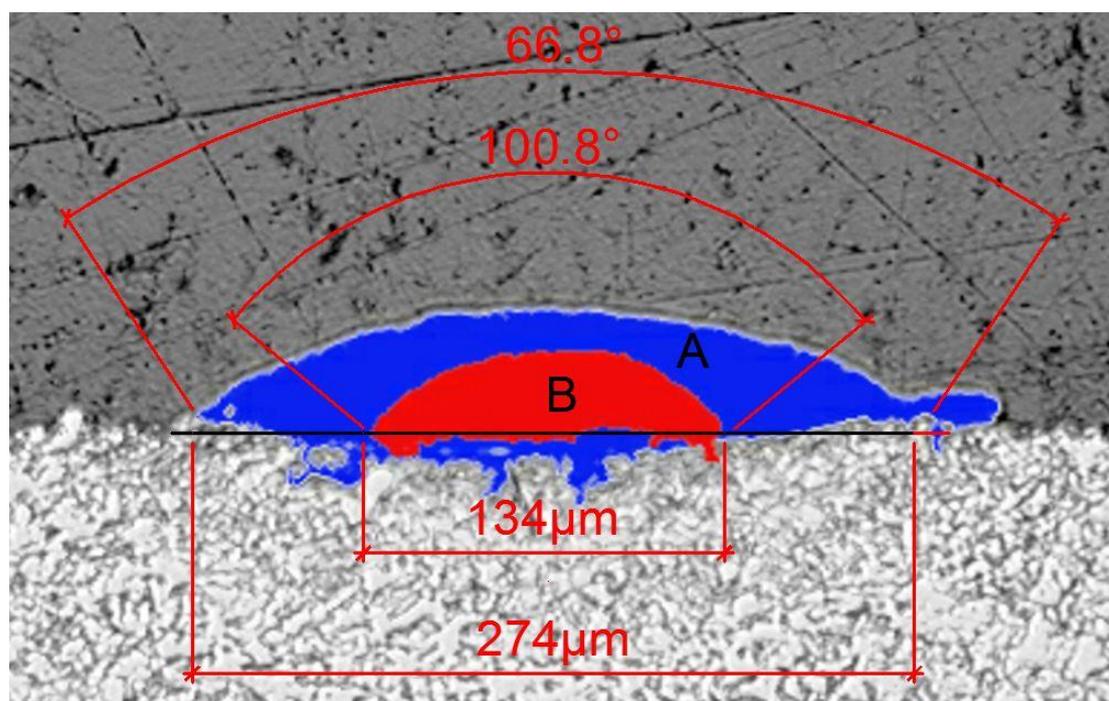


Figure IV.11 Evolution des profils de la section transversale de cordons réalisés sous la pression normale (A) et sous vide (B).

L'angle de contact Φ du cordon fondu sous vide est aussi plus grand que celui du cordon fondu à la pression atmosphérique d'argon ce qui pourrait être associé à la viscosité dynamique μ du bain de fusion qui dépend de la température T et peut être évalué par équation [16]

$$\mu = \frac{16}{15} \gamma \sqrt{\frac{m}{KaT}} \quad (\text{Eq.IV.3})$$

Dans laquelle m est la masse atomique (du titane) et γ est la tension superficielle du liquide. Selon le processus décrit précédemment, la diminution de pression conduit à un abaissement du point d'ébullition, et donc probablement de la température du bain.

Ainsi, la viscosité dynamique μ du liquide à l'intérieur du bain de fusion pourrait être augmentée sous vide. L'influence combinée d'une évaporation forte et d'une haute viscosité pourrait donc être le motif de la faible dimension transversale et de l'angle de contact plus élevé du cordon fabriqué sous vide.

IV.8 Conclusions:

Le comportement à la fusion et l'évolution de la microstructure du titane élaboré par SLM dans un environnement sous vide ont été explorés dans le présent chapitre et les trois conclusions suivantes peuvent être tirées:

1. Une surface lisse peut être obtenue sous vide, sous réserve d'une faible vitesse de balayage. En effet, le phénomène de "balling" est alors évité en raison de la basse température et de la haute viscosité du bain de fusion.
2. Avec une faible vitesse de balayage il est possible d'obtenir des pièces sans fissure et sans défaut. Par contre, une vitesse élevée de balayage ou une faible puissance laser conduisent à une très faible densité de pièces (fusion incomplète des grains de poudre).
3. L'évolution de la microdureté des pièces en titane réalisées par SLM sous vide correspond à la variation de la microstructure. La transformation de la structure cristalline α hexagonale fine en phase α' martensitique avec l'augmentation de la vitesse de balayage conduit à une élévation de la dureté en dépit d'une porosité plus élevée.

Références bibliographiques du chapitre IV

- [1] T. Grögler, E. Zeiler, A. Franz, O. Plewa, S.M. Rosiwal, R.F. Singer, *Sur & Coa Tech*, 112 (1999) 129.
- [2] L. G. Zhen, L.R. Ze, *Mat Sci & Eng A*, 280 (2000) 25.
- [3] R.R. Boyer, *Mat Sci & Eng A*, 213 (1996) 103.
- [4] D. R. Johnson, H. Inui, M. Yamaguchi, *Intermetallics*, 6 (1998) 647.
- [5] A. Fukuda, M. Takemoto, T. Saito, S. Fujibayashi, M. Neo, Deepak K. Pattanayak, T. Matsushita, K. Sasakic, N. Nishida, T. Kokubo, T. Nakamura, *Acta Bio*, 7 (2011) 2327.
- [6] Deepak K. Pattanayak, A. Fukuda, T. Matsushita, M. Takemoto, S. Fujibayashi, K. Sasaki, N. Nishida, T. Nakamura, T. Kokubo, *Acta Bio*, 7 (2011) 1398.
- [7] P. Heintl, L. Muller, C. Korner, R.F. Singer, F.A. Muller, *Acta Biomater*, 4 (2008) 1536.
- [8] Su Yanqing, Ye Xicong, Guo Jingjie, Fu Hengzhi, *Rare Metal Materials and Engineering*, 38 (2009) 1505.
- [9] Dongdong Gu, Yves-Christian Hagedorn, Wilhelm Meiners, Guangbin Meng, Rui Joa, Santos Batista, Konrad Wissenbach, Reinhart Poprawe, *Acta Materialia*, 60 (2012) 3849.
- [10] A. Simchi, H. Pohl, *Mater Sci Eng A*, 359 (2003) 119.
- [11] <http://en.wikipedia.org/wiki/Titanium>
- [12] G. Lütjering, J.C. Williams, *Titanium*, (2nd ed.) Springer Verlag, Berlin (2007).

- [13] L.E. Greenwald, E.M. Breinen, B.H. Kear, S.D. Ferris, H.J. Leamy, J.M. Poate, Am. Inst. Phys. Conf. Proc., 50 (1979) 189.
- [14] A.V. Gusarov, T. Laoui, L. Froyen, V.I. Titov, International Journal of Heat and Mass Transfer, 46 (2003) 1103.
- [15] J. Kołaczkiwicz, E. Bauer, Surface Science, 155 (1985) 700.
- [16] I. Takamichi, I.L.G. Roderick, The physical properties of liquid metals, Clarendon Press, Oxford (1993).

Chapitre V

Exploration de l'élaboration de pièces en alliages par mélanges de poudres

CHAPITRE V Exploration de l'élaboration de pièces en alliages par mélanges de poudres

Ce cinquième chapitre présente les études exploratoires de trois types d'alliages (alliage léger; alliage magnétique; alliage à mémoire de forme) élaborés à partir de mélanges de poudres. Ces travaux ont été conduits pendant les délais importants imposés par certaines opérations de réalisation de la machine SLM sous vide

V.1 Cas de l'alliage Mg-9% Al

V.1.1 Introduction

Le magnésium (Mg) est le sixième élément le plus abondant sur la surface de la terre (2,5% de la composition) [1]. Par ailleurs le Mg et ses alliages possèdent un grand potentiel en tant que matériaux de construction en raison d'un excellent rapport résistance-poids qui suscite un grand intérêt pour les composants aérospatiaux, l'industrie automobile, l'informatique de poche, etc. [2]. Cependant, les médiocres propriétés de surface comme une faible résistance à l'usure et à la corrosion, une réactivité chimique élevée à l'état fondu, restreignent leurs domaines d'application [3, 4]. A l'heure actuelle, c'est le procédé de fonderie qui est utilisé principalement pour fabriquer des pièces en alliages de Mg mais la qualité du produit est dégradée par l'influence des additifs utilisés lors de la fusion et par l'oxydation. En outre, il est difficile de fabriquer des pièces de précision. L'utilisation de la fabrication additive, notamment par SLM, pourrait donc s'avérer intéressante pour ces alliages.

Dans la présente étude, un mélange de poudres de magnésium et d'aluminium (9%) a été sélectionné comme base de travail. Les effets de la puissance du laser et de la vitesse de balayage sur les caractéristiques structurales et les propriétés mécaniques des alliages Mg-Al ainsi élaborés ont été explorés à titre préliminaire afin de tester le potentiel d'une telle approche.

V.1.2 Choix des paramètres

56 échantillons ont été élaborés par SLM selon différents paramètres tels que présentés dans la figure V.1. Sept échelles de processus ont été définies, selon les gammes de puissances laser et les vitesses de balayage.

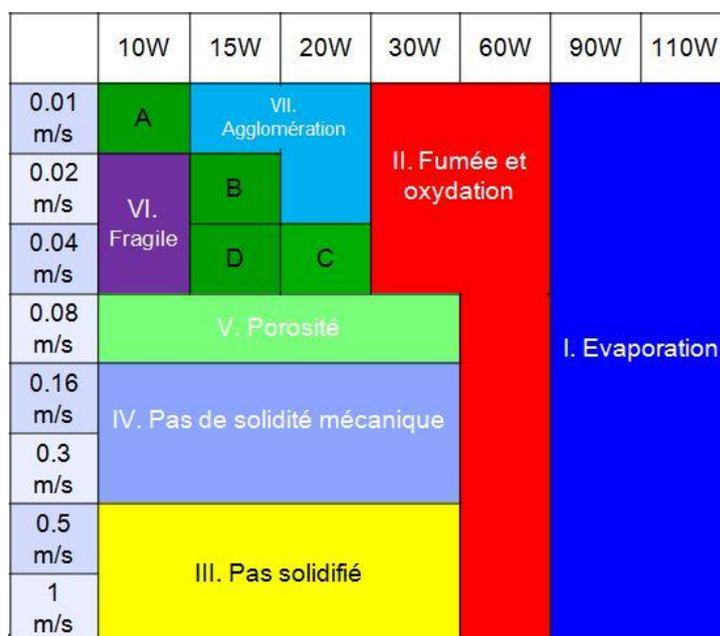


Figure V.1 Cartographie des processus observés pour l'alliage Mg-9%Al en fonction de la puissance laser et de la vitesse de balayage.

(I, II) Zones de haute densité d'énergie: la densité d'énergie déposée est très élevée dans cette zone avec une haute puissance laser, surtout pour les faibles vitesses de balayage. Pendant l'expérience, beaucoup de poudre est évaporée en raison de la faible température d'ébullition de Mg, et ensuite oxydée sous forme de MgO qui remplit la chambre de travail. Seule une fine couche de poudre métallique se solidifie sur le substrat en formant une surface irrégulière.

(III, IV, V) Zones de faible densité d'énergie: la densité d'énergie déposée est faible dans cette zone en raison d'une faible puissance laser et d'une vitesse de balayage élevée. Les échantillons obtenus présentent une structure d'agglomérats de particules, sans aucune résistance mécanique dans les zones III et IV et une structure de léger frittage dans la zone V.

(A, B, C, D, VI, VII) Zones de moyenne densité d'énergie: la densité d'énergie déposée est moyenne dans ces zones qui correspondent à une faible énergie du faisceau laser (10 W à 20 W) et à une faible une vitesse de balayage (0,01 m/s à 0,04 m/s). Dans la zone III, les échantillons sont cassants en raison d'une stratification de la pièce (absence d'interaction entre les couches successives). Dans la zone VII, les échantillons présentent une surface rugueuse correspondant à un phénomène de "balling" consécutif à une longue durée de vie de la phase liquide et à une tension de surface élevée du matériau [5]. Enfin, quatre zones (A, B, C, D) correspondant à des densités d'énergie laser de: 20

J/mm^2 ; $15 J/mm^2$; $10 J/mm^2$; $7,5 J/mm^2$, respectivement, permettent d'obtenir des structures d'apparence solide. Les échantillons correspondant ont été sélectionnés pour évaluer la microstructure, la composition de phase et le comportement mécanique du matériau élaboré avec ces paramètres.

V.1.3 Etude des phases formées

La figure V.2 montre les diagrammes de diffraction des rayons X correspondant aux échantillons A, B, C, D élaborés selon différents paramètres. On peut constater que ces quatre échantillons, outre la phase majoritaire de Mg, contiennent un intermétallique du type $Mg_{17}Al_{12}$, ainsi que les oxydes MgO et Al_2O_3 . Selon le diagramme de phase entre Mg et Al (figure V.3), le composé $Mg_{17}Al_{12}$ est bien le composé susceptible de se former pour le domaine de composition retenu. Al et Mg ont donc bien réagi pour former $Mg_{17}Al_{12}$ dans le cas d'un apport d'énergie élevé permettant la fusion des particules de poudre. Il peut également être constaté que la phase Al_2O_3 n'est détectée que dans l'échantillon D (et en trace dans l'échantillon C) correspondant à une puissance faible et une vitesse de balayage élevé. Pour une énergie déposée plus importante cette phase est remplacée par MgO, ce qui pourrait indiquer la formation préférentielle de la phase intermétallique.

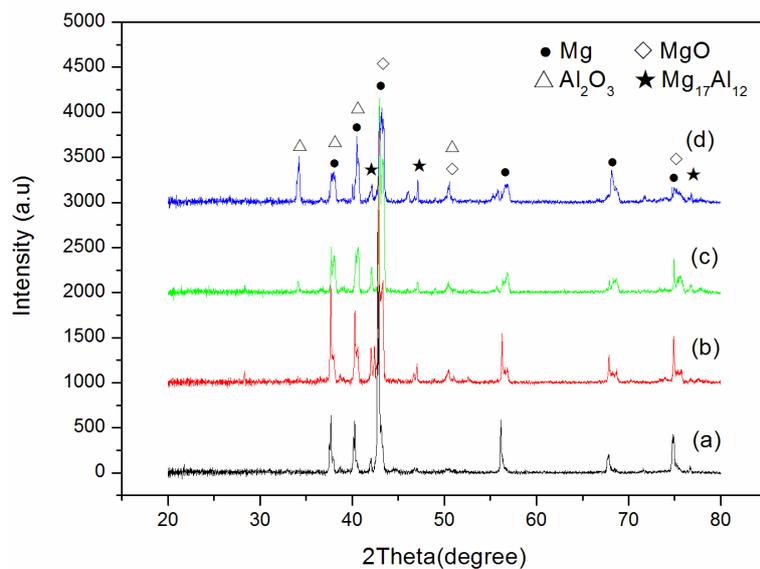


Figure V.2. Diagrammes DRX des échantillons Mg-Al SLM pour différents paramètres: (a) 10 W, 0.01 m/s (zone A); (b) 15 W, 0.02 m/s (zone B); (c) 20 W, 0.04 m/s (zone C) et (d) 15 W, 0.04 m/s (zone D).

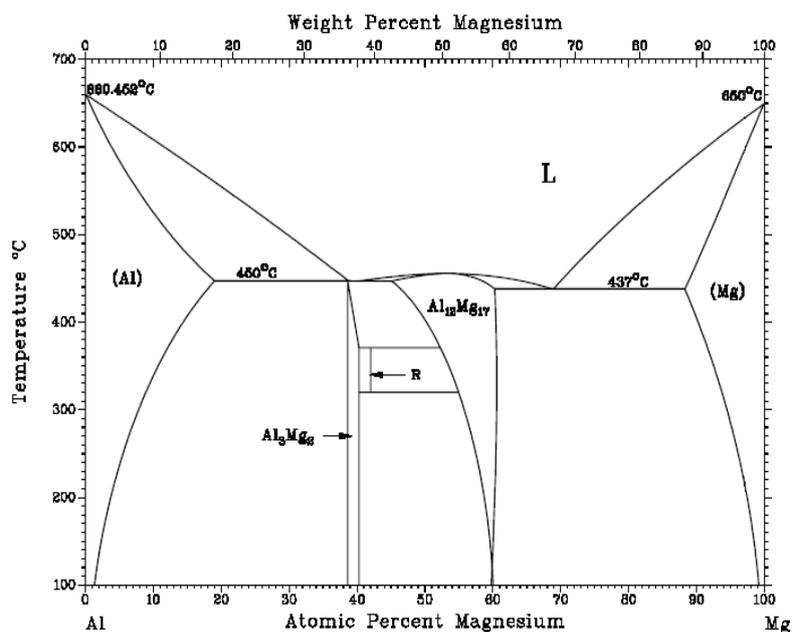


Figure V.3 Diagramme de phase Mg-Al [6]

V.1.4 Morphologie de surface des échantillons

La figure V.4 présente les morphologies de surface des échantillons obtenus pour les différents paramètres opératoires sélectionnés. Deux phénomènes particuliers peuvent être notés. Tout d'abord il peut être constaté que des grains très fins en forme de "chou-fleur" ont été formés à la surface des échantillons (figures V.4 (a) et (b)). Ce phénomène est très probablement le résultat d'un processus d'évaporation-condensation. En effet, en dépit d'une faible absorption de l'énergie du laser dont une grande partie est réfléchi [7], les particules de Mg et Al sont fondues, puis le bain de fusion qui absorbe plus efficacement l'énergie laser peut rapidement dépasser la température de 1107 °C (point d'ébullition de Mg) et donc subir une évaporation intense. A 620 °C la pression de vapeur de Mg est de 0,13 kPa; à 1107 °C, elle atteint 51 kPa [8], de sorte que beaucoup de Mg sera évaporé. Après le balayage laser la vapeur de magnésium se dépose sur la surface du métal solide sous la forme de "chou-fleur". Les figures V.4 (c) et (d) montrent une grande quantité de projections sphériques (diamètre: 10~20 µm) autour de la surface fondue. Avec l'augmentation de la vitesse de balayage, la densité linéaire d'énergie déposée par le faisceau laser diminue, ce qui entraîne un accroissement du retrait transversal dans les zones inter-particulaires en raison de l'instabilité capillaire du cordon liquide [9]. Dans ces conditions, des gouttelettes de liquide de petite taille ont tendance à éclabousser la surface.

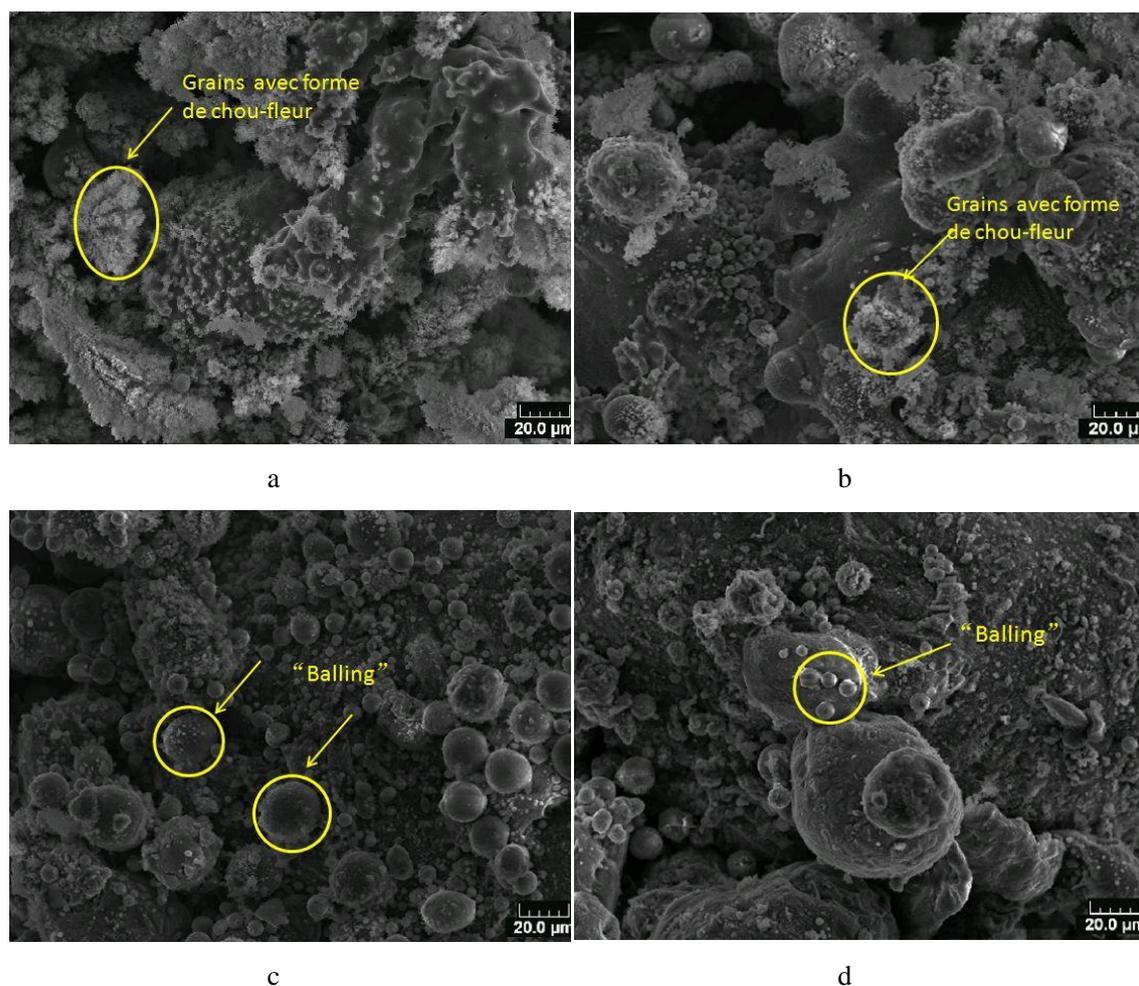


Figure V.4. Images MEB montrant la microstructure caractéristique de la surface des échantillons Mg-Al pour différents paramètres du procédé (a) 10 W, 0.01 m/s (zone A); (b) 15 W, 0.02 m/s (zone B); (c) 20 W, 0.04 m/s (zone C); (d) 15 W, 0.04 m/s (zone D).

V.1.5 Répartition des éléments Mg et Al dans les échantillons

La figure V.5 présente l'analyse EDS des éléments Mg et Al dans l'échantillon B. Ces deux éléments apparaissent répartis uniformément dans le matériau avec un rapport de 9:1. En considérant les résultats de DRX (Figure V.2), il apparaît donc que l'alliage Mg-9%Al a été obtenu à partir du mélange de poudres.

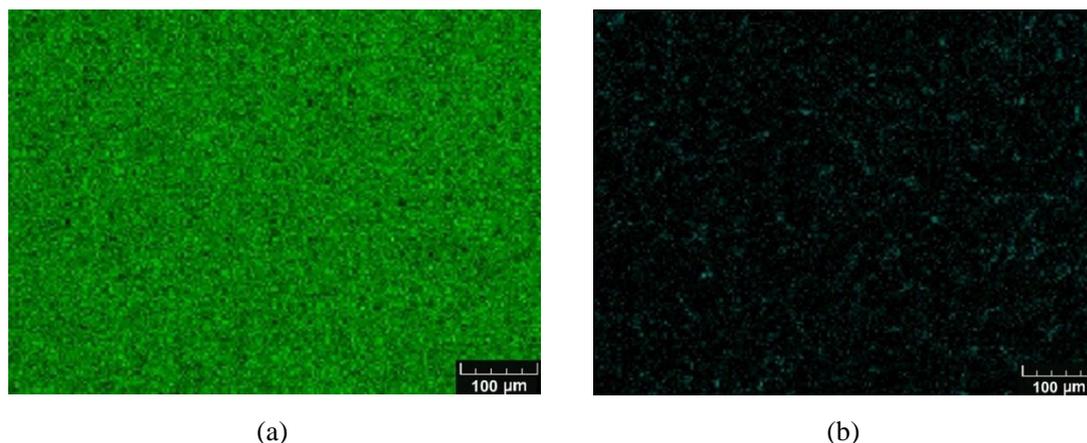


Figure V.5. Images EDS montrant les microstructures caractéristiques d'échantillons polis: (a) distribution de Mg; (b) distribution de Al (élaboration selon les conditions B)

V.1.6 Effet des paramètres d'élaboration sur la porosité

L'effet de la vitesse de balayage et de la puissance du faisceau laser sur la porosité des échantillons est présenté dans la figure V.6. Il peut être constaté que la porosité diminue de 25,5% à 18% lorsque la densité d'énergie augmente de $7,5 \text{ J/mm}^2$ à 15 J/mm^2 , mais qu'elle augmente de 18% à 23,9% lorsque la densité d'énergie augmente de 15 J/mm^2 à 20 J/mm^2 . Cette évolution contradictoire pourrait être liée d'une part à une amélioration des caractéristiques de mouillage liquide-solide et une meilleure fluidité de fusion [10] dans un premier temps et d'autre part à un effet défavorable de l'évaporation du métal lorsque la densité d'énergie devient importante, en raison du faible point d'ébullition des matériaux utilisés. Un compromis s'avère donc nécessaire entre la puissance de faisceau laser et la vitesse de balayage.

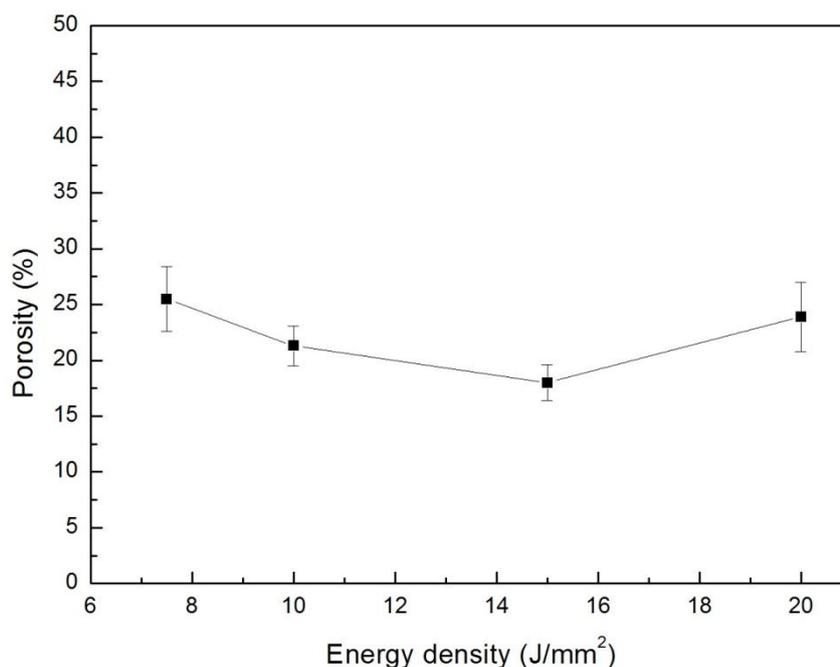


Figure V.6 Effet de la densité d'énergie sur la porosité des échantillons

V.2 Cas d'un alliage Fe-Ni

V.2.1 Introduction

Les alliages Fe-Ni, en tant que matériaux magnétiques doux, possèdent une perméabilité élevée et une faible coercitivité en champ magnétique faible. Ils sont donc largement utilisés dans l'industrie. Cependant, les méthodes classiques de fabrication rendent difficile l'obtention de pièces de formes complexes et/ou de propriétés magnétiques optimales par suite des phénomènes [11-13] d'écrouissage. La possibilité d'élaborer ce type de matériau avec les techniques SLM / SLS présente donc un potentiel intéressant pour la fabrication d'articles complexes dans un cycle de production réduit. Jusqu'à présent, l'élaboration d'alliages Fe-Ni à caractère ferromagnétique a été peu rapportée dans la littérature. Dans ce travail, un mélange de

poudres de Fer et de Nickel à 30% en poids a été utilisé pour préparer un alliage Fe-30Ni en raison du niveau de perméabilité magnétique maximal correspondant à cette composition [14]. Les caractéristiques microstructurales de cet alliage, élaboré selon différents paramètres, ont été déterminées et les évolutions microstructurales analysées.

V.2.2 Nature des phases formées

La figure V.7 présente les diagrammes de diffraction des rayons X de 3 échantillons élaborés avec une puissance laser de 110 W et différentes vitesses de balayage (0,1 m/s, 0,4 m/s, et 1,6 m/s). Les pics de diffraction intenses correspondant aux composés Fe_7Ni_3 (JCPDS Card No. 65-7251) et Fe_3Ni_2 (JCPDS Card No. 65-5131) sont clairement détectés dans les échantillons.

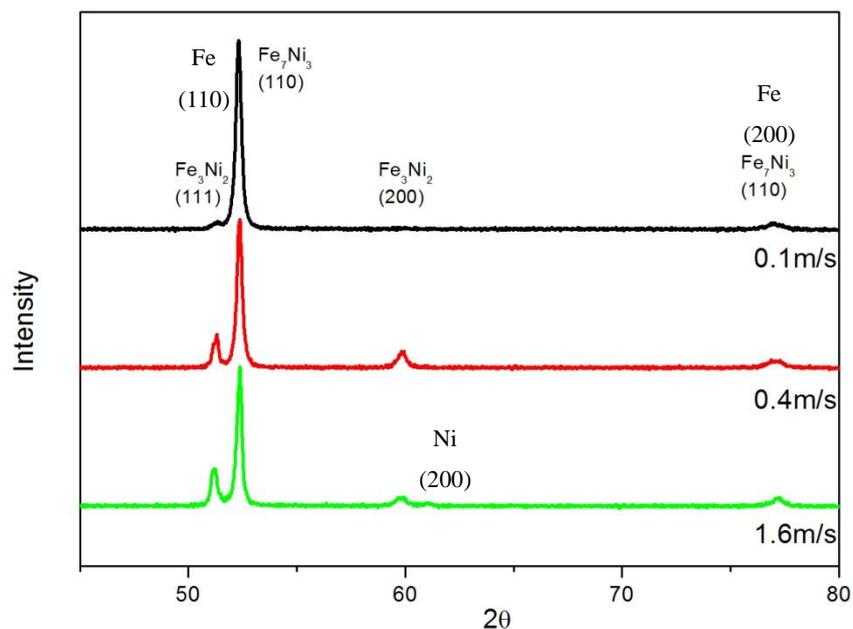


Figure V.7 Diagrammes de diffraction des RX des échantillons Fe-Ni élaborés selon différents paramètres laser (puissance 110 W, vitesse de balayage 0.1 m/s-1.6 m/s)

Toutefois, en considérant l'intensité des pics de diffraction, on peut observer que la proportion entre les composés intermétalliques diffère d'un échantillon à l'autre: une faible vitesse de balayage du laser entraîne une faible intensité des pics de diffraction pour Fe₃Ni₂. Ainsi, il pourrait être considéré que les réactions de synthèse dans le système Fe-Ni s'effectuent en deux étapes:



La réaction selon (Eq.V.1) peut intervenir aisément en raison d'une énergie libre de Gibbs fortement négative [16]. Par contre, l'énergie libre de Gibbs pour la réaction selon (Eq.V.2) est beaucoup moins négative. Par conséquent, la réaction selon (Eq.V.2) est moins favorisée et nécessite probablement un temps de réaction plus long. Une faible vitesse de balayage du laser est donc plus appropriée pour produire un alliage

Fe_7Ni_3 . Comparativement, le pic intensif de la phase Fe_3Ni_2 est détecté dans les échantillons obtenus avec des vitesses de balayage de 0.4 m/s et 1.6 m/s. En outre, il peut être observé que les pics correspondant au fer et à la phase Fe_7Ni_3 coïncident dans le diffractogramme de RX. Donc, il peut être déduit que la réaction (Eq.V.1) intervient rapidement quand le bain de fusion est formé et que la réaction selon (Eq.V.2) intervient dans une deuxième étape.

V.2.3 Microstructure des alliages

La figure V.8 présente les caractéristiques microstructurales des échantillons après attaque chimique. Des grains dendritiques homogènes sont observés pour une vitesse de balayage de 0,1 m/s, alors que des grains grossiers sont distribués dans une matrice à grain fin pour les vitesses de balayage de 0,4 m/s et 1,6 m/s. Afin de déterminer les distributions élémentaires, des mesures ponctuelles ont été effectuées par EDS. Les résultats montrent que la proportion atomique des éléments Fe et Ni pour la vitesse de balayage de 0,1 m/s est homogène et proche de la proportion atomique de 7:3. Ceci est en correspondance avec les résultats de diffraction des rayons X qui mettent en évidence essentiellement la phase Fe_7Ni_3 : la répartition des éléments Fe et Ni dans la matrice [points 1 dans les figures V.8 (b) et (c)] pour les vitesses de balayage de 0,4 m/s et 1,6 m/s est également dans la proportion 7:3. Toutefois, les grains plus grossiers à l'intérieur de cette matrice présentent un rapport atomique plus faible d'environ 3:2 [points 2 dans les figures V.8 (b) et (c)].

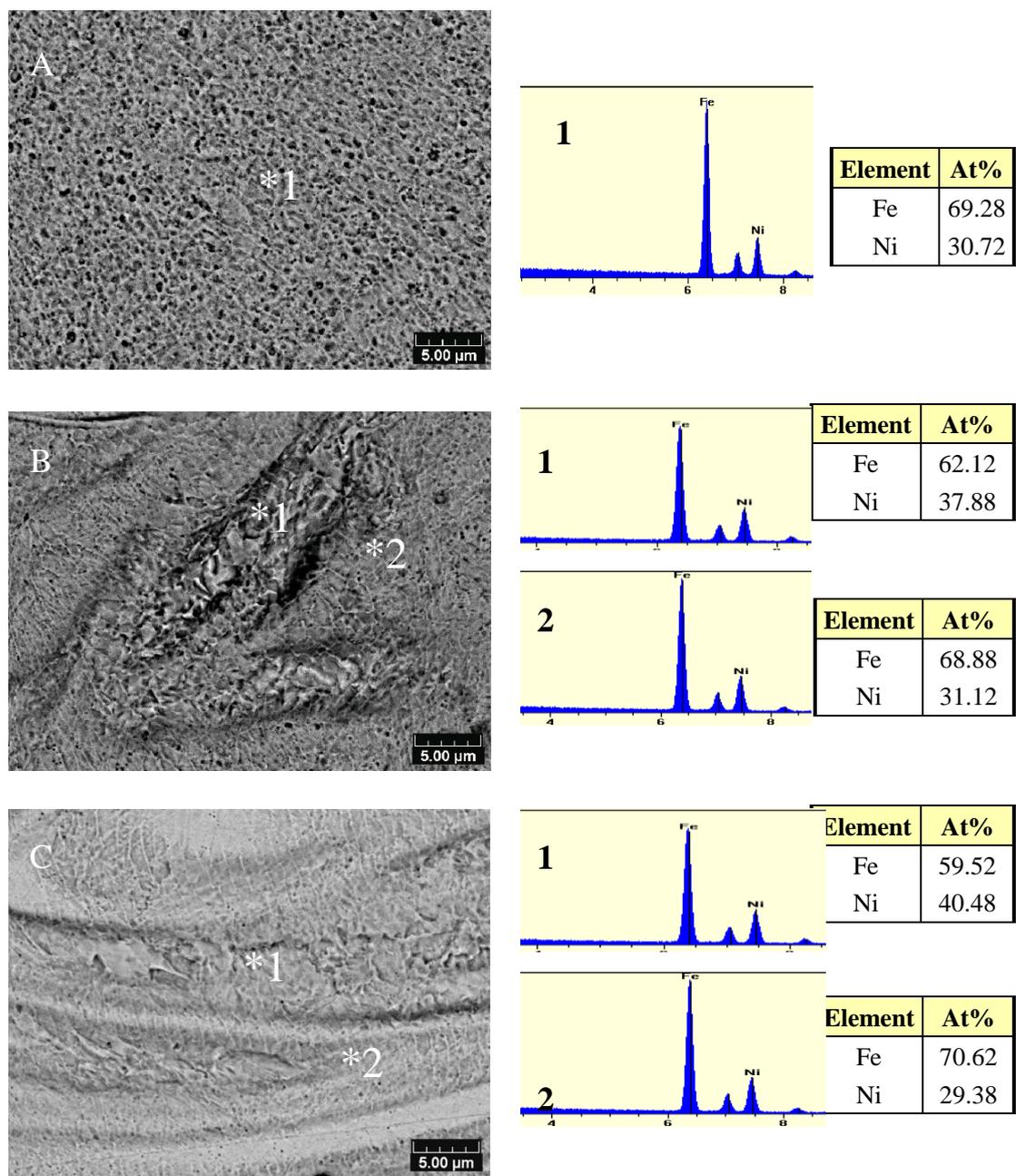


Figure V.8 Micrographies MEB présentant la microstructure des échantillons obtenus pour une puissance laser de 110 W et les vitesses de balayage (a) 0.1m/s, (b) 0.4 m/s, (c) 1.6 m/s.

V.2.4 Etude des caractéristiques magnétiques

La figure V.9 montre l'évolution de l'aimantation de saturation et de la coercitivité des échantillons obtenus avec différentes vitesses de balayage. Il peut être constaté que la valeur de l'aimantation à saturation pour la vitesse de balayage de 0,1 m/s est presque semblable à celle obtenue classiquement pour la phase Fe_7Ni_3 [17]. Par contre, l'aimantation à saturation élevée de la phase Fe_3Ni_2 conduit à un pic sur la courbe de magnétisation pour la vitesse de balayage de 0,4 m/s. La combinaison des phases Fe_7Ni_3 et Fe_3Ni_2 , avec un taux de porosité relativement élevé (figure V.10), conduit à une aimantation à saturation relativement faible pour la vitesse de balayage de 1.6 m/s. En effet, la valeur de coercitivité des matériaux magnétiques doux dépend fortement des caractéristiques microstructurales des matériaux telles que la taille de grain et sa répartition, le nombre de défauts (trous intra- et inter-granulaires, inclusions, lacunes, dislocations, etc.) car le déplacement des domaines magnétiques peut être bloqué par ces défauts.

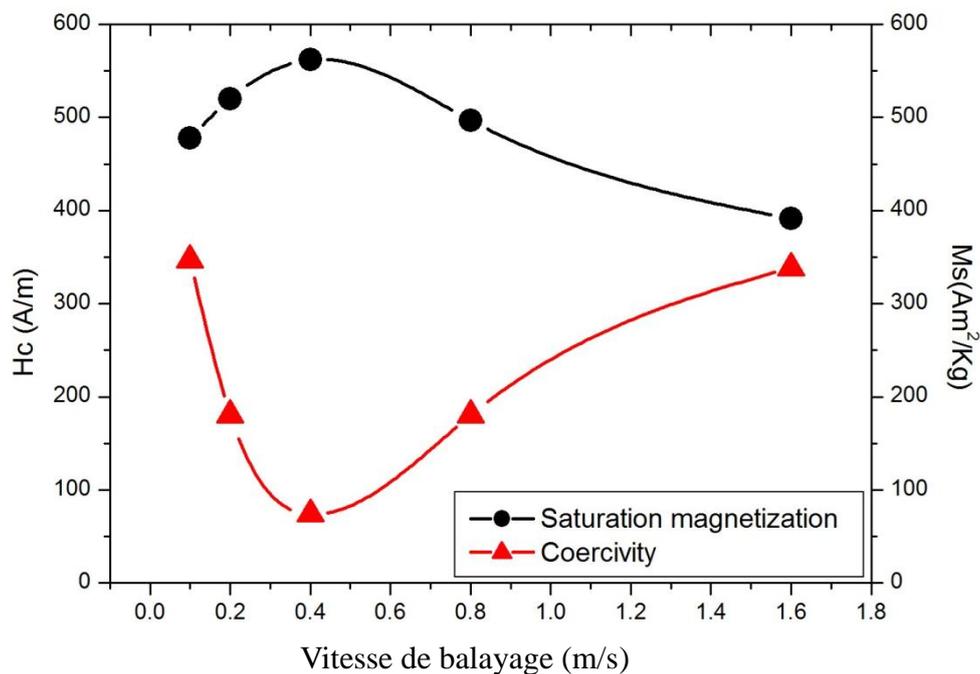


Figure V.9. Courbes de saturation d'aimantation et de coercivité des alliages Fe-Ni obtenus pour différentes vitesses de balayage du laser.

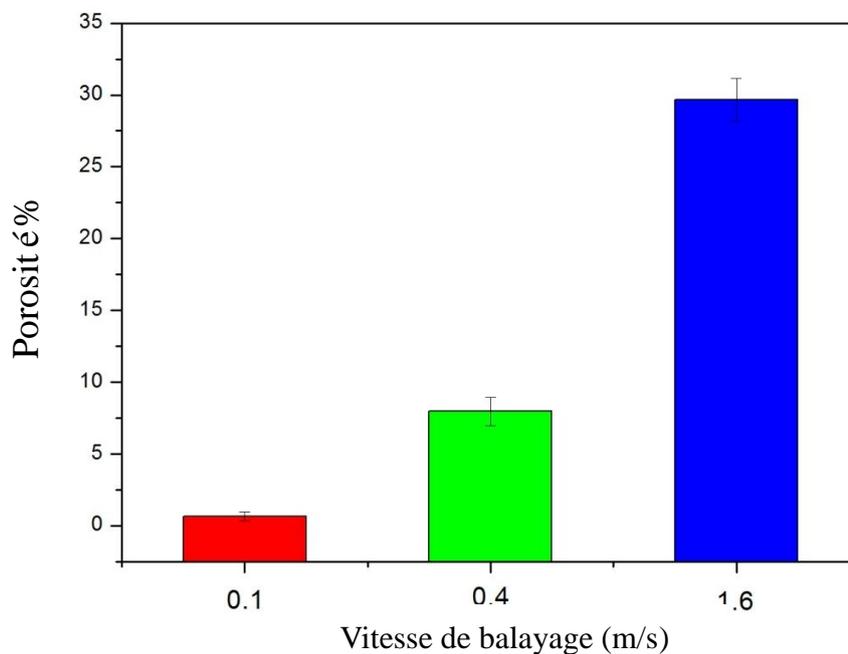


Figure V.10 Porosité des échantillons pour différentes vitesses de balayage du laser.

V.3 Cas d'un alliage Ti-Ni

V.3.1 Introduction

L'alliage TiNi 50/50 qui présente une bonne compatibilité biologique est largement utilisé dans le domaine médical, notamment pour la réalisation d'outils de chirurgie et d'implants correcteurs comme les appareils dentaires, en raison notamment de son excellente résistance à la corrosion et de sa forte hyperélasticité [18]. En outre, l'alliage TiNi à microstructure martensitique possède une caractéristique particulière: l'effet mémoire de forme. Toutefois, la proportion de ce type d'application dans le domaine médical est seulement d'environ 10% par suite des difficultés de traitement et des coûts élevés d'élaboration [19, 20].

Le procédé SLM pourrait donc présenter une alternative économique intéressante pour l'élaboration de ce type d'alliage. Toutefois, à l'heure actuelle, aucun résultat n'a été publié en ce sens. Ce travail constitue donc une phase exploratoire dans laquelle nous avons tenté de réaliser directement des pièces en alliage Ti-Ni à partir d'un mélange de poudres.

V.3.2 Etude des phases

La figure V.11 présente les diffractogrammes de rayons X de différents échantillons élaborés à partir de mélanges de poudres. On observe que la phase principale TiNi peut être trouvée dans les échantillons élaborés avec de faibles vitesses de balayage (0.05 m/s-0.2 m/s) alors que des pics de diffraction intenses correspondant au composé Ti₂Ni sont clairement identifiés dans les échantillons réalisés avec des vitesses de balayage élevées (0.25 m/s-0.4 m/s). Les pics de diffraction des phases pures Ti et Ni ne sont pas observés. Les réactions chimiques probables sont donc les suivantes:



Selon le diagramme de phase binaire (figure V.12), la température de précipitation de la phase Ti₂Ni selon la réaction Eq.V.3 est beaucoup plus basse que la température de précipitation de la phase TiNi selon la réaction Eq.V.4. Ainsi, il semble raisonnable de conclure que la température du bain de fusion formé par le mélange des poudres dépend de la vitesse de balayage qui gouverne la quantité d'énergie disponible pour la fusion.

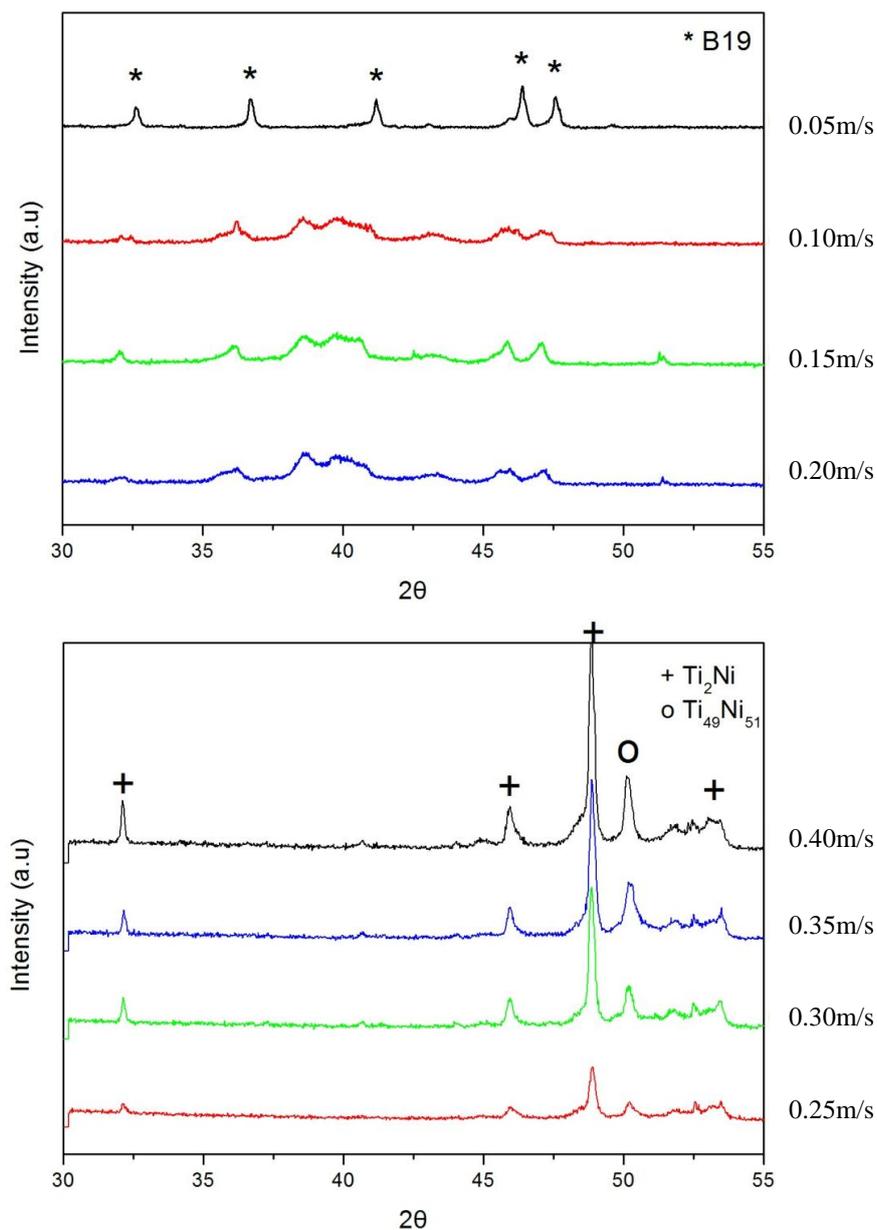


Figure V.11 R é sultats d'analyse DRX pour diff é rentes vitesses de balayage et pour une puissance laser de 100 W

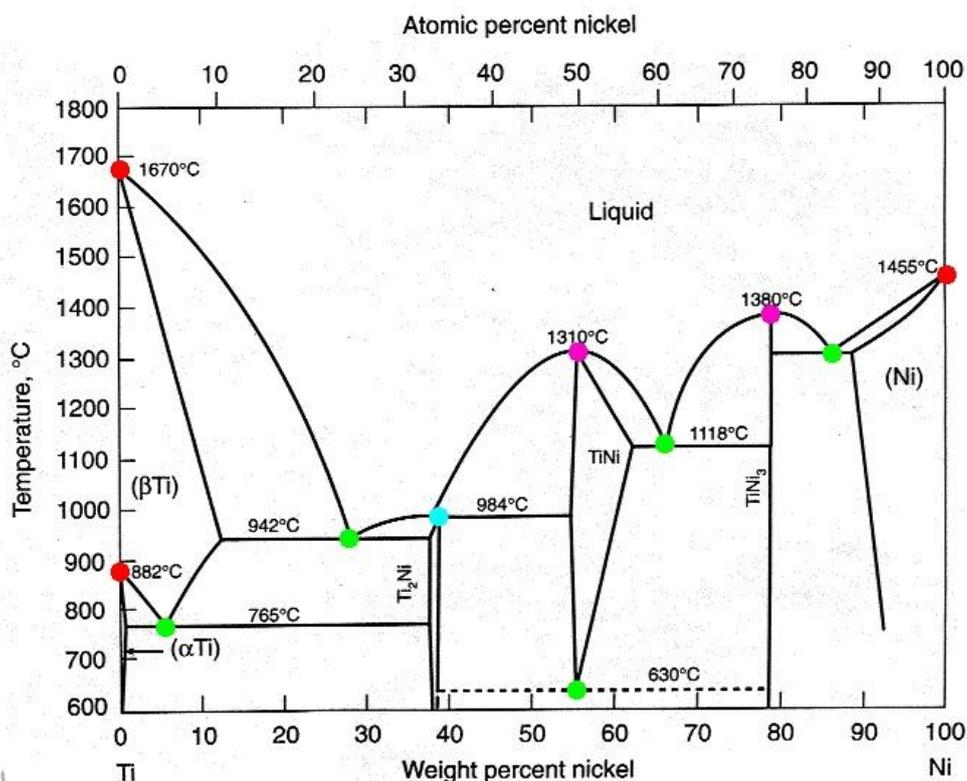


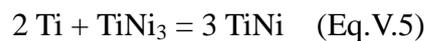
Figure V.12 Diagramme de phase de Ti-Ni [21]

Tableau V.1 Données thermochimiques des substances pures dans le système réactionnel Ti-Ni [22]

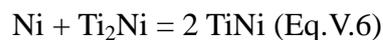
Substance	Ti	Ni	Ti ₂ Ni	TiNi	TiNi ₃
$G(\text{kJ/mol})$	-9.171	-8.907	-105.282	-83.624	-170.095
$H(\text{kJ/mol})$	0	0	-80.333	-67.781	-138.909

D'après le tableau V.1, la variation de l'énergie libre de Gibbs (ΔG) pour la réaction (Eq.V.3) est -78,03 kJ / mol, et pour la réaction (Eq.V.4) -71,54 kJ / mol. Les deux réactions ont des ΔG négatives voisines indiquant une réaction spontanée. La phase TiNi₃ fréquemment observée dans les méthodes classiques de synthèse des alliages Ti-Ni [23, 24] n'est pas observée dans nos échantillons. Ceci est probablement lié à la

température de formation de $TiNi_3$ supérieure à celle de Ti_2Ni . Ainsi, la phase Ti_2Ni formée en premier lieu pourrait entraver le processus de formation de la phase $TiNi_3$. Par contre la phase $TiNi_3$ peut être transformée en $TiNi$ selon l'équation de réaction suivante:



Le changement dans l'énergie libre de Gibbs (ΔG) de cette réaction est de -62,435 kJ / mol, ce qui signifie que la réaction peut intervenir spontanément.



Par contre, l'énergie libre de Gibbs (ΔG) de la réaction de transformation de Ti_2Ni selon Eq.V.6 est de + 44.152 kJ / mol. Donc, la phase Ti_2Ni est bien préservée une fois qu'elle est formée.

V.3.3 Densité des pièces en Ti-Ni élaborées par SLM

La figure V.13 présente les densités des échantillons élaborés avec différentes vitesses de balayage (0,05 m/s à 0,4 m/s) pour une puissance laser de 100 W. Il peut être constaté qu'une densité relativement élevée (supérieure à 99%) peut être obtenue en utilisant une vitesse de balayage inférieure à 0,2 m/s.

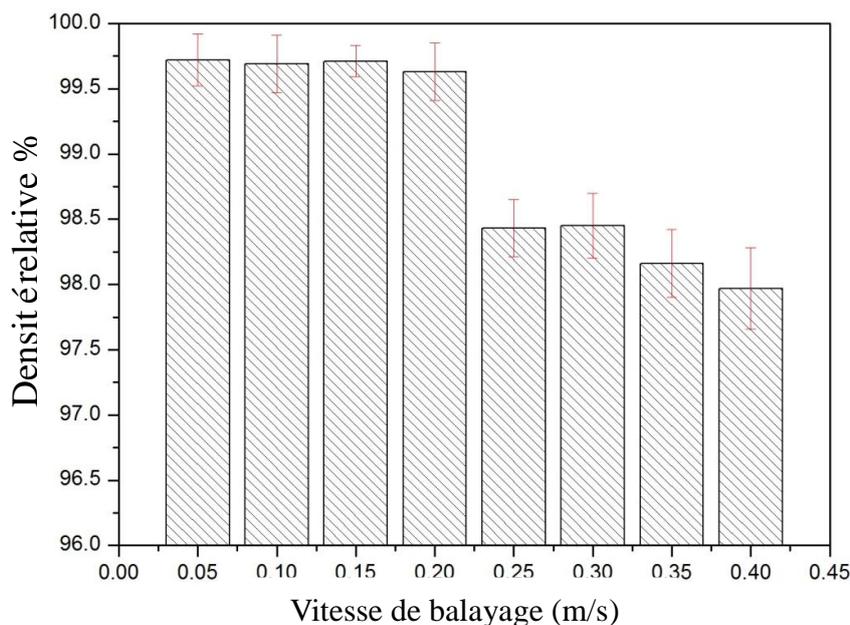


Figure V.13 Densité des échantillons obtenus avec différentes vitesses de balayage du laser et une puissance de 100 W.

V.3.4 Température de transformation martensitique

La figure V.14 présente les courbes de DSC des alliages TiNi élaborés par SLM selon différentes vitesses de balayage du faisceau laser. Ces courbes présentent toutes un seul pic endothermique ou exothermique selon le sens de balayage, sauf pour les échantillons élaborés à la vitesse la plus élevée de balayage (0.4 m/s) qui ne présentent aucune transformation. Au refroidissement, le pic exothermique (M_p , vers le haut) est dû à la transformation de la phase austénite (phase de haute température) en phase martensitique (phase de basse température). Au chauffage, le pic endothermique (A_p , vers le bas) est dû à la transformation de la phase martensitique en phase austénitique. Les pics marqués dans les courbes attestent donc aussi que les alliages Ti-Ni sont bien formés par SLM, sauf dans le cas de l'échantillon élaboré avec une vitesse de 0.4 m/s.

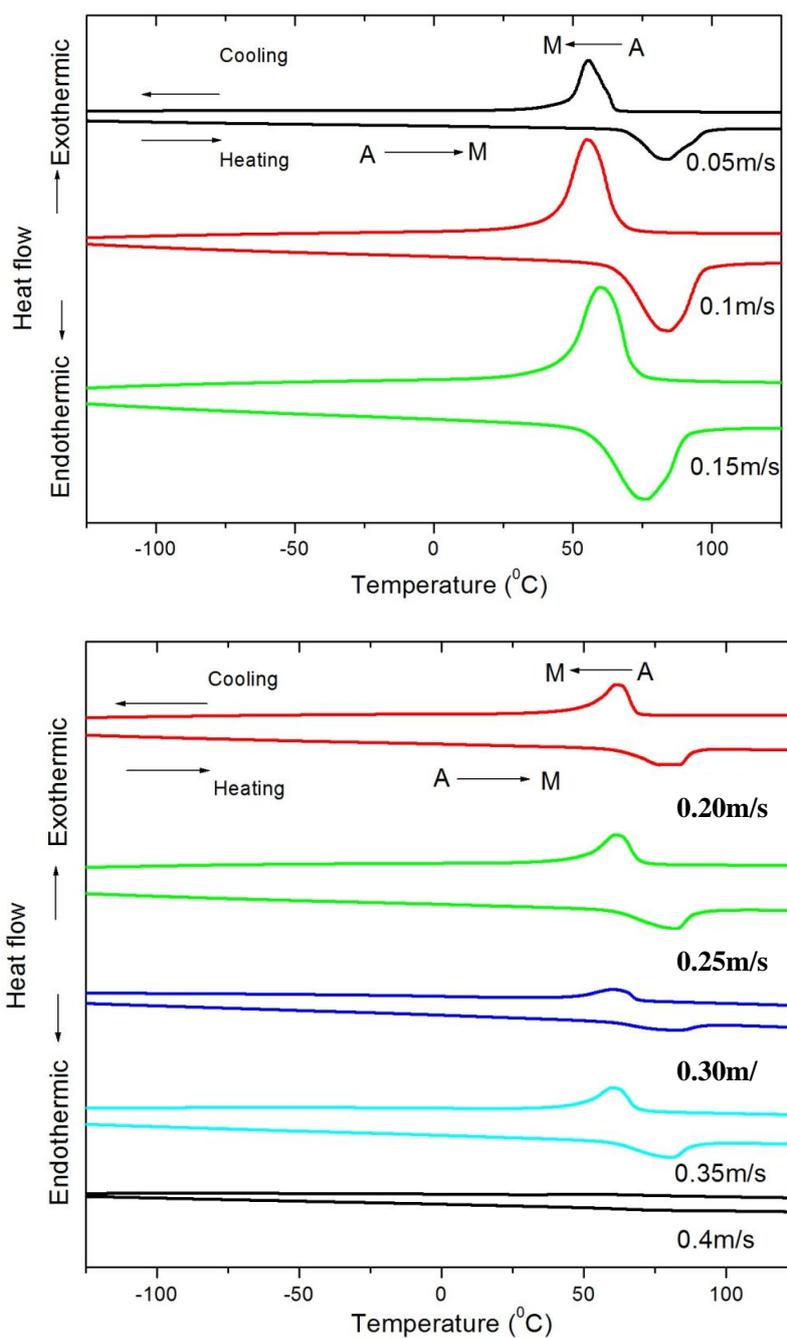


Figure V.14 Courbes de calorimétrie différentielle des huit échantillons d'alliage TiNi

La figure V.15 présente l'évolution de la température de transformation en fonction de la vitesse de balayage du laser lors de l'élaboration des échantillons. Il peut être constaté que le pic exothermique sur la courbe de DSC (Figure V.15) observé au cours

du processus de refroidissement correspond une température de transformation martensitique relativement constante d'environ 55 °C (Mp). La transformation inverse intervient pour une température d'environ 85 °C (Ap). Ainsi l'hystérésis entre les températures de transition est d'environ 30 °C. La température de transformation des alliages Ti-Ni SLM apparaît donc assez stable et indépendante des conditions d'élaboration, ce qui pourrait indiquer un niveau relativement faible de contraintes internes. En effet, selon Vaidyanathan [25], cette hystérésis est essentiellement fonction des contraintes internes.

La figure V.16 présente l'enthalpie de transformation de phase déterminée à partir de l'aire des pics de DSC pour les différentes vitesses de balayage du faisceau laser lors de l'élaboration des échantillons. Cette énergie est réduite de 17.3 J/g à 5.6 J/g au refroidissement et de 15.8 J/g à 4.6 J/g, au chauffage pour une augmentation de la vitesse de balayage de 0,05 m/s à 0,4 m/s. Ce phénomène est probablement à relier à l'évolution de la taille de grain avec les vitesses de refroidissement [10].

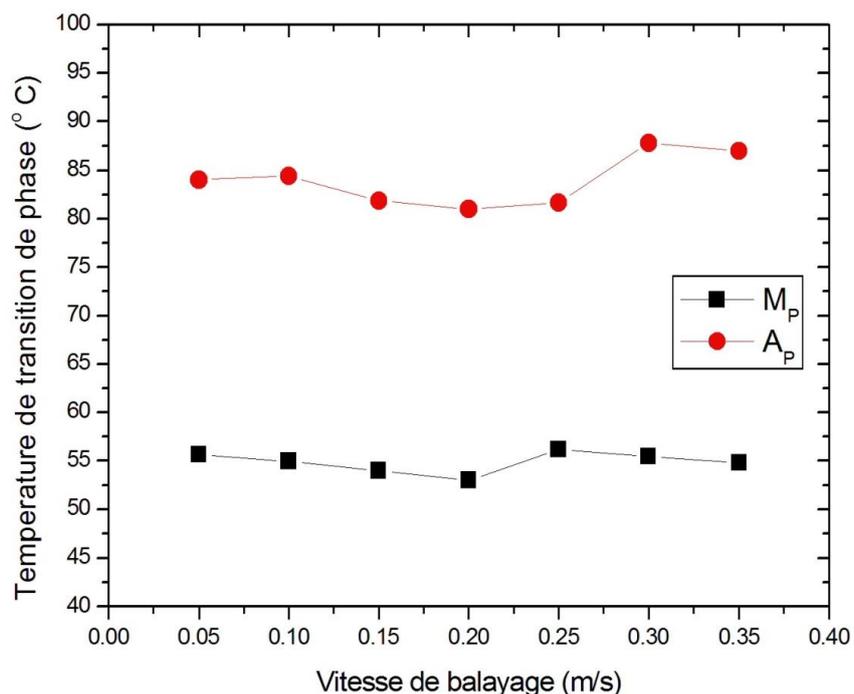


Figure V.15 Effet de vitesse de balayage du faisceau laser lors de l'élaboration des échantillons sur la température de transformation M/A

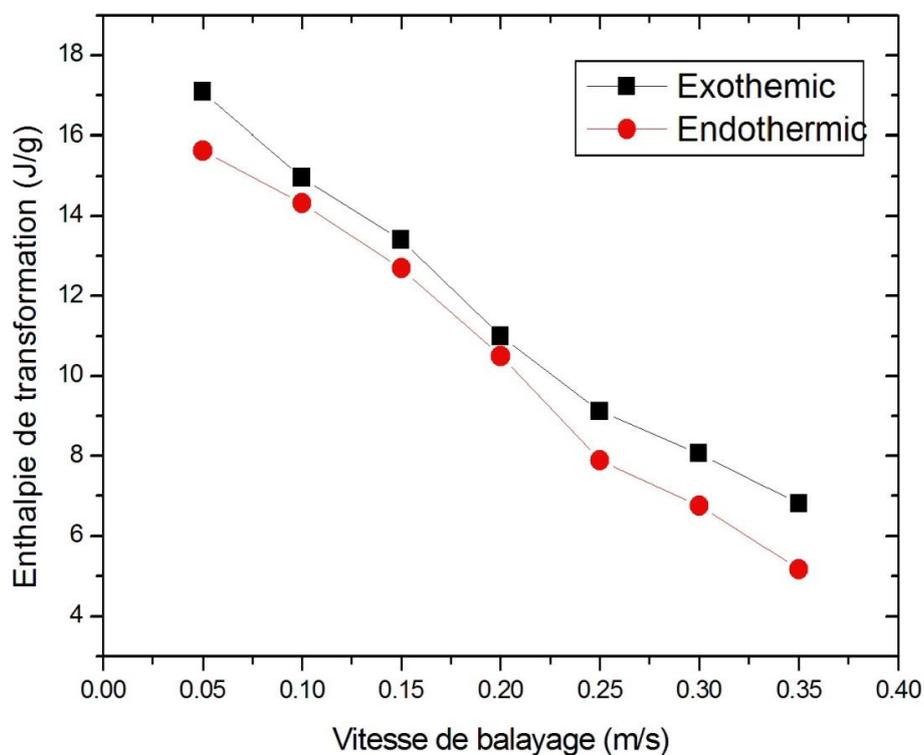


Figure V.16 Effet de la vitesse de balayage du faisceau laser lors de l'élaboration des échantillons sur l'enthalpie de transformation M/A

V.4 Conclusions

Sur la base de cette étude exploratoire, trois points principaux peuvent être soulignés:

- (i) Il est possible d'élaborer un alliage Mg-Al par SLM à partir d'un mélange de poudres. Toutefois la porosité des pièces est élevée (environ 15%) en raison d'un taux très bas d'absorption de l'énergie du laser et des phénomènes de vaporisation.
- (ii) Un matériau magnétique doux de type Fe-Ni peut être réalisé par SLM à partir d'un mélange de poudres, avec des propriétés favorables ($M_s = 550 \text{ Am}^2/\text{kg}$, $H_c = 75 \text{ A/m}$) correspondant à une microstructure à grain fin et un faible taux de porosité
- (iii) Un alliage à mémoire de forme de type TiNi a aussi été réalisé par SLM à partir d'un mélange de poudres. Une microstructure de martensite fine est obtenue en utilisant une vitesse de balayage assez faible. Les températures de transformation endothermique (M_p) et exothermique (A_p) sont stables avec une valeur de M_p d'environ $55 \text{ }^\circ\text{C}$ et une valeur de A_p d'environ $85 \text{ }^\circ\text{C}$.

Références bibliographiques du chapitre V

- [1] R.S. Busk, Magnesium Products Design, 1987, Marcel Dekker Inc, New York.
- [2] X. Cao, M. Xiao, M. Jahazi, Continuous Wave Nd:YAG Laser Welding of Sand-Cast ZE41A-T5 Magnesium Alloys. Mater. Manuf. Process., 20 (2005) 987.
- [3] H. Westengen. Magnesium die casting: from ingots to automotive parts. Light Metal Age, 58 (2000) 33.
- [4] P.G. Sanders, J.S. Keske, K.H. Leong, G. Kornecki. High power Nd: YAG and CO₂ laser welding of magnesium. J. Laser Appl, 11 (1999) 96.
- [5] Dongdong Gu, Yifu Shen, J. Mater. Pro. Tech., 182 (2007) 564.
- [6] Arne K. Dahle, , Young C. Lee, Mark D. Nave, Paul L. Schaffer, David H. StJohn, Journal of Light Metals, 1(2001) 61.
- [7] H. Al-Kazzaz, M. Medraj, X.Cao, M. Jahazi. Nd: YAG laser welding of aerospace grade ZE41A magnesium alloy: Modeling and experimental investigations. Mater. Chem. Phys.,109 (2008) 61.
- [8] J. R. Davis. Metals Handbook, Desk Edition, 2nd Edition. 1998, ISBN: 9780871706546.
- [9] Dongdong Gu, Yifu Shen. Balling phenomena in direct laser sintering of stainless steel powder: Metallurgical mechanisms and control methods, Mater. Des., 30 (2009) 2903.
- [10] A.Simchi. Direct laser sintering of metal powders: mechanism, kinetics and microstructural features, Mater. Sci. Eng A, 428 (2006) 148.

- [11] J.A.Verduzco, I. Betancourt, N. Ortiz, L.R. Olmos, J. Garcia, Mater. Let, 60 (2006) 2033.
- [12] J. Namkung, M.C. Kim, C.G.Park, Mat. Sci. Eng. A, 375-377 (2004) 1116.
- [13] R. Hamzaoui, O. Elkedim, N. Fenineche, E. Gaffet, J. Craven, Mat. Sci. Eng. A, 360 (2003) 399.
- [14] David J. Sellmyer, Y. Liu, D. Shindo, Handbook of Advanced Magnetic Materials, Vol.4, ISBN: 978-1-4020-7983-2, Springer.
- [15] <http://www.owl.net.rice.edu/~msci301/FeNi%20phase%20diagram.jpg>
- [16] R.H. De Tandler, C. Rodriguez, J. Mater. Sci., 31(1996) 6395.
- [17] G.A. Alers, J.R. Neighbours, H. Sato, J. Phy. Chem. Solids, 13 (1960) 40.
- [18] C.A. Rogers. J. Acoust. Soc. Am., 88 (1990) 2803.
- [19] S. Miyazaki, K. Otsuka and Y. Suzuki. Scrip. Metall,15 (1981) 287.
- [20] I. Yadroitsev, P. Bertrand, I. Smurov. Appl. Surf. Sci, 253(2007) 8064.
- [21] <http://oregonstate.edu/instruct/engr321/Homework/Homework W00/HW5.html>
- [22] I. Barin, Thermochemical Data of Pure Substances, third ed., VCH, NewYork, 1993.
- [23] M. Nishida, C. M. Wayman and T. Honma, Metal. Mater. Trans. A, 17 (1985) 1505.
- [24] W. Buehler, J. Gilfrich, R.Wiley, J. App. Phy., 34 (1963) 1475.
- [25] R. Vaidyanathan, M.A.M. Bouke, D.C. Dunand, Metall. Mater. Trans. A, 32 (2001) 777.

Conclusions G é n é r a l e s e t P e r s p e c t i v e s

Conclusions G é n é rales et Perspectives

Cette é tude avait pour objectif principal le d é veloppement d'un proc é d é de fusion s é lective par laser sous vide afin de permettre l' é laboration de pi è ces en m é taux et alliages à hautes caract é ristiques m é caniques.

Dans la premi è re phase de ce travail une enceinte de grandes dimensions a é t é am é nag é e. Tous les syst è mes d'asservissement de la machine SLM d'origine ont é t é adapt é s pour fonctionner dans les conditions de vide et install é s dans cette enceinte.

Dans une deuxi è me é tape, les processus fondamentaux conduisant aux la formations d'une pi è ce à partir de la fusion locale d'un lit de poudre ont é t é "d é cortiqu é s" dans le sens point-cordon-couche-pi è ce et les param è tres influant comme la puissance du laser, la nature des poudres, l'atmosph è re environnante, la temp é rature de pr é chauffage, consid é r é s.

Le syst è me SLM sous vide a ensuite é t é employ é pour é laborer des d é p ô ts de titane et effectuer des comparaisons avec une é laboration classique en condition atmosph é rique. En premi è re approche, sous r é serve d'adapter les param è tres d' é laboration, les d é p ô ts obtenus sous vide semblent à la fois plus lisses et plus denses qu'en atmosph è re d'argon à pression standard.

Dans une derni è re partie nous avons recherch é la possibilit é d' é laborer des pi è ces de qualit é en alliages m é talliques par interaction in-situ à partir d'un m é lange de poudre.

Les r é sultats obtenus ont montr é la faisabilit é d'alliages de type Mg-Al, bien que les caract é ristiques obtenues restent limit é es par le comportement du magn é sium à la

fusion. La réalisation d'un alliage Fe-Ni a par contre été couronnée de succès avec l'obtention d'un matériau disposant d'une aimantation à saturation élevée et d'une faible coercivité. Un alliage à mémoire de forme de type TiNi avec une microstructure en martensite fine a également été obtenu qui dispose de caractéristiques comparables à celles d'un matériau élaboré selon des voies plus classiques, démontrant ainsi tout le potentiel de la technique SLM.

Compte tenu des délais de réalisation des équipements, les essais de fabrication sous vide n'ont pas pu être développés de façon intensive et un important travail d'évaluation reste donc à effectuer.

En particulier, le rôle de l'atmosphère dans les échanges faisceau laser- lit de poudre pourra à présent être exploré avec une prise en compte de l'effet de la pression qui joue certainement un rôle déterminant.

La réalisation d'alliages in-situ à partir de mélanges de poudres semble elle aussi porteuse de nombreuses études complémentaires, notamment en ce qui concerne les interactions entre cinétiques d'élaboration et cinétiques de diffusion.

Liste de publication

Revue

- [1] **Baicheng Zhang**, Hanlin Liao, Christian Coddet, Effects of processing parameters on properties of direct laser sintered Mg-Al powder mixture; *Materials & Design*, 34, 2012, p.753-758
- [2] **Baicheng Zhang**, Nour-Eddine Fenineche, Lin Zhu, Hanlin Liao, Christian Coddet, Studies of magnetic properties of permalloy (Fe-30%Ni) prepared by SLM technology; *Journal of Magnetism and Magnetic Material*, 324(2012), p. 495-500
- [3] **Baicheng Zhang***, Hanlin Liao, Christian Coddet;Improvement of surface properties of SLM parts by plasma–sprayed coating melting parts; *Applied surface science*, , Volume 263, 15 December 2012, Pages 777-782
- [4] **Baicheng Zhang***a, Jing Chengb, Hanlin Liaoa, Christian Coddet, Study of microstructure and mechanical property of shape memory alloys by laser melting of Ti/Ni mixed powders, *Journal of Materials Science and Technology*, accepted
- [5] **Baicheng Zhang***, Nour-Eddine Fenineche, Hanlin Liao, Christian Coddet;Microstructure and magnetic properties of Fe-Ni alloy fabricated by selective laser melting Fe/Ni mixed powders; *Journal of Materials Science and Technology*, accepted
- [6] **B. Zhang**, L. Dembinski, C. Coddet, The study of the laser parameters and environment variables effect on mechanical properties of high compact parts elaborated by selective laser melting 316L powder, *Materials Science & Engineering A*, under review,

[7] **Baicheng Zhang***, Hanlin Liao, Christian Coddet, Selective laser melting of iron powder bed: observation of melting mechanism and corresponding microstructure, Journal Material Processing Technology, under review

[8] **Baicheng Zhang***, Nour-Eddine Fenineche, Lin Zhu, Hanlin Liao, Christian Coddet;Magnetic properties of in-situ synthesized FeNi₃ by selective laser melting Fe-80%Ni powders; Journal of Magnetism and Magnetic Material; under review

[9] Lin Zhu, Nannan Zhang, **Baicheng Zhang**, Fu Sun, Rodolphe Bolot, Marie-Pierre Planche, Hanlin Liao, Christian Coddet, Very low pressure plasma sprayed alumina and yttria-stabilized zirconia thin dense coatings using a modified transferred arc plasma torch, Applied Surface Science, Volume 258, Issue 4, 1 December 2011, Pages 1422-1428

[10] Bo Song, Shujuan Dong, **Baicheng Zhang**, Hanlin Liao, Christian Coddet, Effects of processing parameters on microstructure and mechanical property of selective laser melted Ti6Al4V,Materials & Design, Volume 35, March 2012, Pages 120-125